

## Analisi di cationi per gruppi

### ● Obiettivo:

Eeguire una ricerca di alcuni cationi in un campione. Verrà riportata l'analisi di:

- 1° Gruppo.  $Ag^+$  ( $Pb^{2+}$ ) ( $Hg_2^{2+}$ )\*  
 2° Gruppo. Nessuno (elevata pericolosità del reattivo precipitante)  
 3° Gruppo.  $Fe^{3+}$   $Al^{3+}$   $Mn^{2+}$   $Cr^{3+}$   
 4° Gruppo.  $Ni^{2+}$

### ● Materiali e attrezzature:

<u>Vetreteria:</u>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Provette normali e provette da centrifuga</li> <li>■ Becker con sostegno per bagnomaria</li> <li>■ Pipetta Pasteur</li> <li>■ Agitatori in vetro</li> </ul>
<u>Materiale di consumo:</u>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Sale da analizzare</li> <li>■ <math>HCl</math> diluito</li> <li>■ Soluzione acquosa <math>KI</math> (3~10%)</li> <li>■ Soluzione <math>NH_4OH</math> 6N</li> <li>■ <math>HNO_3</math> diluito, <math>HNO_3</math> 65% m/m</li> <li>■ Soluzione acquosa <math>NH_4Cl</math> 5N (o <math>NH_4Cl</math> in polvere)</li> <li>■ Soluzione <math>NaOH</math> 2N</li> <li>■ Soluzione idroalcolica alizarina 0,1%</li> <li>■ <math>CH_3COOH</math> diluito</li> <li>■ Soluzione acquosa <math>KSCN</math> 5%</li> <li>■ Soluzione acquosa <math>K_4Fe(CN)_6</math> 5%</li> <li>■ <math>PbO_2</math> in polvere</li> <li>■ Diacetildiossima in soluzione 1% in alcool etilico o dimetilglossima in soluzione 1% in alcool etilico</li> </ul>
<u>Varie:</u>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Mortaio con pestello</li> <li>■ Centrifuga</li> </ul>

### ● Procedimento:

#### 1° Gruppo Analitico

##### ■ **Preparazione del campione per l'analisi**

La preparazione del campione avviene ponendo una piccola quantità di esso, accuratamente omogeneizzato con l'aiuto di un mortaio, in una provetta da centrifuga. Si aggiunge acqua distillata e si tenta di sciogliere il campione prima a freddo poi a caldo, preparando un

\* L'analisi dei cationi tra parentesi è stata effettuata egualmente per imparare il metodo ma sapendo di non averli in partenza a causa dell'elevata pericolosità dei loro sali.

ISII Marconi	Classe 3 <sup>^</sup> chimici ITIS	Metodiche di chimica analitica: Analisi di cationi per gruppi	
			Pagina 2 di 12

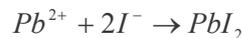
bagnomaria. Se si è scaldato il campione attendere il raffreddamento prima di passare al punto successivo.

### ■ Inizio dell'analisi - Ricerca di Pb<sup>2+</sup> e purificazione dal catione piombo

Il 1° gruppo analitico comprende i cationi i cui cloruri sono insolubili o poco solubili anche in soluzione debolmente acida. In queste condizioni precipitano:

- AgCl in modo completo
- Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> in modo completo, ma non Hg(II) che precipiterà invece nel 2° gruppo
- PbCl<sub>2</sub> in modo non completo

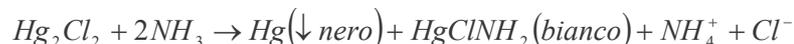
Al contenuto della provetta si aggiunge il reattivo precipitante del 1° Gruppo, HCl diluito. Si agita bene con l'agitatore quindi si centrifuga per 40 sec. Si separa il precipitato dalla soluzione (che andrà all'analisi dei gruppi successivi) e lo si sciacqua con acqua bollente per portare in soluzione il catione piomboso (più solubile a caldo). Si centrifuga a caldo e si separa la soluzione (contenente Pb<sup>2+</sup>) dal precipitato (contenente Ag<sup>+</sup> e Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup>): aggiungere alla soluzione qualche goccia di soluzione di ioduro di potassio: la presenza del piombo verrà evidenziata dalla formazione di un precipitato giallo di ioduro di piombo



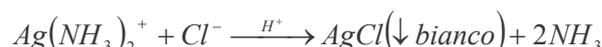
Se è presente il piombo occorre lavare ripetutamente il precipitato con acqua bollente fino alla eliminazione completa del piombo per evitare interferenze con la ricerca dei successivi cationi.

