

Università degli Studi di Trieste

Corso di Studi in Chimica e Tecnologia
Farmaceutiche

**ANALISI
FARMACEUTICA 1
(FA133)**

Dispense
“Saggi di Laboratorio”

Prof. Daniele Zampieri

A.A. 2025/2026

ORGANIZZAZIONE E CALENDARIO

La parte pratica di laboratorio (48 ore per ciascuno studente) è così suddivisa:

4 ore di laboratorio “strumentale” (analisi spettroscopica quantitativa)

44 ore di laboratorio “saggi”, divisi in “prove in bianco” (20 ore), ed “incognite” (20 ore) comprendenti analisi qualitativa strumentale (IR e polarimetria).

Giorno	Orario	Attività
MER 08/4	14-19	Prove in bianco (saggi preliminari)
GIO 9/4	14-19	Prove in bianco (inorganica) + quantitativa (UV-Vis)
LUN 13/4	14-19	Prove in bianco (gruppi funzionali + sostanze) + quantitativa (UV-Vis)
MAR 14/4	14-19	Prove in bianco (gruppi funzionali + sostanze) + quantitativa (UV-Vis)
MER 15/4	14-18	Incognite + quantitativa (UV-Vis)
GIO 16/4	14-19	Incognite
LUN 20/4	14-19	Incognite
MAR 21/4	14-19	Incognite + strumentale qualitativa
MER 22/4	14-19	Incognite + strumentale qualitativa
GIO 23/4	14-18	Incognite + strumentale qualitativa

In caso di impossibilità a frequentare una lezione di laboratorio, contattare il docente.

NORME GENERALI DI SICUREZZA E DI BUON COMPORTAMENTO IN LABORATORIO

- ✚ Prendere visione dell'ubicazione dei dispositivi di protezione collettivi: estintori, docce, lavaocchi, coperte antifiama, cassetta pronto soccorso.
- ✚ Utilizzare i dispositivi di protezione individuali (DPI), quali:
 - Occhiali di protezione (sempre!!);
 - Guanti (nitrile, lattice o PVC al caso);
 - Mascherina FFP3 (al caso).
- ✚ Non usare lenti a contatto;
- ✚ Usare SEMPRE il camice;
- ✚ Raccogliere i capelli lunghi;
- ✚ Possibilmente non lavorare mai da soli;
- ✚ Eliminare i residui di lavorazione negli appositi contenitori:
 - Bidone PET cod. 15.01.10 per vetreria, cocci, imballaggi, ecc. contaminati;
 - Bidone PET cod. 15.02.02 per carta, filtri, guanti, cotone, ecc. contaminati;
 - Tanica PET cod. 07.07.04 per solventi organici/acquosi;
 - Bidone "classico" per i rifiuti ordinari (residui di alimenti, fazzoletti di carta, ecc..).
- ✚ Trattare tutte le sostanze (reattivi, solventi, sostanze incognite) come potenzialmente pericolose, quindi, controllare le schede di sicurezza, etichette e quant'altro necessario a verificare la pericolosità delle sostanze.
- ✚ Controllare e verificare tutti i protocolli delle operazioni da eseguire durante un'operazione in laboratorio.
- ✚ Utilizzare sempre le cappe aspiranti durante operazioni chimiche che prevedono sviluppo di fumi o di vapori, tossici o meno con vetro abbassato.
- ✚ Tutte le reazioni che prevedono l'uso di acidi e/o basi concentrate vanno eseguite sotto cappa!!
- ✚ Tenere pulita la propria postazione di lavoro e il proprio banchetto.
- ✚ Evitare schiamazzi, urla, movimenti bruschi o incontrollati e qualsiasi attività possa interferire con lo svolgimento della normale attività di laboratorio.
- ✚ Non assaggiare MAI la sostanza anche se considerata non dannosa!!
- ✚ Evitare di "annusare" sostanze, reattivi, solventi, acidi e basi.
- ✚ Usare l'H₂O distillata solo per i casi ove prevista (riempire la spruzzetta, solubilizzare le sostanze o preparare reattivi).
- ✚ Lavarsi sempre le mani dopo contatto con sostanze chimiche varie.
- ✚ Fare estrema attenzione alle fiamme libere durante le consuete operazioni di laboratorio evitando di stare a stretto contatto con i compagni.

- ✚ Rimettere allo stato iniziale i vari strumenti utilizzati assicurandosi di aver provveduto a lasciare la vetreria e gli accessori in ordine e ben puliti.
- ✚ Accertarsi di aver spento la piastra riscaldante a fine lavoro e di aver lavato la vetreria utilizzata, nonché di aver messo a posto il banchetto.
- ✚ È vietato fumare.
- ✚ È vietato mangiare e bere; se necessaria una pausa uscire dal laboratorio SENZA CAMICE.
- ✚ Per qualsiasi dubbio o chiarimento, contattare sempre il preposto del laboratorio (docente/i).

SIMBOLI CHIMICI DI PERICOLO VALIDI DEFINITIVI DAL 2015



ESPLOSIVO



INFIAMMABILE



COMBURENTE



GAS COMPRESSI



CORROSIVO



TOSSICO



TOSSICO A
LUNGO TERMINE



IRRITANTE



NOCIVO

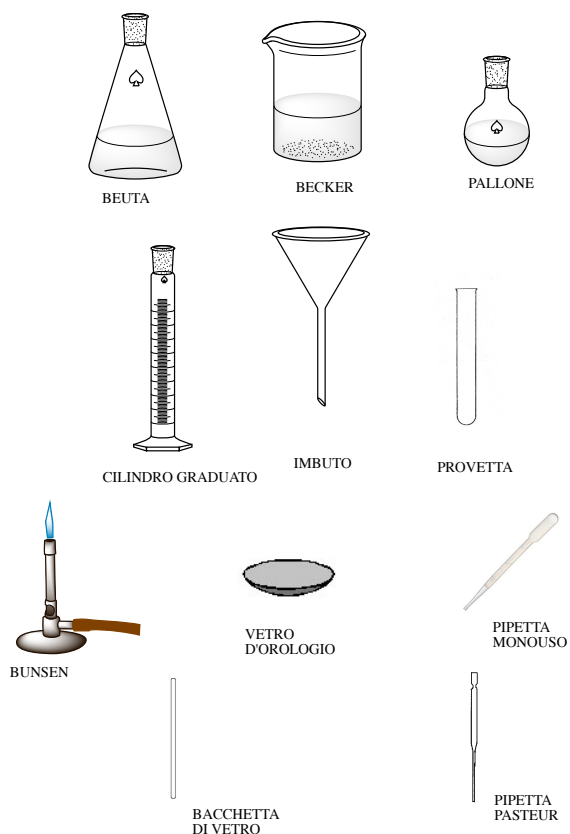


PERICOLOSO
PER L'AMBIENTE

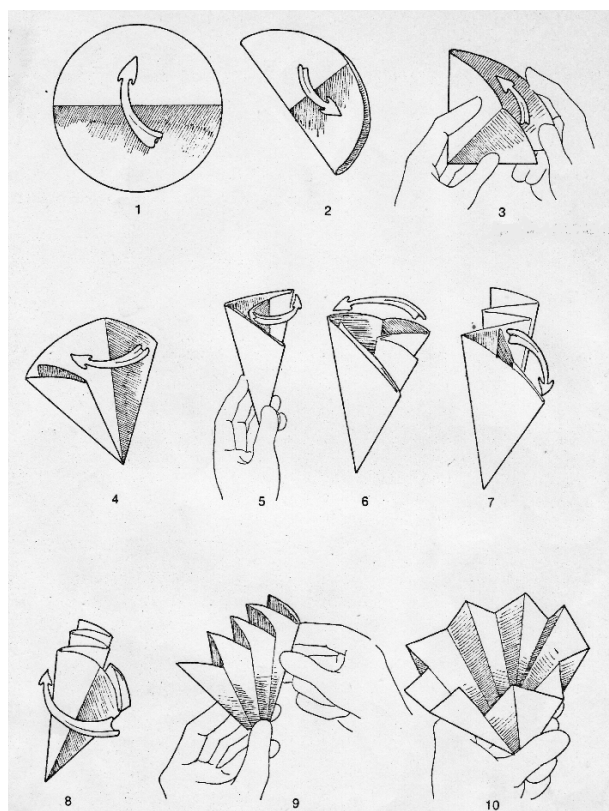
LEGENDA DEI SIMBOLI E ABBREVIAZIONI

- ❖ EU.PH.: European Pharmacopoeia
- ❖ F.U.: Farmacopea Ufficiale
- ❖ b.m.: bagno maria
- ❖ p.f.: punto di fusione
- ❖ T°C: temperatura in gradi Celsius
- ❖ Soluz. al 10% acq.: se non espressamente indicato s'intende % in p/v
- ❖ 1N o 1M: 1 "normale" o 1 "molare" (conoscere la differenza!)
- ❖ 2N, 2M: acidi e basi diluite; 6N o 6M: acidi e basi (moderatamente) concentrati
- ❖ ml, mg, g, gc.: millilitri, milligrammi, grammi, gocce
- ❖ ppt: precipitato
- ❖ 10-40 mg: il cucchiaino della spatola pieno; 100-200 mg: la porzione lunga della spatola piena.
- ❖ 1 ml $\approx$ 20 gc.
- ❖ UV, IR: ultravioletto, infrarosso
- ❖ λ , $\bar{\nu}$, A, T%, α_D^{20} , n_D^{20} : lunghezza d'onda (nm), numero d'onda (cm⁻¹), Assorbanza e Trasmittanza %, potere ottico rotatorio specifico e indice di rifrazione.

