

Sapienza Università di Roma
Facoltà di Farmacia e Medicina
Anno Accademico 2013/2014

Corso di Laurea in Chimica e Tecnologia Farmaceutiche
Corso di Analisi Chimico-Farmaceutica e Tossicologica I (M-Z)
Dott. Giuseppe La Regina

Esercitazione di Laboratorio n. 9 – 13 novembre 2013

Analisi sistematica dei cationi: V gruppo

Premessa

Nello schema classico di analisi sistematica dei cationi si cercano al quinto gruppo analitico quegli elementi, i cui carbonati sono insolubili in ambiente debolmente alcalino ($\text{pH} \approx 9$), quali Ca^{2+} , Sr^{2+} e Ba^{2+} .

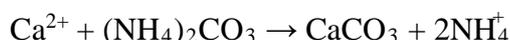
Come reattivo precipitante del gruppo viene usato l'ammonio carbonato, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, in ambiente ammoniacale (tamponato con cloruro ammonico, NH_4Cl , per evitare la precipitazione del magnesio). In tali condizioni precipitano: calcio carbonato, CaCO_3 , bianco; stronzio carbonato, SrCO_3 , bianco; bario carbonato, BaCO_3 , bianco.

Attacco cloridrico

Porre 2-3 punte di spatola del campione in esame in una provetta da centrifuga, aggiungere circa 2-3 ml di acido cloridrico soluzione acquosa 2N, HCl , e scaldare a bagnomaria bollente per circa 10 minuti agitando con una bacchetta di vetro di tanto in tanto. Lasciare raffreddare e centrifugare, quindi scartare l'eventuale precipitato dopo averlo lavato almeno 2 volte con acqua distillata. Unire le acque di lavaggio alla soluzione cloridrica.

Precipitazione dei carbonati

Alla soluzione cloridrica così ottenuta aggiungere goccia a goccia ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata, NH_4OH 30%, sino a $\text{pH} = 9-10$ (controllare con la cartina all'indicatore universale; evitare un eccesso di ammonio idrossido). Aggiungere quindi 1-2 punte di spatola di ammonio carbonato solido, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, e lasciare reagire per 10-15 minuti, agitando frequentemente. Se l'ammonio carbonato, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, stenta a disciogliersi scaldare la sospensione a bagnomaria appena tiepido (un bagnomaria bollente decompone il reattivo). Si formerà lentamente un precipitato bianco contenente: calcio carbonato, CaCO_3 ; stronzio carbonato, SrCO_3 ; bario carbonato, BaCO_3 . Ad esempio:



Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione e separare la soluzione. Trasferire la soluzione in una seconda provetta da centrifuga ed aggiungere ancora una 1 punta di spatola di ammonio carbonato solido, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, quindi scaldare a bagnomaria tiepido per qualche minuto: l'eventuale precipitato andrà separato per centrifugazione dopo aver raffreddato la sospensione ed aggiunto al precedente.

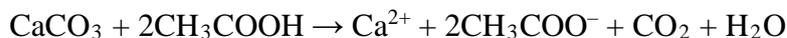
Dopo aver scartato la soluzione, lavare il precipitato complessivo 1-2 volte con una miscela costituita da ammonio cloruro soluzione acquosa 2M, NH_4Cl , e 1-2 gocce di ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata, NH_4OH 30%.

Analisi dei cationi del V gruppo

Porre una puntina di spatola del precipitato su di un vetrino ad orologio, aggiungere 1 ml di

acido cloridrico soluzione acquosa 2N, HCl, e saggiare alla fiamma per la ricerca di Ca (rosso mattone), Sr (rosso carminio) e Ba (verde chiaro).

Aggiungere al resto del precipitato circa 2 ml di acido acetico soluzione acquosa 2M, CH₃COOH, e scaldare a bagnomaria bollente per 10 minuti al fine di eliminare la CO₂. Ad esempio:



Dopo raffreddamento, dividere la soluzione acetica limpida in 2 porzioni (A e B): in una si cercherà il calcio e nell'altra lo stronzio ed il bario.

1. Separazione e ricerca del calcio

Alla porzione A della soluzione acetica aggiungere circa 10 gocce di ammonio solfato soluzione acquosa 1M, (NH₄)₂SO₄, e scaldare a bagnomaria per 5 minuti. Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione e scartare il precipitato, costituito dai solfati di stronzio e bario oltre ad una piccola quantità di quello di calcio; la concentrazione di Ca²⁺ che resta in soluzione è tuttavia sufficiente a consentirne l'identificazione.

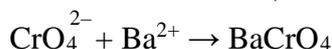
Alla soluzione limpida aggiungere 3-4 gocce di ossalato ammonico soluzione acquosa satura, (NH₄)₂C₂O₄, e scaldare a bagnomaria per qualche minuto. In presenza di calcio si forma un precipitato bianco cristallino, finemente suddiviso, di ossalato di calcio, Ca(C₂O₄):



Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione ottenuta, scartare la soluzione e confermare la presenza del calcio mediante saggio alla fiamma sul precipitato.

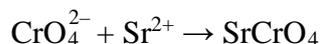
2. Separazione e ricerca di stronzio e bario

A 10 gocce della porzione B della soluzione acetica poste in una provetta da centrifuga aggiungere 10 gocce di reattivo di Caron, (NH₄)₂Cr₂O₇/NH₄OH/CH₃COOH. In presenza di bario, si ha la formazione di un precipitato giallo di bario cromato, BaCrO₄:



Centrifugare la sospensione ottenuta, separare la soluzione e confermare la presenza del bario mediante saggio alla fiamma sul precipitato.

Aggiungere alla soluzione ammonio idrossido soluzione acquosa 2N, NH₄OH, fino a colorazione gialla e 10-15 gocce di alcol etilico, CH₃CH₂OH, e scaldare a bagnomaria. In presenza di stronzio, si ha la formazione di un precipitato giallo di stronzio cromato, SrCrO₄:



Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione ottenuta, scartare la soluzione e confermare la presenza dello stronzio mediante saggio alla fiamma sul precipitato.

Elenco sostanze da utilizzare: miscela cationi x7, HCl 2N x7, NH₄OH 30%, (NH₄)₂CO₃ x7, NH₄Cl 2M, CH₃COOH 2M, (NH₄)₂SO₄ 1M, (NH₄)₂C₂O₄ ss, reattivo di Caron, NH₄OH 2N, CH₃CH₂OH.

Elenco attrezzature e materiale laboratorio da mettere a disposizione: bagnomaria, pipette pasteur, tettarelle lattice.