### ■ Ricerca di Ag<sup>+</sup> e Hg<sub>2</sub><sup>2+</sup>

Il precipitato dopo essere stato purificato dall'eventuale piombo viene trattato con una soluzione acquosa di NH<sub>4</sub>OH 6N. L'argento entra in soluzione come ione complesso Ag(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>+</sup> e il mercurio precipita parte sotto forma di mercurio metallico e parte sotto forma di un precipitato bianco di aminocloruro di mercurio secondo la reazione



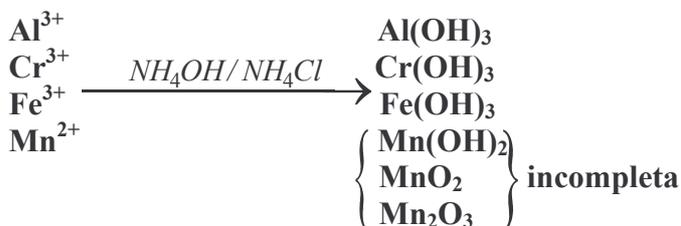
Separare il precipitato dalla soluzione (se necessario centrifugare) ed aggiungere alla soluzione HNO<sub>3</sub> diluito: in ambiente acido lo ione complesso dell'argento si rompe e il metallo precipita sotto forma di cloruro d'argento



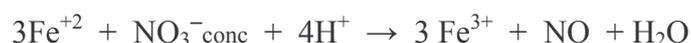
## 3° Gruppo Analitico

### ■ Precipitazione del terzo gruppo analitico

Il 3° gruppo analitico comprende i cationi che in soluzione tampone di ammoniaca e cloruro di ammonio, precipitano sotto forma di idrossidi. In queste condizioni infatti precipitano:



Prima della precipitazione si aggiungono alla soluzione che prima si era messa da parte per l'analisi dei gruppi successivi, alcune gocce di HNO<sub>3</sub> 65% per ossidare il catione ferroso a ferrico.



Si aggiungono quindi 10 gocce di soluzione di cloruro d'ammonio 5N (o una punta di spatola di NH<sub>4</sub>Cl) e idrossido di ammonio 6N fino a reazione basica (senza andare oltre pH 10

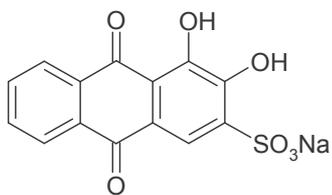
ISII Marconi	Classe 3 <sup>^</sup> chimici ITIS	Metodiche di chimica analitica: Analisi di cationi per gruppi	
			Pagina 3 di 12

altrimenti alcuni cationi ritornano in soluzione). Si riscalda il contenuto della provetta agitando per qualche minuto, si attende il raffreddamento quindi si centrifuga. Si separa la soluzione dal precipitato: la soluzione va al 4° gruppo, sul precipitato si esegue la ricerca dei cationi del 3° gruppo.

Al precipitato ottenuto si aggiungono alcune gocce di  $NaOH$  2N riscaldando e mescolando bene. In queste condizioni infatti ritorna in soluzione l'alluminio sotto forma di ione tetraidrossoalluminato  $Al(OH)_4^-$ . Si centrifuga e si separa la soluzione (su cui si ricercherà l'alluminio) dal precipitato (che contiene gli altri cationi).

### ■ Ricerca dell'alluminio dalla soluzione

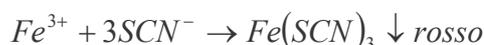
Una piccola porzione della soluzione prelevata al punto precedente viene aggiunta di alcune gocce di soluzione idroalcolica di alizarina: la presenza dell'alluminio verrà evidenziata da una colorazione viola della soluzione. Aggiungendo alcune gocce di  $CH_3COOH$  diluito si potrà notare la formazione di una lacca rossa caratteristica dell'alluminio.



