

56. Francesco MUNTONI. — Le interferenze nella reazione fra alluminio e aurintricarbossilato di ammonio. - Nota III. La ricerca dell'alluminio in presenza degli anioni interferenti.

Riassunto. — Si descrivono i trattamenti da effettuare nel caso della presenza di anioni inibitori della reazione onde rendere possibile il riconoscimento dell'alluminio con l'aurintricarbossilato d'ammonio anche in presenza di tali anioni.

Résumé. — Dans le but d'étendre l'application de la réaction de l'aurintricarboxylate d'ammonium dans la recherche de l'aluminium, l'A. décrit les différents procédés auxquels il faut s'en tenir pour réussir à éliminer les anions qui interfèrent dans la réaction ou qui la gênent, de façon à permettre le reconnaissance de l'aluminium aussi en présence de ces anions.

Summary. — In order to enlarge the field of applicability of Hammett and Sottery's reaction for detecting aluminum by means of the ammonium salt of aurintricarboxylic acid, the A. describes the methods to be employed for the purpose of eliminating the anions which interfere with or disturb the reaction. In such a way it becomes possible to detect aluminum also when disturbing or interfering anions are present.

Zusammenfassung. — Um die Benuetzung der Hammett und Sottery'schen Reaktion zum Nachweis von Aluminium mit Aurintricarbonsaures Ammonium auszubreiten, entwickelt der V. die Methoden welche die Reaktion anwenden lassen auch wenn störende oder hemmende Anionen vorhanden sind. Der Zweck wird durch Entfernung der störenden Anionen erreicht.

In una Nota precedente ⁽¹⁾ ho riferito sull'azione inibitrice di parecchi anioni — alcuni dei quali non ancora investigati in tal senso — sulla reazione di riconoscimento dell'alluminio proposta da Hammett e Sottery ⁽²⁾.

Questi anioni, e precisamente: silicato, fluosilicato, fluoruro, tartrato, citrato, ossalato, malato e permanganato, in determinate proporzioni arrivano a inibire o a mascherare completamente la reazione suddetta, che non può quindi applicarsi in loro presenza.

Ho voluto pertanto cercare di ovviare a questi inconvenienti in modo da rendere la reazione utilizzabile in qualunque circostanza per mezzo di una eliminazione, il più possibile pratica e rapida, degli anioni in-

⁽¹⁾ Questi Annali, 37, 340 (1947).

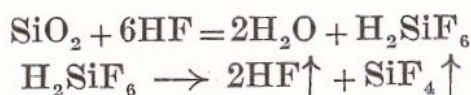
⁽²⁾ J. Am. Chem. Soc., 47, 142 (1925).

terferenti. Qui appresso descrivo partitamente il trattamento da effettuare nei singoli casi allo scopo di riuscire a ottenere la reazione fra alluminio e aurintricarbossilato di ammonio anche in presenza degli anioni interferenti.

Ho adoperato in ogni prova mg 1 di Al^{+++} e quantità di anioni interferenti fortemente maggiori (almeno il doppio) di quelle minime necessarie a inibire la reazione in maniera completa. Dopo il trattamento descritto nei singoli casi, si effettua la ricerca dell'alluminio secondo gli Autori proponenti ⁽²⁾ e come riportato da Mellan ⁽³⁾.

a) *Ione silicato*. — Necessari per l'inibizione totale della reazione mg 18 per ogni milligrammo di Al^{+++} . Usati mg 40 di ione sotto forma di silicato sodico.

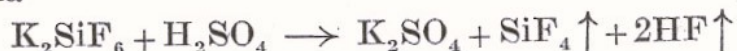
Si tratta la soluzione con cm^3 3 di acido fluoridrico e cm^3 2 di acido solforico conc. in capsula di platino. Si tiene per mezz'ora su b. m. bollente e si porta quindi quasi a secco su piccola fiamma, in modo da scacciare la totalità dell'acido fluoridrico che inibisce anch'esso la reazione. In tal modo, in base alle reazioni



lo ione silicato viene completamente eliminato. Il residuo si riprende con cm^3 5 di acqua distillata, si neutralizza con idrato sodico al 10% e sul liquido neutralizzato si effettua la reazione dell'aurintricarbossilato di ammonio.

b) *Ione fluosilicato*. — Necessari per l'inibizione totale della reazione mg 4 per ogni milligrammo di Al^{+++} . Usati mg 12 di ione sotto forma di fluosilicato di potassio.

