



**Corso di Laurea in Chimica e Tecnologia Farmaceutiche
Corso di Analisi Chimico Farmaceutica e Tossicologica I (M-Z)
Anno Accademico 2019/2020**

Prof. Giuseppe La Regina

Ricerca diretta sul campione

1. Saggio del mantello blu per la ricerca dello stagno

Premessa

Si tratta di un saggio molto sensibile ed estremamente specifico, dato da tutti i composti dello stagno. Nessun elemento eventualmente presente può interferire, salvo al più l'arsenico, in presenza del quale la sensibilità può diminuire notevolmente.

Precauzioni e operazioni preliminari

Indossare camice, occhiali di protezione e guanti monouso. Eseguire tutte le operazioni descritte sotto cappa aspirante, incluso il prelievo delle polveri e dei liquidi quando necessario. Quando richiesto, indossare la maschera filtrante.

Esecuzione del saggio

Versare in un becher 4-5 ml di acido cloridrico soluzione acquosa concentrata, HCl 37%, ed una punta di spatola della sostanza in esame (stagno(IV) cloruro pentaidrato, $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; $\approx 2-3$ mg).

Riempire con acqua fredda (≈ 5 ml) una provetta cilindrica ben pulita all'esterno e, tenendola con le pinze di legno, usarla per agitare il contenuto del becher.

Mentre si agita, aggiungere nel becher un granulo di zinco metallico, Zn (≈ 20 mg): avrà luogo un abbondante sviluppo di idrogeno. Continuare ad agitare per qualche secondo.

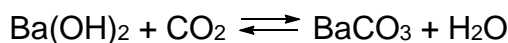
Portare il fondo della provetta sulla fiamma della lampada Bunsen: in presenza di stagno il fondo della provetta appare avvolto da un caratteristico mantello aderente di fiamma blu, visibilissimo in ambiente poco illuminato.

Non si conoscono né l'origine della colorazione né il ruolo svolto dall'idrogeno nascente nella reazione.

2. Saggio dell'acido carbonico per la ricerca dello ione carbonato

Premessa

Il riconoscimento si basa sull'intorbidimento dell'acqua di barite (bario(II) idrossido soluzione acquosa 5%, $\text{Ba}(\text{OH})_2$) ad opera dell'anidride carbonica, CO_2 , per formazione di carbonato di bario, BaCO_3 , secondo la reazione:



Precauzioni e operazioni preliminari

Indossare camice, occhiali di protezione e guanti monouso. Eseguire tutte le operazioni descritte sotto cappa aspirante, incluso il prelievo delle polveri e dei liquidi quando necessario. Quando richiesto, indossare la maschera filtrante.

Esecuzione del saggio

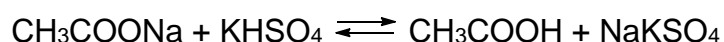
Mettere una punta di spatola della sostanza in esame (calcio(II) carbonato, CaCO_3 ; \approx 4-5 mg) nel fondo di una provetta e aggiungere circa 10-15 gocce di acido cloridrico soluzione acquosa 2N, HCl. In presenza di carbonato si vedrà una effervescenza più o meno vivace.

Con una pipetta pasteur asciutta dotata di tettarella in gomma o lattice pipettare l'aria (tenere la punta verso la metà della provetta e fare in modo di non toccare il liquido e le pareti) e farla gorgogliare, immergendo la punta della pipetta, in una soluzione di acqua di barite (bario(II) idrossido soluzione acquosa 5%, Ba(OH)_2 ; 2-3 ml). In presenza di anidride carbonica si ha intorbidimento bianco evidente. Centrifugare la sospensione, scartare la soluzione sovrastante e acidificare il precipitato con acido cloridrico soluzione acquosa 2N, HCl. Il precipitato deve sciogliersi completamente con lo sviluppo di anidride carbonica, CO_2 , confermando la presenza di carbonati ed escludendo quella di solfati.

3. Saggio dell'acido acetico per la ricerca dello ione acetato

Premessa

Il saggio si basa sulla formazione di acido acetico, CH_3COOH , di odore caratteristicamente pungente, a partire da sali contenenti lo ione acetato, CH_3COO^- , per effetto dell'aggiunta di potassio(I) idrogeno solfato, KHSO_4 , secondo la reazione:



Precauzioni e operazioni preliminari

Indossare camice, occhiali di protezione e guanti monouso. Eseguire tutte le operazioni descritte sotto cappa aspirante, incluso il prelievo delle polveri e dei liquidi quando necessario. Quando richiesto, indossare la maschera filtrante.