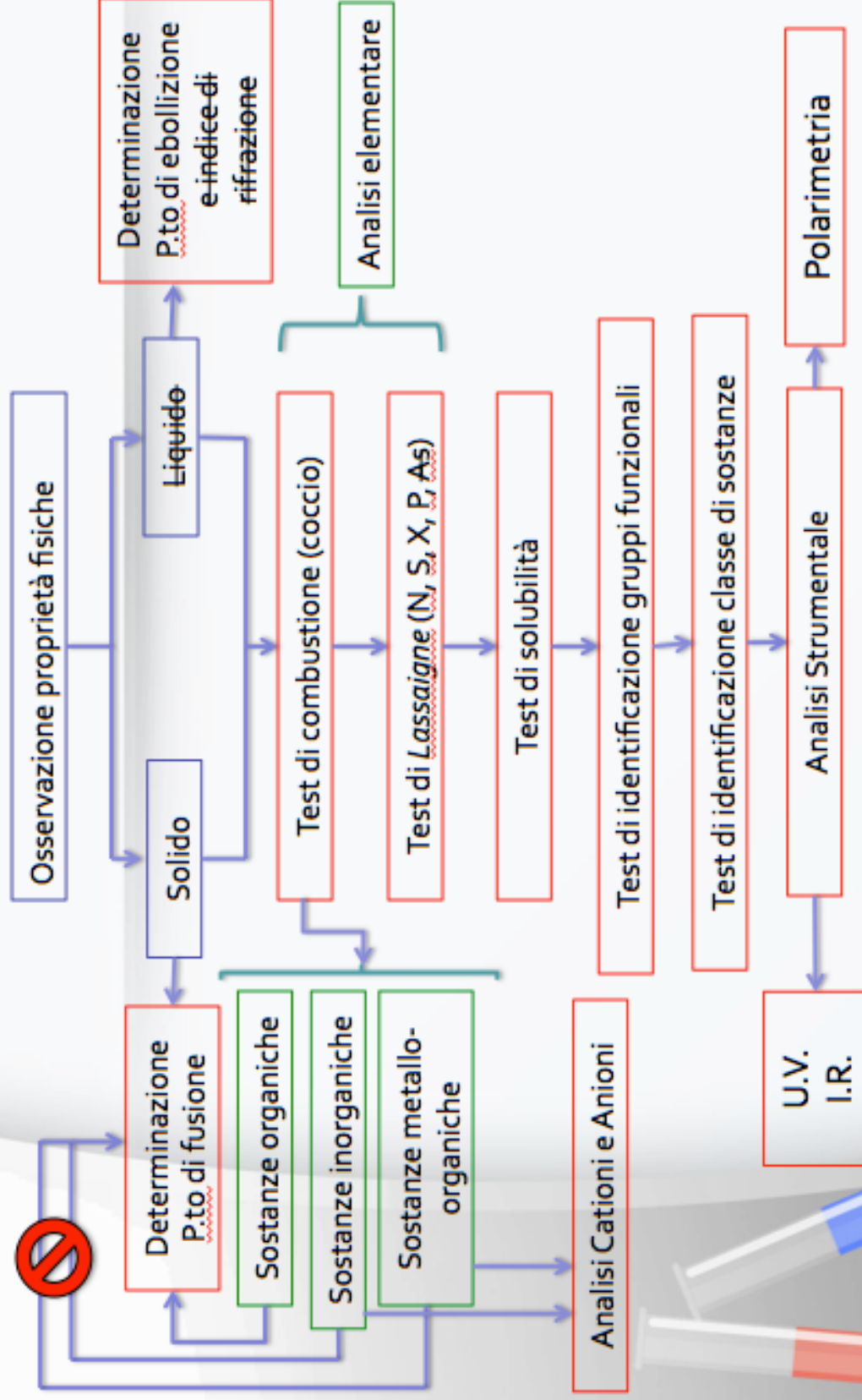
VETRERIA COMUNE DI LABORATORIO



PREPARAZIONE DI UN FILTRO A PIEGHE



SCHEMA PER L'IDENTIFICAZIONE DI SOSTANZE



SAGGI PRELIMARI

DETERMINAZIONE DEL PUNTO DI FUSIONE (P.f.): SOLO SOSTANZE ORGANICHE

Si preleva una piccolissima aliquota di sostanza (eventualmente tritata su piastrina di ceramica) tramite capillare a fondo chiuso facendo in modo di disporre la sostanza sul fondo. Il capillare viene inserito nello strumento appropriato e viene letta la $T^{\circ}\text{C}$ al p.to di fusione, corrispondente al passaggio di stato solido-liquido (range $2-4^{\circ}\text{C}$). Osservare eventuale decomposizione (lettera "d" dopo il valore di p.f.).

Saggio di combustione su coccio di porcellana.

Una piccola aliquota di sostanza (50 mg ca.) si pone su un coccio di porcellana e si scalda su fiamma diretta (sotto cappa) classificando come sostanza inorganica, organica o metallo-organica secondo il comportamento.

INORGANICI	ORGANICI	METALLO-ORGANICI
NON SUCCEDER NULLA	IN GENERE CARBONIZZANO lasciando residuo carbonioso	COMPORTAMENTO MISTO. rimane un residuo della parte metallica come ossido bianco o grigio-nero
Fusione apparente: Al_2KSO_4 e $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Xantine: sublimano	Ca e Fe gluconato: non lasciano residuo evidente.
Aspetto vetroso: $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$	Carboidrati: caramellizzano	Ca-lattato, Mg-lattato e Ca- pantotenato: rigonfiano lasciando residuo carbonioso
Sublimazione: NH_4Cl (e sali di Hg)	Sulfamidici e solfonammidi in generale: rigonfiano carbonizzando	$\text{Pb}(\text{COO})_2$ giallo+metallico grigio
Residui colorati: Bi_2CO_3 e Bi_2O_3	Ammine: odore di NH_3 o sgradevole	
Colorazione a caldo che scompare a freddo (giallo): Ti_2O , ZnO		

Saggio di Lassaigue (analisi elementare: N, S, Alogeni, P)

SOTTO CAPPETTA IN ASPIRAZIONE CON OCCHIALI DI PROTEZIONE, una aliquota di sostanza (50-100 mg) viene messa in provetta da saggio asciutta (vetro 16x10) e pulita introducendo un piccolo pezzettino di sodio metallico tenendo la provetta inclinata e scaldando il fondo su fiamma libera (occhiali di protezione!) fino a fusione completa; la provetta diventa rossa sul fondo con la sostanza completamente disgregata e carbonizzata. A questo punto s'immerge la provetta arroventata in un becher da 25 ml contenente 10-12 ml di H_2O in modo da causare la rottura della provetta e la liberazione in acqua del residuo (attenzione alla liberazione di H_2 !!!). Si filtra su filtro a pieghe di carta; la soluzione dev'essere limpida e incolore, altrimenti ripetere.

La soluzione acquosa di Lassaigne contiene: NaS, NaCN, NaX (X= Br, Cl, I), Na₃PO₄.

Si procede suddividendo la soluzione di L. in almeno tre porzioni uguali. Due provette per il riconoscimento di N e di S; una provetta per alogenuri (Cl⁻, Br⁻ e I⁻) solo se N e/o S sono assenti; il saggio per i Fosfati si esegue sulla sostanza come tale seguendo il saggio dei fosfati inorganici (vedi oltre).

✓ **Ricerca dell'azoto (ioni CN⁻):**

Pochi ml della soluzione alcalina di L. (1-2 ml) vengono addizionati di una piccola aliquota di FeSO₄ (punta di spatola) che generalmente dà luogo ad un ppt gelatinoso verde-azzurro di Fe(OH)₂ e, in presenza anche di zolfo, a un ppt nero di FeS. La soluzione viene portata a ebollizione (b.m.) per alcuni minuti in modo da ossidare i sali ferrosi a ferrici, ppt rosso-bruno di Fe(OH)₃, e dopo successivo raffreddamento si aggiunge qualche gc. di H₂SO₄ 2N. Si forma una colorazione o ppt blu per formazione di ferrocianuro ferrico (Fe₄[Fe(CN)₆]₃ o Blu di Prussia) come positività della presenza di azoto.

✓ **Ricerca dello zolfo (ioni S²⁻):**

Alcuni ml di soluzione di L. (1-2 ml) vengono trattati con un cristallino di Na-Nitroprussiato. Il saggio è positivo se si sviluppa un'intensa colorazione rosso-violetta (dopo un pò tende a scomparire).

✓ **Ricerca degli alogenuri: (Cl⁻, Br⁻, I⁻, no F⁻)**

-Da eseguire solo se N e S assenti: si aggiunge HNO₃ 2N fino a pH = 0 (cartina tornasole rossa) e successivamente AgNO₃ al 4%. Si osserva un ppt caseoso:

AgCl (cloruri): bianco solubile in NH₄OH 2N.

AgBr (bromuri): bianco-giallino solubile solo in NH₄OH conc.