Si tratta la soluzione in capsula di platino con cm^3 1 di acido solforico concentrato e si fa evaporare su b. m. bollente per 15 minuti. Il fluosilicato si trasforma in tetrafluoruro di silicio e acido fluoridrico secondo lo schema



Dopo 15 minuti di riscaldamento su b. m. si neutralizza il residuo con idrato sodico al 10% e si effettua la reazione sul liquido neutro.

c) *Ione fluoruro*. — Necessari per l'inibizione totale della reazione mg 2,5 per ogni milligrammo di Al^{+++} . Usati mg 10 di ione sotto forma di fluoruro sodico. Si applica lo stesso trattamento usato per i fluosilicati. L'acido solforico sposta l'acido fluoridrico che evapora. Sul residuo neutralizzato si effettua la reazione.

d) *Ione permanganato*. — Necessari per mascherare completa-

⁽³⁾ IBERT MELLAN, Organic Reagents in Inorganic Analysis, The Blakiston Company. Philadelphia, pag. 231 (1941).

mente la reazione mg 3 per ogni milligrammo di Al^{+++} . Usati mg 10 di ione sotto forma di permanganato di potassio.

1) Si aggiungono al liquido in tubo da saggio 2 gocce di acido solforico conc., si porta a incipiente ebollizione e si aggiunge a goccia a goccia acido ossalico N/20 sino a decolorazione. Sul liquido decolorato si effettua la reazione.

2) Si tratta il liquido in tubo da saggio con cm^3 1 di acido cloridrico conc. e si scalda. Il permanganato viene ridotto dall'acido cloridrico e precipita come ossido di manganese bruno. Si filtra e sul filtrato limpido e incolore si effettua la reazione.

e) *Ione ossalato*. — Necessari per l'inibizione totale della reazione mg 7,5 per ogni milligrammo di alluminio. Usati mg 20 di ione sotto forma di ossalato sodico.

Si aggiungono alla soluzione in tubo da saggio 2 gocce di acido solforico conc., si porta a incipiente ebollizione e si aggiunge quindi goccia a goccia permanganato di potassio N/20 sino a leggerissima colorazione rosa. Sul liquido così trattato si effettua la reazione.

Si può usare inoltre per lo ione ossalato lo stesso sistema di distruzione appresso descritto per gli altri ioni organici.

f) *Ione tartrato*. — Necessari per l'inibizione totale della reazione oltre mg 30 per ogni mg di Al^{+++} . Usati mg 100 di ione sotto forma di tartrato sodico potassico.

g) *Ione citrato*. — Necessari per l'inibizione totale della reazione mg 6 per ogni milligrammo di Al^{+++} . Usati mg 15 di ione sotto forma di citrato sodico.

h) *Ione malato*. — Necessari per l'inibizione totale della reazione mg 19 per ogni milligrammo di Al^{+++} . Usati mg 50 di ione sotto forma di acido malico.

In caso di presenza di uno o più degli anioni organici predetti, si porta a secco il liquido in capsula di platino. Si aggiungono cm^3 2 di acido solforico conc. in modo da umettare tutto il residuo e si scalda quindi su piccola fiamma sino a scacciare quasi completamente l'acido solforico. Si riprende con cm^3 5 di acido cloridrico N/1 e si filtra. Sul filtrato limpido si effettua la reazione.

Adoperando le tecniche descritte sono riuscito a ottenere in maniera nettissima la reazione dell'alluminio con l'aurintricarbossilato d'ammonio, rendendo così possibile l'impiego della reazione di Hammett e Sottery per la ricerca dell'alluminio anche in presenza di tutti quegli anioni che inibiscono o comunque disturbano la reazione stessa.

Roma. — Istituto Superiore di Sanità - Laboratorio di chimica. 14 luglio 1949.

