



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

Identificazione di cationi ed anioni secondo la Farmacopea Ufficiale XII edizione

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.

I. Cationi

Alluminio: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere circa 15 mg di sostanza in esame in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della prescritta soluzione. Aggiungere circa 0,5 ml di acido cloridrico diluito R (ottenuto diluendo 20 g di acido cloridrico R a 100 ml con acqua R). Aggiungere goccia a goccia sodio idrossido soluzione diluita R (8,5 g/100 ml). Si forma un precipitato bianco gelatinoso che si scioglie in eccesso di sodio idrossido soluzione diluita R (8,5 g/100 ml). Aggiungere gradualmente ammonio cloruro soluzione R (8,5 g/100 ml). Si riforma un precipitato bianco gelatinoso.

Ammonio e basi volatili: NH_4Cl

Disciogliere circa 20 mg della sostanza in esame in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 2 ml di sodio idrossido soluzione diluita R (8,5 g/100 ml). Riscaldando la soluzione si sviluppano vapori identificabili dalla reazione alcalina.

Argento: AgCH_3COO

Disciogliere circa 10 mg della sostanza in esame in 10 ml di acqua R o usare 10 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 0,3 ml di acido cloridrico R1 (ottenuto diluendo 70 g di acido cloridrico R a 100 ml con acqua R). Si forma un precipitato bianco caseoso solubile in 3 ml di ammoniaca diluita R1 (ottenuta diluendo 41 g di ammoniaca concentrata R a 100 ml con acqua R).

Calcio: CaCl_2

Disciogliere circa 20 mg di sostanza in esame o la quantità prescritta in 5 ml di acido acetico soluzione R. Aggiungere 0,5 ml di potassio ferrocianuro soluzione R (triidrato; 53 g/l). La soluzione resta limpida. Aggiungere circa 50 mg di ammonio cloruro R. Si forma un precipitato bianco, cristallino.



Ferro: $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere una quantità di sostanza in esame equivalente a circa 10 mg di ione ferro (Fe^{2+}) in 1 ml di acqua R o usare 1 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 1 ml di potassio ferricianuro soluzione R (5 g/l). Si forma un precipitato blu, insolubile in acido cloridrico diluito R (ottenuto diluendo 20 g di acido cloridrico R a 100 ml con acqua R).

Magnesio: $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere circa 15 mg della sostanza in esame in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 1 ml di ammoniaca diluita R1 (ottenuta diluendo 41 g di ammoniaca concentrata R a 100 ml con acqua R). Si forma un precipitato bianco che si scioglie per aggiunta di 1 ml di ammonio cloruro soluzione R (8,5 g/100 ml). Aggiungere 1 ml di sodio fosfato dibasico soluzione R (dodecaidrato, 90 g/l). Si forma un precipitato bianco cristallino.

Sodio: $\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere 0,1 g di sostanza in esame in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 2 ml di una soluzione di potassio carbonato R (150 g/l) e scaldare all'ebollizione. Non si forma alcun precipitato. Aggiungere 4 ml di potassio piroantimoniato soluzione R (ottenuta sciogliendo 2 g di potassio piroantimoniato R in 95 ml di acqua R calda, raffreddando velocemente ed aggiungendo una soluzione contenente 2,5 g di potassio idrossido R in 50 ml di acqua R e 1 ml di sodio idrossido soluzione diluita R (ottenuta sciogliendo 8,5 g di sodio idrossido R in acqua R e diluendo a 100 ml con lo stesso solvente), lasciando a riposo per 24 h, filtrando e diluendo a 150 ml con acqua R) e scaldare all'ebollizione. Lasciar raffreddare in acqua ghiacciata e sfregare, se necessario, le pareti della provetta con una bacchetta di vetro. Si forma un precipitato bianco e pesante.

II. Anioni

Acetati: $\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Scaldare la sostanza in esame con una eguale quantità di acido ossalico R (diidrato). Si sviluppano vapori aventi reazione acida, con l'odore caratteristico di acido acetico.

Bromuri: KBr

Disciogliere in 2 ml di acqua R una quantità di sostanza in esame equivalente a circa 3 mg di ione bromuro (Br^-), o usare 2 ml della soluzione prescritta. Acidificare con acido nitrico diluito R (ottenuto diluendo 20 g di acido nitrico R a 100 ml con acqua R) e aggiungere 0,4 ml di argento nitrato soluzione R1 (42,5 g/l). Agitare e lasciare a riposo. Si forma un precipitato caseoso giallo pallido. Centrifugare e lavare il precipitato con 3 porzioni ciascuna di 1 ml di acqua R. Effettuare questa operazione rapidamente, al riparo dalla luce viva e non considerando il fatto che la soluzione sovrastante possa essere non perfettamente chiara. Sospendere il precipitato ottenuto in 2 ml di acqua R e aggiungere 1,5 ml di ammoniaca soluzione R (ottenuta diluendo 67 g di ammoniaca concentrata R a 100 ml con acqua R). Il precipitato si scioglie con difficoltà.