AgI (ioduri): giallo insolubile sia in NH₄OH dil. che in NH₄OH conc.

AgF (fluoruri): NON dà ppt in quanto troppo solubile, si procede come descritto per gli anioni inorganici, vedi oltre!

N.B.: il test di solubilità con idrossido d'ammonio è meglio effettuarli dopo aver eliminato parte della soluzione soprastante il ppt.

-Se N e/o S presenti: siccome interferiscono i sali di AgCN (ppt bianco) e/o AgS (ppt marrone) che si formerebbero nel saggio di precipitazione, è meglio effettuare il saggio di riconoscimento con il filo di Beilstein (solo per Cl⁻ e Br⁻) e i saggi per gli alogenuri inorganici per via umida (vedi oltre).

✓ **Ricerca del fosforo (ioni PO₄³⁻):**

Trattandosi esclusivamente di fosforo inorganico è preferibile eseguire i saggi direttamente sulla sostanza in esame per i fosfati inorganici (vedi oltre).

PROVE DI SOLUBILITÀ DELLE SOSTANZE ISCRITTE NELLA PH.EU. XI ED.

Una piccola aliquota della sostanza in esame (10-50 mg) viene introdotta in una provetta da saggio e si valuta la sua solubilità in 2-4 ml di H₂O, HCl 2N, NaOH 2N, NaHCO₃ oppure in EtOH.

Se solubile in acqua neutra, si misura il *pH* con la cartina tornasole per determinare la natura della sostanza; in seguito si va in tabella per “inquadrare” la sostanza.

In generale:

ORGANICHE E METALLO ORGANICHE

SOLUBILI IN H ₂ O				SOLUBILI IN BASI	SOLUBILI IN ACIDI	ANFOTERE	INSOLUBILI
	pH acido	pH neutro	pH basico				
SOSTANZA	Acidi carbossilici vari (ac. citrico, tartarico, ascorbico, etc.)	Zuccheri, Mannitolo e Sorbitolo, Nicotinammide e Isoniazide	Basi organiche idrofile (Efedrina base, Fenilefrina base, etc.)	Propil-e metil-p-idrossibenzoato, Ac. acetilsalicilico e altri acidi aromatici, Saccarina, Indometacina	Ammine alifatiche e aromatiche varie	Sulfamidici Aminoacidi	Steroidi (tutti) Spironolattone Menadione, Niclosamide Nifedipina
	Sali di basi organiche azotate (cloridrati, solfati, etc.)	Sali metallici di acidi organici (Benzoato, citrato e salicilato di sodio)	Amminofillina				

RICERCA DEI PRINCIPALI CATIONI PRESENTI IN PH.EU. XI Ed.

Saggio alla fiamma con filo di Ni-Cr:

Una piccola aliquota di sostanza (qualche cristallo) viene prelevata con fili di Ni-Cr e si pone sulla fiamma del bunsen, prima alla base della fiamma e poi nella zona più alta di fusione. Il filo viene immerso in HCl 6N e si riesamina l'eventuale colorazione alla fiamma per evidenziare i cationi: Na^+ , K^+ , Li^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} .

- Na^+ : giallo-arancio intenso e persistente
- K^+ : violetto
- Li^+ : rosso vivo
- Ca^{2+} : rosso-mattone poco persistente a sprazzi
- Ba^{2+} : verde debole (il Solfato di Bario deve venir ridotto a Solfuro prima su fiamma riducente del cono centrale della fiamma)

Saggio per Al^{3+}

1) A ≈ 2 ml di soluzione acquosa della sostanza in esame (15 mg) si aggiunge un egual volume di NH_4Cl al 10% in NH_4OH 2N (preparata a parte extempore aggiustando il pH a 8-9).

Si osserva la formazione di un ppt gelatinoso bianco di $\text{Al}(\text{OH})_3$ (poco "consistente") che si ridiscioglie per aggiunta sia di acidi che di basi (comportamento anfotero)!

2) A 2 ml di soluzione acquosa della sostanza in esame (15 mg) si aggiungono ≈ 0.5 ml di HCl 2N e ≈ 0.5 ml di soluzione di solfuro di sodio (Na_2S). Si forma Al_2S_3 solubile che per aggiunta di una soluzione di NaOH 2N precipita sottoforma di $\text{Al}(\text{OH})_3$ bianco gelatinoso che si ridiscioglie per aggiunta sia di acidi sia di basi (comportamento anfotero)!

Saggio per Zn^{2+}

1) Si aggiunge, alla soluzione acquosa o acida della sostanza in esame, un egual volume di NH_4Cl al 10% in NH_4OH 2N fino a pH alcalino (tampone 8-9). Si tratta con una soluzione di sodio solfuro (come per Al^{3+} saggio

2) a b.m. per qualche minuto, osservando la formazione di un ppt bianco di ZnS .

2) Una aliquota della sostanza in esame (50 mg) vengono solubilizzati in H_2O (o HCl 2N e poi diluito con H_2O) e si aggiungono 0.2 ml (poche gc.) di NaOH 10N. Si forma un ppt bianco di $\text{Zn}(\text{OH})_2$ (a pH = 8.5) che si ridiscioglie per aggiunta di ulteriore sodio idrossido (comportamento anfotero!); tamponando nuovamente a pH 8.5 con NH_4Cl e aggiungendo Na_2S (poche gc.) precipita ZnS bianco fioccoso.

Saggio per Mg^{2+}

Si sciolgono 20 mg di sostanza in esame in 2 ml di H_2O (altrimenti HNO_3 2N e poi neutralizzato con NaOH 2N a pH= 7) si aggiungono 1-2 ml di NH_4OH 6N. Si forma un ppt bianco che si scioglie per aggiunta di NH_4Cl

10%; si aggiungono 1-2 ml di sodio fosfato acido (9% acq.) e si forma un ppt bianco cristallino di fosfato ammonico magnesiaco.

Saggio per Ca^{2+}

La sostanza in esame (20 mg) viene solubilizzata in 2 ml di acido acetico 2N aggiungendo poi una soluzione di ossalato di ammonio (4% acq.).

Precipita un solido bianco di $\text{Ca}(\text{COO})_2$.

N.B.: Il Ca-gluconato dà saggio negativo!

Saggio per Bi^{3+}

a) Un'aliquota di sostanza (50 mg) viene addizionata con 1-2 ml di HCl 2N in provetta da saggio e portata all'ebollizione a b.m. per $\approx$ 1 minuto. Se necessario, dopo raffreddamento, si filtra e il filtrato si diluisce con 2 ml di H_2O . Si addizionano 1-2 gc. di Na_2S e si forma un ppt marrone-nero per formazione di Bi_2S_3 (differenza dall' Al^{3+} nota 2).

b) 50 mg di sostanza vengono addizionati di 2-3 ml di HNO_3 dil. e portati all'ebollizione su b.m. fino a dissoluzione. Se necessario, dopo raffreddamento, si filtra e il filtrato si tratta con una soluzione acquosa (10% in H_2O), preparata al momento dell'uso, di tiourea. Si forma una colorazione (o ppt) giallo intenso.

Saggio per Ba^{2+}

a) La sostanza viene trattata con 5 ml di Na_2CO_3 al 50% (sol. satura) a b.m. per 5-10 minuti; si filtra e:

- La soluzione contiene Na_2SO_4 , per cui è positiva al saggio per i solfati (vedi oltre);
- Il ppt sul filtro, viene lavato con poca H_2O , portato in provetta e addizionato di 5 ml di HCl 2N; eventualmente si filtra nuovamente e sul filtrato si aggiungono 2-3 gc. di H_2SO_4 2N; si forma un ppt bianco di BaSO_4 insolubile in HCl conc.

b) I sali di Ba^{2+} colorano la fiamma al filo di Ni-cromo di verde.

Saggio per ione NH_4^+

Alcuni mg di sostanza si solubilizzano in 2 ml di H_2O e addizionati di 2 ml di NaOH 2N. Riscaldando a b.m. si sviluppano vapori dall'odore ammoniacale che colorano di blu la cartina tornasole posta all'imboccatura della provetta.

RICERCA DELLE PRINCIPALI SPECIE ANIONICHE PRESENTI IN E. P. VIII Ed.

Saggio di Beilstein con filo di rame (poco indicativo, no per sostanze inorganiche!)

Analogamente al filo di Ni-Cr si preleva una piccola aliquota di sostanza con filo di rame (dopo averlo pulito su fiamma da residui vari o con un pezzettino di carta vetrata) e si pone sulla fiamma diretta (**senza passarla in HCl !!!**) per evidenziare la presenza di alogeni per formazione dei derivati volatili (CuCl_2 , CuBr_2 , CuI_2 e CuF_2) reameici corrispondenti.

La fiamma assume un colore verde (bromo dà colorazione più azzurra!).

N.B.: F^- colorazione labile; inoltre alcuni composti danno falsi positivi per formazione di CuCN verde alla fiamma (**saccarina e sali di NH_4^+**) e falsi negativi (**tiamina cloridrato**); negativo per inorganici!

Confermare e discriminare con i saggi per via umida!!