Esecuzione del saggio

Triturare una punta di spatola di sostanza (sodio(I) acetato triidrato, $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; \approx 4-5 mg) in mortaio con pestello insieme a 3-4 volte il proprio peso di potassio(I) idrogeno solfato, KHSO_4 (\approx 16-20 mg). In presenza dello ione acetato, CH_3COO^- , si svolge odore di acido acetico, CH_3COOH .

4. Ricerca dello ione ammonio

Premessa



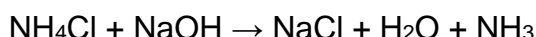
Il saggio si basa sulla formazione di ammoniaca, NH_3 , a partire da sali di ammonio, NH_4^+ , in presenza di una base. L'ammoniaca, NH_3 , può essere riconosciuta attraverso la colorazione basica di una cartina indicatrice di pH bagnata con alcune gocce di acqua distillata.

Precauzioni e operazioni preliminari

Indossare camice, occhiali di protezione e guanti monouso. Eseguire tutte le operazioni descritte sotto cappa aspirante, incluso il prelievo delle polveri e dei liquidi quando necessario. Quando richiesto, indossare la maschera filtrante.

Esecuzione del saggio

T trattare una piccola porzione della sostanza in esame (ammonio(I) cloruro, NH_4Cl ; \approx 4-5 mg) con alcune gocce di sodio(I) idrossido soluzione acquosa 2N, NaOH , in un tubicino da saggio. Scaldare delicatamente il contenuto sulla fiamma di una lampada Bunsen. In presenza di ammonio, NH_4^+ , si ha la seguente reazione:



Per evidenziare la reazione basica della cartina indicatrice di pH (colorazione blu), bagnare con alcune gocce di acqua un pezzetto di cartina indicatrice ed accostarlo ai fumi bianchi che fuoriescono dal tubicino da saggio.

5. Ricerca dello ione fluoruro

Premessa

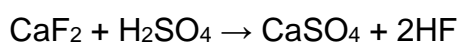
Lo ione fluoruro può essere messo in evidenza sfruttando la sua capacità di essere convertito in ambiente fortemente acido in acido fluoridrico, il quale è in grado di attaccare in maniera caratteristica il vetro.

Precauzioni e operazioni preliminari

Indossare camice, occhiali di protezione e guanti monouso. Eseguire tutte le operazioni descritte sotto cappa aspirante, incluso il prelievo delle polveri e dei liquidi quando necessario. Quando richiesto, indossare la maschera filtrante.

Esecuzione del saggio

Porre su di un vetrino ad orologio ben pulito ed asciutto 2 punte di spatola della sostanza in esame (calcio(II) fluoruro, CaF_2 ; \approx 4-5 mg) ed aggiungere alcune gocce di acido solforico concentrato, H_2SO_4 . Scaldare delicatamente, utilizzando le pinze in legno, il vetrino ad orologio sulla fiamma di una lampada Bunsen, lasciare raffreddare e lavare con acqua distillata. In presenza dello ione fluoruro, ha luogo la seguente reazione:



L'acido fluoridrico formatosi è in grado di corrodere il vetro in maniera caratteristica.



6. Calcinazione

Premessa

La calcinazione è l'operazione con cui si eliminano i componenti volatili da una sostanza solida, mediante riscaldamento a temperature generalmente elevate. Tale tecnica consente di acquisire informazioni del tutto preliminari su di un composto incognito, ma utile per distinguere i composti organici da quelli metallo-organici e inorganici. Si possono distinguere i seguenti fenomeni:

- (a) composto inorganico (es., calcio(II) carbonato, CaCO_3): lascia un residuo corrispondente all'ossido del catione;
- (b) composto organico (es., D-(+)-glucosio, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$): carbonizza rapidamente senza lasciare residuo;
- (c) composto metallo organico ((es., sodio(I) benzoato, $\text{C}_6\text{C}_5\text{COONa}$): carbonizza lentamente lasciando un residuo relativo all'ossido del catione.

Precauzioni e operazioni preliminari

Indossare camice, occhiali di protezione e guanti monouso. Eseguire tutte le operazioni descritte sotto cappa aspirante, incluso il prelievo delle polveri e dei liquidi quando necessario. Quando richiesto, indossare la maschera filtrante.