Carbonati e bicarbonati: Na_2CO_3 e NaHCO_3



Introdurre in una provetta 0,1 g della sostanza in esame e sospenderla in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 3 ml di acido acetico diluito R (ottenuto diluendo 12 g di acido acetico glaciale R a 100ml con acqua R). Chiudere immediatamente la provetta con un tappo attraversato da un tubo di vetro piegato due volte ad angolo retto. La soluzione o sospensione diventa effervescente e sviluppa un gas inodore ed incolore. Scaldare leggermente e far gorgogliare il gas in 5 ml di bario idrossido soluzione R (octaidrato; 47,3 g/l). Si forma un precipitato bianco che si discioglie in un eccesso di acido cloridrico R1 (ottenuto diluendo 70 g di acido cloridrico R a 100 ml con acqua R).

Cloruri: NH_4Cl

Disciogliere in 2 ml di acqua R una quantità di sostanza in esame equivalente a circa 2 mg di ione cloruro (Cl^-) o usare 2 ml della soluzione prescritta. Acidificare con acido nitrico diluito R (ottenuto diluendo 20 g di acido nitrico R a 100ml con acqua R) e aggiungere 0,4 ml di argento nitrato soluzione R1 (42,5 g/l). Agitare e lasciare a riposo. Si forma un precipitato bianco caseoso. Centrifugare e lavare il precipitato con tre porzioni, ciascuna di 1 ml, di acqua R. Effettuare questa operazione rapidamente, a riparo dalla luce viva e non considerando il fatto che la soluzione sovranatante possa non diventare perfettamente limpida. Sospendere il precipitato in 2 ml di acqua R e aggiungere 1,5 ml di ammoniaca soluzione R (ottenuta diluendo 67 g di ammoniaca concentrata R a 100 ml con acqua R). Il precipitato si discioglie facilmente con la possibile eccezione di poche particelle grandi che si disciolgono lentamente.

Fosfati: $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Aggiungere 5 ml di argento nitrato soluzione R1 (42,5 g/l) a 5 ml della soluzione prescritta (ottenuta disciogliendo 10,0 g in acqua esente da anidride carbonica R preparata da acqua distillata R e diluire a 100 ml con lo stesso solvente), neutralizzata se necessario. Si forma un precipitato giallo la cui colorazione non si modifica per ebollizione e che si discioglie per aggiunta di ammoniaca soluzione R (ottenuta diluendo 67 g di ammoniaca concentrata R a 100 ml con acqua R).

Ioduri: KI

Disciogliere una quantità di sostanza in esame equivalente a circa 4 mg di ione ioduro (I^-) in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Acidificare con acido nitrico diluito R (ottenuto diluendo 20 g di acido nitrico R a 100ml con acqua R) e aggiungere 0,4 ml di argento nitrato soluzione R1 (42,5 g/l). Agitare e lasciare a riposo. Si forma un precipitato caseoso giallo pallido. Centrifugare e lavare il precipitato con tre porzioni, ciascuna di 1 ml, di acqua R. Effettuare questa operazione rapidamente, a riparo dalla luce viva e non considerando il fatto che la soluzione sovranatante possa non diventare perfettamente limpida. Sospendere il precipitato in 2 ml di acqua R e aggiungere 1,5 ml di ammoniaca soluzione R (ottenuta diluendo 67 g di ammoniaca concentrata R a 100 ml con acqua R). Il precipitato non si discioglie.

Solfati: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere circa 45 mg della sostanza in esame in 5 ml di acqua R o usare 5 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 1ml di acido cloridrico diluito R (ottenuto diluendo 20 g di



acido cloridrico R a 100 ml con acqua R) e 1 ml di bario cloruro soluzione R1 (diidrato; 61 g/l). Si forma un precipitato bianco.



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 acetico (CH ₃ COOH)	64-19-7		H226 H314	P210 P280 P301 + P330 + P331 P303 + P361 + P353 P305 + 351 + P338 + P310	Vai
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 ossalico diidrato (H ₂ C ₂ O ₄ ·2H ₂ O)	144-62-7		H302 H318	P264 P280 P301 + P312 P305 + P351 + P338 P310 P501	Vai
Alluminio(III)solfato esadecaidrato (Al ₂ (SO ₄) ₃ ·16H ₂ O)	16828-11-8		H290 H318	P280 P305 + P351 + P338 P310	Vai
Ammonio(I) cloruro (NH ₄ Cl)	12125-02-9		H302 H319	P301 + P312 + P330 P305 + P351 + P338	Vai
Ammonio(I) idrossido (NH ₄ OH)	1336-21-6		H290 H302 H314 H335 H410	P273 P280 P301 + P312 + P330	Vai