Anioni inorganici: cloruri, bromuri, ioduri (Cl^- , Br^- , I^-) e fluoruri (F^-)

1) Cloruri, bromuri e ioduri: A 2 ml della soluzione acquosa della sostanza, si aggiunge qualche ml di HNO_3 2N (fino pH = 0) e qualche gc. di AgNO_3 al 4% acquosa;

- Cl^- : precipitato bianco di AgCl solubile in NH_4OH 2N;
- Br^- : precipitato giallino di AgBr che si scioglie solo in NH_4OH conc.
- I^- : precipitato giallo che non si scioglie neanche in NH_4OH conc.

2) Solo per bromuri e ioduri:

- La soluzione acq. della sostanza (1-2 ml) si acidifica con H_2SO_4 2N e si aggiungono 2 ml di Cloramina T (ossidante) e poi 1 ml di diclorometano (CH_2Cl_2). La fase organica sottostante si colora di arancio-bruno se presenza di Br^- o di viola se presenza di I^- .

3) Solo per Fluoruri:

- 1-2 ml di soluzione acq. della sostanza (o eventualmente la soluzione alcalina di Lassaigne) si tratta con qualche gc. di una soluzione acquosa di CaCl_2 . Si forma un ppt bianco gelatinoso di CaF_2 .
- (OPZIONALE) La soluzione acq. della sostanza (1-2 ml), acidificata con poche gc. di HNO_3 2N, si tratta con 2-3 gc. di una soluzione zirconio-alizarina (preparata extempore con 1 ml di ciascun reattivo); la reazione è positiva quando la soluzione passa dal rosso al giallo.

Saggio per carbonati e bicarbonati (CO_3^{2-} , HCO_3^-)

- Una porzione della sostanza (20 mg) viene solubilizzata con 1-2 mL di H_2O e addizionata di 1 mL di HCl 2N. Si nota effervescenza dovuta a liberazione di CO_2 .
- Distinzione CO_3^{2-} da HCO_3^- : La sostanza in esame (20 mg), **sciolta in H_2O** , viene trattata con qualche gc. di Fenoltaleina. Se carbonati si sviluppa colorazione rosso-porpora ($\text{pH} \approx 12$ della soluzione in esame); se bicarbonati la soluzione risulta incolore o debolmente colorata di rosa ($\text{pH} \approx 9$ della sol. in esame).

Saggio per nitrati (NO_3^-)

SOTTO CAPP, OCCHIALI+GUANTI. La soluzione acquosa della sostanza (20 mg/ml) viene addizionata di ≈ 1 mL di soluzione di FeSO_4 preparata al momento (1-2 mL di H_2O e una punta di spatola di FeSO_4). Si fanno percolare lentamente, lungo le pareti della provetta, 0.5-1 mL di H_2SO_4 conc. che stratifica sul fondo lasciando all'interfaccia la formazione di un anello bruno molto labile (complessi ferro-nitrosilici). **NON AGITARE LA PROVETTA!!**

N.B.: La EU.PH. riporta la procedura opposta (aggiunta iniziale di acido e poi di FeSO_4).

Saggio per fosfati (PO_4^{3-})

1) A 2 mL di una soluzione acquosa neutra (o comunque neutralizzata a $\text{pH} = 7$) della sostanza in esame, si aggiungono ≈ 2 mL di AgNO_3 4%. Si riscalda a b.m. e si forma un ppt giallo che si scioglie per riscaldamento in NH_4OH conc. (a differenza dell'AgI sempre giallo che però non si scioglie nemmeno in NH_4OH conc.).

2) Si mescolano ≈ 1 mL della soluzione in esame (acquosa neutra o acida) con ≈ 2 mL di reattivo molibdico e si riscalda a lungo a b.m. Si forma un ppt giallo che si scioglie in ambiente basico (NH_4OH 2N).

N.B.: per fosfati organici (es. Ca-glicerofosfato) è necessaria una breve idrolisi di sostanza in pochi mL di HNO_3 conc. a caldo (b.m. per 1 min) per poi eseguire il saggio sulla soluzione con il r. molibdico.

Saggio per solfati (SO_4^{2-})

A 20 mg della sostanza in esame sciolta in acqua (o la soluzione come prescritta da EU.PH.), si addizionano 1-2 mL di HCl 2N e 1 mL di BaCl_2 (6% acq.). Si forma un ppt bianco di BaSO_4 insolubile in HCl conc. anche a caldo.

Saggio per acetati

Si mette in capsula di porcellana 20-40 mg di sostanza in esame con altrettanto di acido ossalico. Triturando la miscela secca ed eventualmente scaldando brevemente la capsula (in particolare per acetati organici), si sviluppa odore caratteristico di aceto.

Saggio per borati (Ac. Borico e Borace)

SOTTO CAPPa, OCCHIALI: H_3BO_3 oppure $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 20 mg di sostanza vengono introdotti in capsula di porcellana e addizionati di ≈ 1 ml di metanolo e 5 gc. di H_2SO_4 conc. Si esegue il saggio sotto cappa, provvedendo ad incendiare la soluzione; si sviluppano fiamme colorate di verde per formazione di borato di metile.

N.B.: Solo per il borace: una soluzione acquosa della sostanza in esame viene addizionata di fenolftaleina. Si sviluppa colorazione rosso porpora che scompare per acidificazione con HCl dil. (ac. borico dà saggio negativo!)

N.B.: Il borace al saggio della fiamma, con filo di Ni-Cr, forma una “perla” vetrosa e sviluppa la colorazione gialla tipica del Na^+ .

SAGGI DEI GRUPPI FUNZIONALI

RICERCA DELLA INSATURAZIONE OLEFINICA (doppio legame)

-  1) La soluzione acquosa della sostanza in esame (10 mg in 5 ml di acqua) viene addizionata di qualche gc. di acqua di Br₂. Si osserva decolorazione della soluzione bruna addizionata!
-  Se trattasi di molecola aromatica, spesso si forma anche un ppt e il pH della soluzione risulta acido (per formazione di HBr)!

-  2) La soluzione acida della sostanza in esame (20 mg in 2 ml di H₂SO₄ 2N) viene addizionata di poche gc. di una soluzione di KMnO₄ 0.1 M. Si osserva decolorazione della soluzione viola aggiunta (o colorazione marrone-chiaro se si insiste con l'aggiunta)!

Saggio di riconoscimento dei polialcoli (Sorbitolo*, Mannitolo*, Acido tannico)

Una soluzione al 5% di borace ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) viene addizionata di qualche gc. di fenolftaleina soluzione e successivamente con 1-2 ml della soluzione acquosa in esame. Si noterà decolorazione della soluzione porpora di fenolftaleina.

* Vedi anche Saggio di Fehling.

Saggio generale di riconoscimento di alcoli aromatici (fenoli e derivati aromatici ossidrilati), acidi carbossilici aromatici e amminoacidi con FeCl_3

- a) Ad 1 ml di soluzione acquosa (o sospensione), della sostanza in esame, si aggiungono alcune gc. di soluzione di FeCl_3 al 8% acq. e si osservano le colorazioni che si sviluppano. Reagiscono anche l'Ac. benzoico e gli amminoacidi.

SOSTANZA	COLORAZIONE
AC. SALICILICO, SALICILATO di SODIO, AC. ACETILSALICILICO*	VIOLA INTENSO (*solo dopo riscaldamento a b.m. per idrolizzare l'acetile)
FENOLO, RESORCINA	VIOLA
Metil- <i>p</i> -OH BENZOATO e Propil- <i>p</i> -OH BENZOATO	ROSSO-BRUNA
<i>p</i> -AMMINOSALICILATO di SODIO	ROSSO SANGUE
Bi-SALICILATO	(ppt) VIOLA
PARACETAMOLO	AZZURRO-GRIGIO SCURO
AC. BENZOICO BENZOATO di SODIO	ppt ROSA CARNE
ACIDO TANNICO	AZZURRO-NERO
Amminoacidi	ROSSA che scompare per H^+
FENILEFRINA•HCl	BLU-VIOLA
PRIDOSSINA •HCl	ROSSO-sangue

 Saggio di Liebermann (indofenolo) per fenoli con posizione para-libera (fenolo, resorcina, timolo, ecc..)

SOTTO CAPPA OCCHIALI DI PROTEZIONE. 20 mg di sostanza si solubilizzano in 1 ml di H₂O e si aggiungono 2-3 gc. di reattivo di Liebermann preparato extempore (1 ml di H₂SO₄ 2N + 20 mg di NaNO₂). Si ottiene colorazione rosso-bruna.

 Saggio di Millon per fenoli con posizione para-occupata (Metil e Propil *p*-OH benzoato, Paracetamolo, Vanillina, Butilidrossi anisolo, Timolo)

A 2 ml di soluzione etanolica di sostanza in esame (50 mg) vengono aggiunti 2 ml di reattivo di Millon. Si forma istantaneamente un ppt giallo che, per riscaldamento a b.m. colorerà di rosso-viola la soluzione soprastante (si nota bene dopo raffreddamento).

N.B.: La vanillina dà reazione più lenta e può anche non formarsi la colorazione rossa!

 Reazione di riduzione gruppo NO₂ ad ammina (es. Metronidazolo, Niclosamide, Nifedipina, Nitrofurantoina)

A 50 mg di sostanza sciolta in 1 ml di H₂O o EtOH, si aggiungono 10 mg di Zn polvere (o limatura) e 1 ml di HCl 2N. Si scalda per qualche minuto a b.m. e, dopo raffreddamento e filtrazione, la soluzione darà positivo il saggio di diazocopulazione con sol. acquosa di NaNO₂ e β-Naftolo (vedi sotto).