Esecuzione del saggio






Deporre una piccola quantità della sostanza in esame ($\approx 4\text{-}5$ mg) su un crogiolo di porcellana, scaldare alla fiamma di una lampada Bunsen mediante l'ausilio di una pinza in acciaio ed osservare il comportamento della sostanza.

Qualora sia necessario pulire la capsula in porcellana, depositare all'interno di essa 1 ml di acido solforico concentrato, H_2SO_4 98%, e 1 ml di acido nitrico concentrato soluzione acquosa, HNO_3 70%. Scaldare il contenuto delicatamente, utilizzando le pinze in acciaio, sulla fiamma di una lampada Bunsen senza portare a secchezza, cercando di umettare l'intera superficie interna della capsula; se necessario aiutarsi con una spatolina in acciaio. Lasciare raffreddare bene, versare il contenuto all'interno di un becher preventivamente riempito con acqua e smaltire in modo opportuno.








Informazioni sulla sicurezza per le sostanze utilizzate durante l'esercitazione

Nella versione elettronica dell'esercitazione cliccando sulle voci sottolineate in azzurro si viene indirizzati ai corrispondenti dettagli. Per le schede di dati di sicurezza è necessaria una connessione internet.

Sostanza (Formula)	CAS Registry Number	Pittogramma (Regolamento CLP 1272/2008)	Indicazione di pericolo	Consiglio di prudenza	Scheda di dati di sicurezza
Acido cloridrico (HCl)	7647-01-0		H290 H314 H335	P260 P280 P303 + P361 + P353 P304 + P340 + P310 P305 + P351 + P338	Vai
Acido nitrico (HNO ₃)	7697-37-2		H272 H390 H314 H331	P210 P220 P261 P280 P370 + P378 P403 + P233 EUH071	Vai
Acido solforico (H ₂ SO ₄)	7664-93-9		H290 H314	P280 P301 + P330 + P331 P303 + P361 + P353 P305 + P351 + P338 + P310	Vai
Ammonio(I) cloruro (NH ₄ Cl)	12125-02-9		H302 H319	P301 + P312 + P330 P305 + P351 + P338	Vai
Bario(II) idrossido ottaidrato (Ba(OH) ₂ ·8H ₂ O)	17194-00-2		H302 H314	P280 P301 + P330 + P331 P303 + P361 + P353 P304 + P340 P310 P305 + P351 + P338	Vai
Calcio(II) carbonato (CaCO ₃)	471-34-1	-	-	-	Vai
Calcio(II) fluoruro (CaF ₂)	7789-75-5	-	-	-	Vai



D-(+)-Glucosio (C ₆ H ₁₂ O ₆)	50-99-7	-	-	-	Vai
Potassio(I) idrogeno solfato (KHSO ₄)	7646-93-7			H314 H335	P261 P280 P305 + P351 + P338 P310 Vai
Sodio(I) acetato triidrato (CH ₃ COONa·3H ₂ O)	6131-90-4	-	-	-	Vai
Sodio(I) benzoato (C ₆ H ₅ COONa)	532-32-1			H319	P264 P280 P305 + P351 + P338 P337 + P313 Vai
Sodio(I) idrossido (NaOH)	1310-73-2			H290 H314	P260 P280 P301 + P330 + P331 P303 + P361 + P353 P305 + P351 + P338 Vai
Stagno(IV) cloruro pentaidrato (SnCl ₄ ·5H ₂ O)	10026-06-9			H314 H412	P260 P280 P303 + P361 + P353 P304 + P340 + P310 P305 + P351 + P338 Vai
Zinco(0) (Zn)	7440-66-6	-	-	-	Vai



Elenco delle sostanze, delle soluzioni, delle attrezzature e del materiale da mettere a disposizione degli studenti

Sostanze solide: ammonio(I) cloruro x6, calcio(II) carbonato x6, calcio(II) fluoruro x6, D-(+)-glucosio x6, potassio(I)idrogeno solfato x6, sodio(I) acetato triidrato x6, sodio(I) benzoato x6, stagno(IV)cloruro pentaidrato x6, zinco(0) x6.

Sostanze liquide e soluzioni: acido cloridrico soluzione acquosa 2N x6, acido cloridrico soluzione acquosa 37% x6, acido nitrico soluzione acquosa 70% x6 acido solforico 98% x6, bario idrossido soluzione acquosa 5% x2, sodio idrossido soluzione acquosa 2N x6.

Attrezzature e materiale laboratorio da mettere a disposizione: centrifuga x6, lampada Bunsen x30, pipette Pasteur x6, tubicini da saggio x6.