					P301 + P330 + P331 P303 + P361 + P353 P305 + P351 + P338 + P310	
Argento(I) acetato (AgCH ₃ COO)	563-63-3	 	H315 H318 H335 H400	P273 P280 P302 + P352 P305 + P351 + P338 +P310	Vai	
Argento(I) nitrato (AgNO ₃)	7761-88-8	 	H272 H290 H314	P210 P280 P301 + P330 + P331 P304 + P340 P310 P305 + P351 + P338	Vai	
Bario(II) cloruro diidrato (BaCl ₂ ·2H ₂ O)	10361-37-2	 	H301 H332 H319	P261 P271 P301 + P310 P304 + P340 P305 + P351 + P38 P337 + P313	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) cloruro (CaCl ₂)	10043-52-4		H319	P305 + P351 + P338	Vai	
Ferro(II) solfato eptaidrato (FeSO ₄ ·7H ₂ O)	7782-63-0		H302 H315 H319	P301 + P312 + P330 P302 + P352 P305 + P351 + P338	Vai	
Magnesio(II) nitrato esaidrato (Mg(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O)	13446-18-9	-	-	-	Vai	
Potassio(I) piroantimoniato(V) (K[Sb(OH) ₆])	12208-13-8	 	H302 + H332 H411	P273	Vai	



Potassio(I) bromuro (KBr)	7758-02-3		H319	P280 P305 + P351 + P338 P337 + P313	Vai
Potassio(I) carbonato (K ₂ CO ₃)	584-08-7		H315 H319 H335	P305 + P351 + P338	Vai
Potassio(I) ferri(III)cianuro (K ₃ [Fe(CN) ₆])	13746-66-2	-	-	-	Vai
Potassio(I) ferro(II)cianuro (K ₄ Fe(CN) ₆ ·3H ₂ O)	14459-95-1	-	H412	P273	Vai
Potassio(I) ioduro (KI)	7681-11-0		H372	P260 P264 P270 P314 P501	Vai
Sodio(I) acetato triidrato (CH ₃ COONa·3H ₂ O)	6131-90-4	-	-	-	Vai
Sodio(I) carbonato (Na ₂ CO ₃)	497-19-8		H319	P264 P280 P305 + P351 + P338 P337 + P313	Vai
Sodio(I) diidrogeno fosfato diidrato (NaH ₂ PO ₄ ·2H ₂ O)	13472-35-0	-	-	-	Vai
Sodio(I) idrogeno fosfato dodecaidrato (Na ₂ HPO ₄ ·12H ₂ O)	10039-32-4	-	-	-	Vai
Sodio(I) idrogeno carbonato (NaHCO ₃)	144-55-8	-	-	-	Vai
Sodio(I) idrossido (NaOH)	1310-73-2		H290 H314	P260 P280 P301 + P330 + P331 P303 + P361 + P353 P305 + P351 + P338	Vai



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

Sostanze solide: acido ossalico diidrato x6, alluminio(III) solfato esadecaidrato x6, ammonio(I) cloruro x6, argento(I) acetato x6, calcio(II) cloruro x6, ferro(II) solfato eptaidrato x6, magnesio(II) nitrato esaidrato x6, potassio (I) ioduro x6, potassio(I) bromuro x6, sodio(I) acetato triidrato x6, sodio(I) carbonato x6, sodio(I) diidrogeno fosfato diidrato x6, sodio(I) idrogeno carbonato x6.

Sostanze liquide e soluzioni: acido acetico diluito (reagente F.U.) x2, acido acetico soluzione (reagente F.U.) x2, acido cloridrico diluito (reagente F.U.) x2, acido cloridrico R1 (reagente F.U.) x2, acido nitrico diluito (reagente F.U.) x2, ammoniacale diluita R1 (reagente F.U.) x2, ammoniacale soluzione (reagente F.U.) x2, ammonio cloruro soluzione (reagente F.U.) x2, argento nitrato R1 (reagente F.U.) x2, bario cloruro R1 (reagente F.U.) x2, bario idrossido soluzione (reagente F.U.) x2, potassio carbonato soluzione (reagente F.U.) x2, potassio ferricianuro soluzione (reagente F.U.) x2, potassio ferrocianuro soluzione (reagente F.U.) x2, potassio piroantimoniato soluzione (reagente F.U.) x2, sodio fosfato dibasico soluzione (reagente F.U.) x2, sodio idrossido soluzione diluita (reagente F.U.) x2.

Attrezzature e materiale laboratorio: bagnomaria x12, centrifuga x6, pipette Pasteur x6, tubicini da saggio x6.