 Reazione di diazocopulazione per ammine I^a aromatiche (Benzocaina, Procaina, procainammide, dapsone, *p*-aminosalicilato di sodio e sulfamidici) e nitrogruppi ridotti ad ammine I^a (vedi sopra).

10 mg di sostanza in esame vengono solubilizzati in ≈ 1 ml di HCl 2N. Si aggiungono poche gc. di NaNO₂ al 10% in acqua preparata al momento. Eventualmente si raffredda la provetta e si aggiunge 1 ml di β-Naftolo 5% (sol. in H₂O/NaOH 2N 6:4 già pronta). Si sviluppa una colorazione (o ppt) rosso-arancio.

N.B.: I sulfamidici con funzione amminica II°, devono essere prima idrolizzati con NaOH (vedi oltre).

 Reazione generale di riconoscimento per ammine III° aromatiche, eterocicliche e alifatiche (anche alcaloidi)

Alcuni mg di sostanza in esame vengono sciolta in 6 ml di H₂O (+ HCl se necessario) o EtOH. Dividere la soluzione in tre provette e in ciascuna aggiungere rispettivamente 1 mL di tre diversi reattivi: Bouchardat, Dragendorff, e Mayer. Si osservano le seguenti colorazioni.

Reattivo	Dettagli reattivo	Colorazione (con eventuale ppt)
Bouchardat	Soluzione di Lugol iodo-iodurata (KI ₃) ^{\$1} con formazione finale di iodati (IO ₃ ⁻)	Rosso-scuro (da rosso-arancio a marrone)

Dragendorff	Soluzione di tetraiodo-bismutato di potassio, K[Bi I ₄]	Giallo-arancio o rosso-arancio ^{\$2}
Mayer^{\$3}	Soluzione di tetraiodo-mercurato di potassio, K ₂ [Hg I ₄]	Bianco o crema

b) Sciogliere, a b.m., 100 mg di acido citrico in 5 ml di anidride acetica, quindi aggiungervi 20 mg di sostanza e continuare a riscaldare fino alla comparsa di una colorazione rosso-porpora intensa.

N.B.: Ammine I° e II° non reagiscono!

Reazione degli acidi idrossamici (per esteri e ammidi; es. Indometacina, Propil- e Metil-p-idrossibenzoato, procaina, penicilline, etc..)

30 mg di sostanza si solubilizzano nel minimo di H₂O o EtOH e si aggiungono 0.5 ml di idrossilammina cloridrato (sol. acq. 7%) e qualche ml di NaOH 2N, fino a viraggio alcalino (3 gc. in eccesso). Si scalda per 1-2 min. a b.m., si raffredda, quindi si aggiunge HCl 6N gc. a gc. fino a pH = 3. Si aggiungono 2-3 gc. di FeCl₃ 8 % acq. ottenendo una colorazione rosso-bruno oppure viola intensa (a seconda del composto in esame). Danno reazione positiva quasi tutti i derivati che reagiscono con FeCl₃. (fenoli, polialcoli, acidi aromatici, etc.). È un saggio molto sensibile al pH.

Saggio generale di riconoscimento degli amminoacidi

a) Saggio della ninidrina (solo per α-amminoacidi): 50 mg di sostanza in esame vengono addizionati di 1 ml di ninidrina (sol. etanolica) e si scalda su b.m. per qualche minuto (attenzione!!). Si sviluppa una colorazione intensa blu-viola, ma anche rosso-intenso (Cisteina cloridrato) o giallo (Prolina e Idrossiprolina).

Alcuni sali di ammonio possono dare reazione positiva e alcune ammine aromatiche possono dare colorazioni giallo-arancio.

b) Saggio del Biureto: ad una soluzione acquosa della sostanza in esame (20 mg in 1-2 ml), si aggiungono 1-2 gc. di soluzione di CuSO₄ (sol. acq. 12%). Si sviluppa colorazione blu intensa che vira si intensifica per alcalinizzazione con NaOH 2N (Calcio Pantotenato dà saggio positivo ma con colorazione meno intensa).

SAGGI SPECIFICI DI RICONOSCIMENTO DI COMPOSTI ISCRITTI IN PH.EU. XI Ed.

Reazione generale di riconoscimento dei carboidrati con reattivo di Molisch (Glucosio, Fruttosio, Lattosio, Saccarosio)

SOTTO CAPPAA, OCCHIALI DI PROTEZIONE e GUANTI. La soluzione acquosa della sostanza in esame (50 mg in 2 ml) viene trattata con 2 gc. di reattivo di Molisch (α -Naftolo) e poi con 2 ml di H_2SO_4 conc. facendolo percolare lentamente lungo le pareti della provetta in modo che si stratifichi sul fondo. All'interfaccia si forma un anello viola.

N.B.: Mannitolo e Sorbitolo danno un anello verde.

Reazione di Fehling per i carboidrati riducenti (Glucosio, Fruttosio, Lattosio, Saccarosio e Sucralosio)

Una soluzione acquosa della sostanza in esame (50 mg/ml) viene addizionata di parti uguali (1 ml + 1 ml) di reattivo di Fehling A (CuSO_4 acq.) e Fehling B (tartrato di Na/K acq.-NaOH). Per riscaldamento a b.m. si decolora la soluzione blu e precipita Cu_2O rosso-mattone.

N.B.: il Saccarosio e il Sucralosio danno reazione positiva solo dopo idrolisi trattando la soluzione acquosa della sostanza con 1 ml di HCl 2N a b.m. per qualche minuto e poi neutralizzata con NaOH; si procede con il reattivo di Fehling.

*N.B.: Il Mannitolo e il Sorbitolo danno saggio positivo solo dopo ossidazione della sol. acquosa con 1-2 ml di H_2O_2 al 3%.

Reazione di Seliwanoff per il riconoscimento dei chetoesosi (Fruttosio, Saccarosio)

Si sciogliono 0.5 g di sostanza in 1 ml di H_2O e si aggiungono 0.5 g di resorcina e 5 ml di HCl 2N scaldando a b.m. per 2 minuti. Si osserva colorazione rossa.

Reazione specifica di riconoscimento del Lattosio e Maltosio (Wöhlk)

Si sciolgono 50 mg di sostanza in 1 ml di H_2O e 1 ml di NH_4OH 6N. Si scalda a lungo a b.m. e si ottiene una colorazione rossa per la presenza di lattosio.

Reazione di riconoscimento dei citrati (Ac. citrico, Citrato di litio, Citrato di sodio e Citrato di potassio)

a) (no EU.PH.) La soluzione acquosa della sostanza in esame (50 mg in 1-2 ml) viene addizionata con 2 gc. di reattivo di Deniges. Si scalda a b.m. per qualche minuto, quindi si aggiungono alcune gc. di KMnO_4 (3% acq.) senza agitare. Si osserva decolorazione e formazione di un ppt bianco sulla (positivo per Clorbutanolo).

b) (no EU.PH.) Una quantità equimolare (1:1) di sostanza in esame e di urea vengono riscaldati in capsula sotto cappa a fusione (senza carbonizzare !!!); si riprende con qualche ml di H₂O e si versa in provetta. La soluzione dà una fluorescenza blu a $\lambda = 365$ nm.

Reazione di riconoscimento dei lattati (Calcio lattato e Magnesio lattato)

a) La soluzione acquosa della sostanza in esame (50 mg in 1-2 ml) viene trattata con 1-2 ml di soluzione iodo-iodurata (r. di Bouchardat) ed un leggero eccesso di NaOH 2N. Si ottiene un ppt giallo di iodoformio.

N.B.: Saggio per distinguere dal Ca-gluconato che non reagisce! Clorbutanolo dà saggio positivo!!

b) SOTTO CAPP, OCCHIALI DI PROTEZIONE. Reazione di Mohler: si mettono, in capsula di porcellana, 20 mg di sostanza in esame con 100 mg di resorcina (o guaiacolo); si aggiungono 1-2 ml di H₂SO₄ conc. e si scalda (sotto cappa) su fiamma diretta. Si ottiene un'intensa colorazione rossa.

N.B. Tartrati danno saggio positivo!!

Reazione di riconoscimento del Ca-pantotenato

a) Saggio del Biureto: 20 mg in $\approx$ 1 ml di H₂O e aggiungere 1 ml di NaOH 2N e 1-2 gc. di CuSO₄ (sol. acq. 12%). Si sviluppa debole colorazione blu che vira all'azzurro per acidificazione con HCl 2N.

b) Saggio degli acidi idrossammici (vedi prima) positivo con colore rosso.

c) Riconoscimento del Ca²⁺ alla fiamma (colorazione arancio-rossa)

Reazione di riconoscimento dei salicilati (Ac. salicilico e Acetilsalicilico*, Salicilato di sodio, *p*-Amminosalicilato di sodio) e benzoati (Ac. benzoico, Benzoato di sodio)

A 1 ml di soluzione della sostanza in esame (in acqua o EtOH) si aggiungono 0.5 ml di soluzione acquosa all'8% di FeCl₃. Si forma una colorazione violetta persistente (rosa-carne per l'acido benzoico e per il benzoato di sodio; rosso-sangue per il *p*-ammino salicilato di sodio). *L'acido acetilsalicilico dà colorazione viola dopo riscaldamento a b.m.