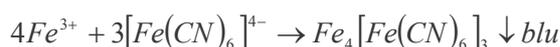
Alizarina S: 1,2-diidrossiantrachinon-3-solfonato sodico

### ■ Ricerca del catione ferrico

Per l'analisi del ferro si preleva una piccola porzione di precipitato, la si divide in due provette ed in entrambe si aggiungono alcune gocce di  $HCl$  diluito per portare in soluzione il catione ferrico: ad una si aggiunge quindi qualche goccia di solfocianuro alcalino, la presenza del ferro verrà evidenziata dalla formazione di un precipitato rosso (solfocianuro ferrico)



L'altra provetta viene trattata con qualche goccia di ferrocianuro di potassio che reagendo col ferro forma un precipitato blu noto come Blu di Prussia



### ■ Ricerca del cromo

Il cromo può essere evidenziato trasformandolo in ione cromato in ambiente basico. A tale scopo si pone in una provetta una piccola parte del precipitato (lo stesso utilizzato per la prova del ferro) si aggiunge con molta attenzione e sotto cappa aspirante, una punta di spatola di  $PbO_2$  e idrossido di sodio. Mettendo la provetta a scaldare a bagno maria dopo un po' di tempo (a volte è necessario parecchio tempo) si noterà che la soluzione tenderà a colorarsi di giallo per la presenza dello ione cromato



Per avere un'ulteriore conferma separare la soluzione dal precipitato. Aggiungendo alla soluzione qualche goccia di acido acetico, in ambiente acido precipita un sale giallo che non è altro che il cromato di piombo

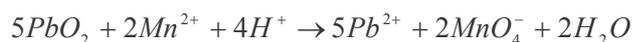


### ■ Ricerca del manganese

Il manganese può essere evidenziato in vari modi ma noi lo evidenzieremo trasformandolo in ione permanganato. Per questo si prende una piccola quantità del precipitato del terzo gruppo, si diluisce con un po' di acqua distillata e lo si pone in provetta con una punta di spatola di ossido di piombo (attenzione!) e 6-8 gocce di acido nitrico concentrato. Mettendo il tutto a

ISII Marconi	Classe 3 <sup>^</sup> chimici ITIS	Metodiche di chimica analitica: Analisi di cationi per gruppi	
			Pagina 4 di 12

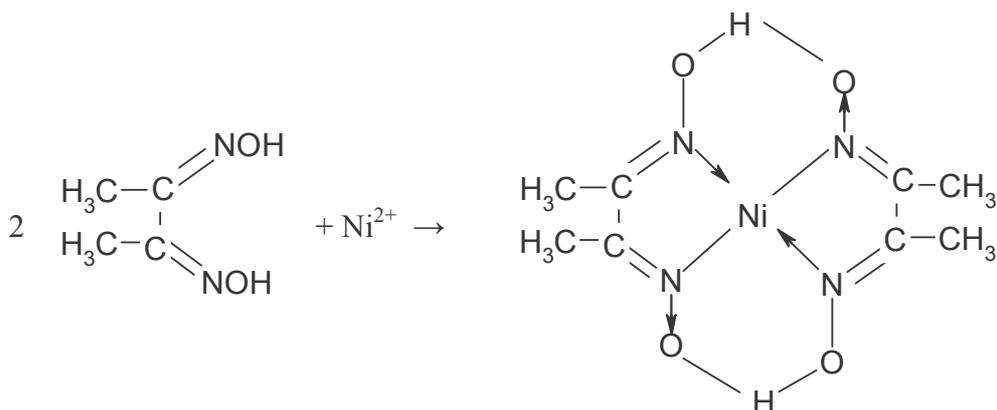
scaldare a bagnomaria dopo un certo tempo si potrà notare la caratteristica colorazione viola dello ione permanganato



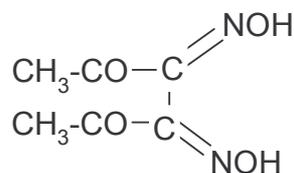
#### 4° Gruppo Analitico

##### **Ricerca del nichel**

La ricerca del nichel viene effettuata direttamente sulla soluzione separata dal terzo gruppo aggiungendo diacetildiossima o dimetilgliosima: in entrambi i casi la presenza del nichel verrà evidenziata dalla formazione di un precipitato rosso-fucsia di nicheldimetilgliosima.