N.B.: Il *p*-amminosalicilato di sodio dà positiva anche la prova delle ammine I° (diazocopulazione).

Reazione di riconoscimento dell'Acido ascorbico (vitamina C)

a) Reazione EU.PH. di riconoscimento: 50 mg della sostanza in esame vengono solubilizzati in 1 ml di H₂O e addizionati di 3-4 gc. di HNO₃ 2M e altrettante di una soluzione di AgNO₃ al 4%. Si forma un ppt grigio di Ag°.

b) Saggio di Legal (no EU.PH.): 50 mg di sostanza si solubilizzano in 1 ml di H₂O e si aggiungono 2 ml di NaOH 2N e qualche cristallo di Sodio Nitroprussiato. Si forma una colorazione gialla che per acidificazione con HCl dil. vira al blu-viola.

Reazione di riconoscimento dei tartrati (Tartrato di potassio, Tartrato di sodio, Ac. tartarico)

- a) Reazione di Fenton: 25 mg della sostanza in esame si sciolgono in 2 ml di acqua; si aggiungono 1-2 gc. di soluzione acquosa di FeSO_4 (1%) preparata al momento e 1-2 gc. di H_2O_2 al 3%. Si ottiene una colorazione giallina (che tende a scomparire). Si aggiunge gc. a gc. NaOH 2N osservando la formazione graduale di una colorazione viola (per i sali può comparire anche senza l'aggiunta di NaOH).
- b) Danno saggio di Mohler positivo!

Reazione di riconoscimento dei sulfamidici (sulfanilamide, sulfatiazolo, sulfadiazina, sulfamerazina, Sulfaguanidina, Ftalilsulfatiazolo, ecc.)

Danno reazioni delle **ammine I° aromatiche**, in particolare:

- a) Diazo-copulazione (vedi prima).
- b) Formazione della base di Schiff: 50 mg della sostanza vengono solubilizzati con una soluzione acquosa acida per H_2SO_4 dil. Si aggiunge qualche gc. di una soluzione diluita (50 mg in 2 ml di H_2O) preparata al momento, di *p*-dimetilamminobenzaldeide. Si ottiene una colorazione arancione.
- N.B.: Il ftalilsulfatiazolo, per entrambi i saggi, deve essere prima idrolizzato (NON ammina I°, ma amide) in questo modo: 50 mg di sostanza si addizionano di 2 ml di NaOH 5N (1 ml NaOH 10N + 1 ml H_2O) e si mette a b.m. per 10 minuti. Dopo raffreddamento si aggiunge HCl 6N per portare a pH acido (≈ 3) prima di eseguire la reazione delle ammine I° di diazocopulazione, o H_2SO_4 dil. per il test della base di Schiff.
- N.B.: La sulfasalazina dà entrambe le reazioni negative!
- c) Solo per il **Sulfatiazolo**, e **Ftalilsulfatiazolo**: 20 mg di sostanza in esame vengono solubilizzati in 5 ml di H_2O e poche gc. di NaOH 2N. Si aggiungono poche gc. di CuSO_4 soluz. al 12% e si ottiene precipitato blu.
- d) I sulfamidici danno reazione positiva (di Rodillon) con acqua di Br_2 ; 10-20 mg di sostanza vengono solubilizzati in 1 ml di H_2O e addizionati di qualche gc. di acqua di Br_2 . Si decolora la soluzione di bromo e si forma un ppt bianco (in più la soluzione dà pH acido alla cartina tornasole (per formazione di HBr)).
- N.B.: Ftalilsulfatiazolo dà saggio negativo; Idroclorotiazide dà saggio positivo.

Saggio generale di riconoscimento degli alcaloidi

Danno i saggi generali delle ammine III° visti prima: formazioni di sali colorati con reattivi inorganici e reazione con anidride acetica/acido citrico.

Reazione di riconoscimento degli alcaloidi chinolinici (Chinina solfato e Chinidina solfato)

- a) A 5 ml di soluzione acquosa della sostanza in esame (5 mg) si aggiunge qualche gc. di acqua di Br_2 e 1 ml di NH_4OH 2N. Si sviluppa un'intensa colorazione verde smeraldo chiaro.
- b) 1-2- mg di sostanza vengono addizionati di 5 ml di H_2SO_4 2N. Si sviluppa fluorescenza blu che si osserva alla lampada UV a 365 nm con schermo di protezione. La fluorescenza scompare per aggiunta di 1 ml di HCl 2N.
- N.B.: La Cloroquina dà negativi entrambi i saggi.

- Positiva la reazione di riconoscimento dei solfati.

Reazione di riconoscimento degli alcaloidi isochinolinici (Papaverina cloridrato)

- a) Reazione della Coralina: SOTTO CAPP, OCCHIALI DI PROTEZIONE. 20 mg di sostanza si trattano con ≈ 1 ml di anidride acetica e, cautamente, con 2-3 gc. di H_2SO_4 conc. Si riscalda a b.m. e si ottiene una colorazione gialla con fluorescenza verde che si osserva alla lampada UV a $\lambda = 365$ nm con schermo di protezione.
- b) Reazione con Ferricianuro di Potassio: 20 mg di sostanza si disciolgono in 5 ml di H_2O e si aggiunge qualche goccia di HCl 2N e alcune gc. di una soluzione all'1% in acqua di $\text{K}_3[(\text{Fe}(\text{CN})_6)]$ (preparata al momento). Si forma immediatamente un ppt giallo limone.

Reazione di riconoscimento degli alcaloidi fenilalchilamminici (Efedrina cloridrato, Fenilefrina cloridrato)

- a) Reazione di Chen-Kao: 20 mg di sostanza si sciolgono in 1 ml di H_2O e si aggiunge qualche gc. di CuSO_4 (sol. acq. 12%) e 1 ml di NaOH 10N. Si ottiene una colorazione viola. Si aggiunge etere etilico (2 ml), dibattendo la provetta per favorire l'estrazione.
- Efedrina: La soluzione assumerà una colorazione viola, mentre la porzione acquosa sottostante si colorerà di blu.
- Fenilefrina: colorazione violetta non estratta dall'etere etilico che rimane incolore.
- b) Solo Fenilefrina: colore blu-viola al saggio con FeCl_3 .

Reazione di riconoscimento degli alcaloidi tropanici (Atropina, Metilatropina, Omatropina, Scopolamina, Iosciamina solfati/bromidati/bromuri) e degli anestetici locali (Procaina, Lidocaina, Tetracaina cloridrati)

SOTTO CAPP, OCCHIALI DI PROTEZIONE. Saggio di Vitali-Morin: 5-10 mg di sostanza in esame vengono trattati con 0.5 ml di HNO_3 conc. su capsula di porcellana ed evaporati su fiamma diretta senza carbonizzare. Il residuo giallastro, dopo raffreddamento, viene solubilizzato in 2 ml di acetone e addizionato di alcune gc. di una soluzione di KOH in EtOH al 3% fino ad ottenere una colorazione rosso-violetta (giallo-verde per Lidocaina). N.B.: danno saggio positivo anche le penicilline e procainammide.

Reazioni di riconoscimento per le xantine (Caffeina, Teofillina, Teobromina, Amminofillina)

- a) Reazione della muresside: SOTTO CAPP, OCCHIALI DI PROTEZIONE.
- In capsula di porcellana si mettono 2-5 mg di sostanza con 1-2 gc. di H_2O_2 al 30% e 2-3 gc. di HCl 2N. Si fa evaporare a secchezza su bunsen e si ottiene un residuo rosso-giallastro (che è già indice di positività); dopo raffreddamento, si riprende con qualche gc. di NH_4OH 2N ottenendo una colorazione intensa rosso-porpora.

b) Reazione di precipitazione (negativa per caffeina): 10 mg di sostanza si solubilizzano in 2 ml di H₂O a bagnomaria. Si aggiunge una soluzione di AgNO₃ al 4% fino a formazione di un ppt gelatinoso.

 Reazione di riconoscimento dei derivati della piridina (Nicotinammide, Ac. nicotinic, Isoniazide e Piridossina) di Zinke-König.

SOTTO CAPPA, OCCHIALI DI PROTEZIONE. In capsula di porcellana si mettono 10 mg della sostanza in esame e si aggiungono 10 mg di 2,4-dinitroclorobenzene. Si porta a fusione per pochissimi secondi su fiamma diretta e, dopo raffreddamento, si aggiungono 1-2 ml di KOH (sol. al 3% in EtOH). Si forma una colorazione rossa intensa.

N.B.: la Piridossina dà colorazione arancio in sospensione. L'acido Nalidixico dà colorazione verde-marrone.

 Reazione (di Gibbs) per il riconoscimento della Piridossina cloridrato

La sostanza in esame (50 mg) viene solubilizzata in 1 ml di CH₃COONa 5%. Viene aggiunto 1 ml di reattivo di Gibbs (2,6-diclorochinichlorimide sol. 1% EtOH). Si osserva un'intensa colorazione verde-blu.

 Reazione di riconoscimento specifica dell'Isoniazide

a) A 20 mg di sostanza sciolta in 1-2 ml di H₂O si aggiungono 2 ml di una soluzione di vanillina (preparata extempore: 1% in acqua calda); si lascia a b.m. qualche minuto. Si lascia a riposo, eventualmente fregando le pareti interne della provetta con una bacchetta di vetro, per indurre la cristallizzazione del derivato giallo cristallino. (Eventualmente filtrare e, dopo essiccazione del solido si può misurare il p.f. che deve corrispondere a: 227°C.)

b) Dà la reazione di ossidazione con reattivo di Fehling positiva (vedi carboidrati).

 Reazione di riconoscimento delle pirimidine (Tiamina cloridrato)

Reazione del Tiocromo: 10-20 mg di sostanza vengono sciolta in 2 ml di acqua e si aggiungono 0.5 ml di acido acetico 2N e ≈ 1 ml di NaOH 2N. Si lascia riscaldare a b.m. per 30 minuti, quindi si aggiungono 2 ml di NaOH 2N, 3 ml di K-ferricianuro al 5% in H₂O preparata al momento e 3 ml di alcool *n*-butilico. Si agita per 2 minuti e si osserva fluorescenza azzurra dello strato alcolico, con lampada UV a 365 nm e schermo di protezione.

 Reazione di riconoscimento degli steroidi (Prednisone, Prednisolone, Prednisolone acetato, Idrocortisone e Idrocortisone acetato, Cortisone acetato, Progesterone, Desametasone sodico, Desametasone acetato, Spironolattone)

a) Una piccola quantità di sostanza (10-20 mg) viene posta in provetta asciutta ed addizionata di 2 ml di H₂SO₄ conc. Si osserva la colorazione che si sviluppa; si addiziona, con molta cautela, 1 ml di H₂O e poi altri 4 ml, osservando le modificazioni della colorazione e l'eventuale fluorescenza alla lampada UV a 365 nm con schermo protettivo.

b) Solo per steroli con gruppo OH libero in posizione 17 (es. prednisone e molti altri). Si solubilizzano 50 mg di sostanza in 2 ml di EtOH, si aggiunge qualche gc. di soluzione di tetrametilammonio idrossido al 10% e 1 ml di trifeniltetrazolio cloruro (TTC) (sol. 5g/L in etanolo). Si sviluppa colorazione rossa.

N.B. Interferiscono zuccheri e ac. ascorbico.

Reazione di riconoscimento delle fenotiazine (Prometazina cloridrato, Clorpromazina cloridrato)

a) 20 mg della sostanza in esame vengono addizionati di 20 mg di clorammina T e ≈ 1 ml di H_2O . Si scalda brevemente e si acidifica con HCl 2N ottenendo una colorazione rossa.

b) 20 mg di sostanza vengono sciolti in ≈ 1 ml di H_2O e addizionati di poche gc. di acqua di Br_2 . Si ottiene una colorazione rossa.

c) 20 mg di sostanza vengono solubilizzati in ≈ 1 ml di H_2O , quindi si aggiungono, gc. a gc., ≈ 1 ml di HNO_3 conc. Si sviluppa un ppt che si scioglie dando luogo ad una colorazione rossa che vira all'arancio e poi al giallo con contemporanea formazione di un ppt rosso-arancio.

Reazione di riconoscimento delle dibenzoazepine (Imipramina cloridrato)

SOTTO CAPP, OCCHIALI DI PROTEZIONE. 50 mg della sostanza in esame sciolta in 1 ml di H_2O , vengono addizionati a 1 ml (gc. a gc.) di HNO_3 conc. Si sviluppa un'intensa colorazione blu (stessa reazione delle fenotiazine).

Reazione di riconoscimento di Saccarina (e suoi sali)

SOTTO CAPP, OCCHIALI DI PROTEZIONE. La sostanza in esame (10 mg) viene addizionata di un'eguale quantità di resorcina, in capsula. Si aggiungono ≈ 0.5 ml di H_2SO_4 conc. e si riscalda su fiamma diretta evitando la carbonizzazione. Si ottiene una colorazione verde-scuro. Dopo raffreddamento si trasferisce in provetta e, cautamente, si versa lungo le pareti della provetta, 10 ml di una soluzione 1:1 di H_2O e NaOH 2N fino a reazione alcalina. Si sviluppa una colorazione intensa verde che dà fluorescenza alla lampada UV a 365 nm con schermo protettivo.

Reazione con Acido cromotropico (Idroclorotiazide, Clorotiazide, Penicilline e Cefalosporine)

SOTTO CAPP, OCCHIALI DI PROTEZIONE. Una piccola aliquota della sostanza (1-5 mg) vengono addizionati ad altrettanto sale sodico dell'ac. cromotropico e, successivamente, di ≈ 2 ml di H_2SO_4 conc. Si scalda a b.m. e si osserva la comparsa di una colorazione che differisce a seconda della sostanza presente (marrone per Penicillina G, verde scuro per Ampicillina e viola per Idroclorotiazide e Clorotiazide). N.B.: positiva la reazione degli alcaloidi tropanici e degli acidi idrossammici.

Reazione di riconoscimento del Clorallio idrato

a) SOTTO CAPP, OCCHIALI DI PROTEZIONE. In capsula di porcellana, 20 mg di sostanza vengono addizionati a 20 mg di resorcina e si solubilizza il tutto in $\approx$ 1 ml di NaOH 2N. Per moderato riscaldamento su fiamma diretta si sviluppa una colorazione rossa.

b) Reazione di Ogston: $\approx$ 1 ml soluzione acquosa della sostanza vengono trattati con poche gc. di soluzione di Na_2S . Si sviluppa gradualmente una colorazione gialla che vira al rosso con formazione di un ppt rosso.

N.B.: dà positivo il saggio di Fehling.

Reazione di riconoscimento del Clorbutanolo

20 mg della sostanza in esame vengono trattati con 3 ml di NaOH 2N e 5 ml di H_2O . Si aggiungono, gc. a gc., 2 ml di reattivo di Bouchardat; si forma un ppt giallo chiaro di iodoformio (si dovrebbe sentire anche un odore caratteristico).

N.B.: dà positivo il saggio di Fehling.

Reazione di riconoscimento del Menadione (Vit. K)

20 mg di sostanza si solubilizzano in 1 ml di EtOH e si addizionano 1 ml di HCl conc. e si scalda a b.m. Si sviluppa intensa colorazione rossa

Reazione di riconoscimento del Fenazone e del Propifenazone

a) Ad 1 ml di soluzione acquosa della sostanza (o etanolica/acquosa 1:1) si addizionano qualche gc. di soluzione FeCl_3 . Si sviluppa una colorazione rosso-marrone che diventa gialla per aggiunta di HCl (Propifenazone) o svanisce per aggiunta di H_2SO_4 dil. (Fenazone).

b) Solo per il Fenazone: a 4 ml di soluzione acquosa, si aggiungono poche gc. di H_2SO_4 2N e 1 ml di soluzione acquosa al 10% di NaNO_2 preparata extempore. Si sviluppa un'intensa colorazione verde scuro.

REATTIVI e REAZIONI

ACIDO CROMOTROPICO (sale sodico): reazione di riconoscimento Penicilline e Cefalosporine anche Idroclorotiazide.

ACQUA DI BROMO: doppi legami in genere, in particolare come ossidante nelle reazioni di riconoscimento degli alcaloidi chinolinici (Chinidina e Chinina), dei sulfamidici (tranne Ftalilsulfatiazolo) e delle fenotiazine.

ACIDO OSSALICO: reazione di riconoscimento degli Acetati.

ACQUA OSSIGENATA 3%: reazione di Fenton (Tartrati); ossidante (polialcoli).

ACQUA OSSIGENATA 30%: Reazione della muresside per le xantixe.

AMMONIO OSSALATO: reazione di ppt del Calcio.

ANIDRIDE ACETICA: reaz. generale ammine 3° e reazione per Papaverina (con H₂SO₄).

ARGENTO NITRATO sol.: reazione di ppt alogenuri (Cl⁻, Br⁻, I⁻), reazione di formazione Sali xantine (no caffeina) e reazione di ox. per Ac. ascorbico.

BARIO CLORURO: reazione di riconoscimento Solfati e nella reazione di riconoscimento del Bario per via umida.

BORACE (sol. 5%): reazione di riconoscimento dei polialcoli (Mannitolo, Sorbitolo e acido tannico) con fenoltaleina.

CLORAMINA T: ossidante per riconoscimento Cloruri e bromuri e ossidante per fenotiazine.

BOUCHARDAT (soluzione iodo-iodutata): reazione iodoformica (Lattati, Clorbutanolo); reazione di ppt ammine 3°.

CALCIO CLORURO sol.: reazione Citrati e Fluoruri.

DENIGES (HgO in H₂SO₄ conc): reazione di riconoscimento dei Citrati.

2,6-DICLOROCHINONCLOROIMMIDE (reattivo di GIBBS): reazione riconoscimento Piridossina.

(p)-DIMETILAMMINOBENZALDEIDE: reazione di formazione delle basi di Schiff ammine 1°, in particolare sulfamidici.

2,4-DINITROCLOROBENZENE: reaz. di Zinke-König per i derivati piridinici.

DRAGENDORFF: reazione di ppt ammine 3°.

FENOLFTALEINA: reaz. riconoscimento Borace e polialcoli (Mannitolo, Sorbitolo); reazione per distinguere CO₃²⁻ da HCO₃⁻.