Prodotto analogo si ottiene utilizzando diacetildiossima al posto della dimetilgliosima



# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Potassio ioduro soluzione 3~10%**

**Classificazione di pericolosità: Xn Nocivo**

**Valore di rischio = 21**

**Classificato come intervallo di incertezza del rischio moderato**

Frazi di rischio: 42/43

Indice di pericolosità intrinseca (P): 6.9

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica  
allo stato liquido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 21

Rischio cute = 21

Rischio cumulativo = 29

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Ammoniaca soluz. 20% (6N)**

**Classificazione di pericolosità: C Corrosivo N Pericoloso per l'ambiente**

**Valore di rischio = 15**

**Classificato come Rischio moderato**

Fra di rischio: 34 50

Indice di pericolosità (P): 4.85

Vie di assorbimento: Cutanea

Si tratta di una Sostanza inorganica  
allo stato Liquido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: Meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: Uso controllato

Livello di tipologia d'uso: Alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: Ventilazione generale

Livello di tipologia di controllo: Alto poiché C = 3

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

Intensità esposizione: Medio/alta poiché I = 7

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 7

Tipologia di contatto: Contatto accidentale

Esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio= 34

Rischio cute= 15

Rischio cumulativo = 37

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Consigliati guanti in gomma.

# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Acido nitrico 65% m/m**

**Classificazione di pericolosità: C Corrosivo**

**Valore di rischio = 18**

**Classificato come intervallo di incertezza del rischio moderato**

Frase di rischio: 35

Indice di pericolosità intrinseca (P): 5,85

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica  
allo stato liquido  
con T°ebollizione = 121 °C  
T°operativa = 20 °C  
presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg  
La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato  
Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata  
Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore  
L'intensità esposizione è medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro  
Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: contatto accidentale  
Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 18  
Rischio cute = 18  
Rischio cumulativo = 25

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Non inalare i gas/vapori/aerosol.

# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Ammonio cloruro**

**Classificazione di pericolosità: Xn Nocivo**

**Valore di rischio = 8**

**Classificato come rischio moderato**

Fraasi di rischio: 22 36

Indice di pericolosità intrinseca (P): 2,5

Vie di assorbimento:

Si tratta di una sostanza inorganica  
allo stato solido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è basso poiché C = 1

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è bassa poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 3

Rischio cute = 8

Rischio cumulativo = 8

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Consigliati occhiali protettivi.

# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Sodio idrossido 2N**

**Classificazione di pericolosità: C Corrosivo**

**Valore di rischio = 18**

**Classificato come intervallo di incertezza del rischio moderato**

Frazi di rischio: 35

Indice di pericolosità intrinseca (P): 5.85

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica  
allo stato liquido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: ventilazione generale

Il livello di tipologia di controllo è alto poiché C = 3

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/alta poiché I = 7

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 7

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 41

Rischio cute = 18

Rischio cumulativo = 45

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Acido acetico 12%**

**Classificazione di pericolosità: Xi Irritante**

**Valore di rischio = 8**

**Classificato come rischio moderato**

Fraasi di rischio: 36/38

Indice di pericolosità intrinseca (P): 2.75

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza organica  
allo stato liquido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è basso poiché C = 1

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è bassa poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 3

Rischio cute = 8

Rischio cumulativo = 9

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Non inalare gas/vapori/aerosol.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Consigliati guanti protettivi e occhiali a tenuta.

# Valutazione del rischio chimico

## Reattivo: Piombo ossido (IV)

**Classificazione di pericolosità: T Tossico**

**Valore di rischio = 42**

**Classificato come zona di rischio elevata**

Fra di rischio: 20/22 33 61 62

Indice di pericolosità intrinseca (P): 10

Vie di assorbimento:

Si tratta di una sostanza inorganica  
allo stato polvere fine  
con T°ebollizione = °C  
T°operativa = °C  
presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 30

Rischio cute = 30

Rischio cumulativo = 42

### **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Indossare guanti protettivi in PVC o PE, occhiali protettivi e maschera antipolvere.

# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Diacetildiossima soluz. 1% in Alcool etilico**

**Classificazione di pericolosità: F Infiammabile**

**Valore di rischio = 0**

**Classificato come rischio moderato**

Fraasi di rischio: 11

Indice di pericolosità intrinseca (P): 0

Vie di assorbimento:

Si tratta di una sostanza organica  
allo stato liquido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è basso poiché C = 1

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è bassa poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 0

Rischio cute = 0

Rischio cumulativo = 0

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Tenere lontano da fiamme libere, scintille e sorgenti di calore.

Consigliati occhiali di protezione e guanti in gomma.