FEHLING A + FEHLING B: blando ossidante per gruppi riducenti (Carboidrati, Ac. ascorbico).

FERRO CLORURO (ICO) 8%: reazione di complessazione fenoli, ac. carbossilici aromatici, amminoacidi e fenilefrina; reazione degli acidi idrossammici; reazione Fenazone e Propifenazone.

FERRO SOLFATO (OSO): reazione di riconoscimento dell'azoto in Lassaigne; reazione di riconoscimento Nitrati con H₂SO₄ conc.; reazione di Fenton (Tartrati).

IDROSSILAMMINA HCl: reazione degli acidi idrossammici con FeCl₃.

MAYER: reazione di ppt ammine 3°.

MILLON (Hg° in HNO₃ conc): reaz. di riconoscimento fenoli con posizione *para* occupata e almeno una *orto* libera!

MOLIBDICO: reazione di riconoscimento dei Fosfati.

MOLISH (α-NAFTOLO sol. etanolica): reaz. di riconoscimento carboidrati (anello viola) e polialcoli (anello verde).

(β)-NAFTOLO: reazione di diazocopolazione ammine 1°.

NINIDRINA: reazione specifica α -amminoacidi.

POTASSIO FERRICIANURO: reazione di riconoscimento Tiamina (r. del tiocromo) e reazione riconoscimento Papaverina.

POTASSIO PERMANGANATO: ossidante, in particolare per doppi legami. Inoltre nella reazione di Deniges (Citrati).

RAME SOLFATO al 12%: reazione del Biureto per amminoacidi, Ca-pantotenato, alcaloidi fenilalchilamminici (Efedrina, Fenilefrina) e Sulfatiazolo e Ftalilsulfatiazolo.

RESORCINA: reazione di Mohler (Tartrati e Lattati); reazione di Seliwanoff (Carboidrati); reaz. della Saccarina e reazione del Cloralio idrato.

SODIO (metallico): saggio di Lassaigne per N, S, PO_4^{3-} e alogeni,

SODIO NITRITO: in soluzione acquosa preparata al momento per diazocopolazione ammine 1°; reazione di Liebermann (nitrosazione) per fenoli con posizione *para* libera; reazione nitrosazione per Fenazone.

SODIO NITROPRUSSATO (NPS): reazione di Legal (Ac. ascorbico); ricerca dello zolfo in Lassaigne.

SODIO SOLFURO: reazione di Ogston per Cloralio idrato; reazioni di riconoscimento Al^{3+} , Bi^{3+} e Zn^{2+} .

TETRAMETILAMMONIO idrato + TRIFENILTETRAZOLIO Cloruro: reazione riconoscimento steroidi OH libero in posizione 17.

TIOUREA: riconoscimento per complessazione del Bi^{3+} .

UREA: reazione di riconoscimento dei Citrati.

VANILLINA: reazione di riconoscimento Isoniazide.

ZINCO (limatura o in polvere): reazione di riduzione Nitro gruppo ad ammina 1°

INORGANICI

INORGANICI

COLORATI

Solubili in H₂O	Verde-bruno	FeSO ₄
	Azzurro	CuSO ₄
	Violetto	KMnO ₄
Insolubili in H₂O	Giallo-arancio	HgO
	Viola scuro lucente	Iodio
	Rosso	FeO rosso

INORGANICI

NON COLORATI

Saggio al filo di Ni-Cr (colorazioni caratteristiche) e/o per via umida dei corrispondenti cationi			Sostanza
Solubili in H₂O (*poco solubili, **molto poco solubili, ***insolubili)	Sol. iodo-iodurata (R.Bouchardat)	Decolorazione	Na ₂ S ₂ O ₃
	Aggiunta HCl conc	Effervescenza (CO ₂)	Na ₂ CO ₃ NaHCO ₃ Li ₂ CO ₃ BiO ₂ CO ₃
		Intorbidim. sol. (SO ₂)	Na ₂ S ₂ O ₃
	Aggiunta HCl dil + BaCl₂	Ppt bianco ins. H ₂ O e acidi	KAl(SO ₄) ₂ [£] CaSO ₄ * ZnSO ₄ Na ₂ SO ₄ Al ₂ (SO ₄) ₃ MgSO ₄
	Aggiunta HNO₃ (pH=0) + AgNO₃	Ppt bianco caseoso	NH ₄ Cl ^{\$} KCl NaCl MgCl ₂ CaCl ₂ ZnCl ₂
		Ppt giallo	KI NaI NaBr
	Aggiunta reattivo molibdico riscaldamento b.m. (Reaz. fosfati) +	Ppt giallo	Na ₂ HPO ₄ AlPO ₄ ** Ca ₃ (PO ₄) ₂ **
ALTRI	Riconoscimento EU.PH.	(vedi EU.PH.)	Na ₂ S ₂ O ₃ Na ₂ B ₄ O ₇ H ₃ BO ₃ NaF
Insolubili in H₂O	Solubili in HCl conc	Effervescenza (CO ₂)	Bi ₂ (CO ₃) ₃ CaCO ₃ MgCO ₃
		Senza effervescenza	Al ₂ O ₃ ZnO MgO
	Insolubili in HCl	-	BaSO ₄ TiO ₂ Mg ₃ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ [talco]

[£]Fusione "apparente" al coccio (p.f.= 92°C)

^{\$}Sublima al coccio

*poco solubile o **insolubile

METALLO-ORGANICI

METALLO-ORGANICI

COLORATI

Solubili in H ₂ O	Na ⁺	Giallo bruno	Na ascorbato	Colorazione fiamma Saggio acido ascorbico
		Rosso-bruno	Na nitroprussiato	Colorazione Fiamma
		Rosso-arancio	Na Fluoresceina	
		Rosso	Na Rifamicina	
	Na ⁺ + Hg ⁺⁺	Verdastro	Merbromina	
	Fe ⁺⁺	Grigio-verdastro	Fe Gluconato	

METALLO-ORGANICI

NON COLORATI

C,H,O

Insolubili in H ₂ O	Bi	Bi salicilato	Saggio Bi e salicilati
	Mg	Mg stearato	Saggio Mg e stearati

METALLO-ORGANICI

NON COLORATI

C,H,O

	Colorazioni tipiche al filo Ni-Cr per i metalli			P.F. °C Acido libero (ppt)	Sostanza		UV(H ₂ O)	[α] _D ^b
Solubili in H ₂ O	Na ⁺	Acidificare (HCl 2N)	No ppt	-	Na citrato	Reaz. citrati	-	
				-	Na acetato	Reaz. acetati	-	
				-	Na tartrato	Reaz. tartrati	-	
		Ppt bianco		121-4 158-61	Na benzoato Na salicilato Na desametasone fosfato		268 296 240	+80±3
		Strato ac.grassi		-	Na stearato		-	
		FeCl ₃	Ppt rosa carne		Na benzoato		268	
			viola		Na salicilato		296	
	K ⁺			-	K sorbato	Decolora acqua di Br e KMnO ₄	-	

				-	K citrato	Reaz. citrati	-
				-	K tartrato	Reaz. tartrati	-
	Ca⁺⁺		Rigonfia al cocchio		Ca gluconato Ca lattato Ca glicerofosfato		Saggi specifici
	Li⁺				Li citrato	Reaz. citrati	
	Mg⁺⁺				Mg lattato		Saggi lattati
					Mg acetato		Saggi acetati

METALLO-ORGANICI
NON COLORATI
C,H,(O),N

	Colorazioni tipiche al filo Ni-Cr per i metalli (Na ⁺ , K ⁺ , Ca ⁺⁺)				IR (cm ⁻¹)	[α] ^t _D	UV (nm)
Solubili in H₂O	Na⁺	FeCl ₃	Col.rosso-bruna	Na <i>p</i> -aminosalicilato	1637,1595,1302,1188		264-295 ^(§)
		Reaz. Zwikker*	Ppt rosa	Fenitoina sodica			235 [§]
	K⁺	Reaz. Biureto	Ninidrina e	K aspartato acido			
	Ca⁺⁺	Reaz. Ca + Biureto		Ca pantotenato		+ 26,5	
	Mg⁺⁺	Reaz. Mg + Ninidrina e Biureto		Mg aspartato			

*Reaz di Zwikker: Sciogliere la sostanza in NH₄OH. + sol.in NH₄OH di CuSO₄. Si forma ppt rosa.

&: in sol.acq.

§In sol.NaOH

METALLO-ORGANICI
NON COLORATI
C,H,(O),S

Solubili in H₂O	Na⁺	Fiamma reaz.solfati +	Na laurilsolfato			
-----------------------------------	-----------------------	--------------------------	------------------	--	--	--

METALLO-ORGANICI			NON COLORATI			C,H,(O),N,S		
Colorazioni tipiche al filo Ni-Cr per i metalli			UV (nm)	IR (cm ⁻¹)	[α] ^t _D			
Solubili in H ₂ O	Na+	Cloramina T	-	1304, 1158, 1096, 903,816 (n)	-			
		Ampicillina sodica	257,262,268 [§]	1775, 1693, 1600, 1505	+258+287***			
		Benzilpenicillina sodica	264,280,325 [§]	1620,1778,1500,1310,1700(n)	+285+310*			
		Saccarina sodica	268,235 [§]	1260, 1154, 1645, 750	-			
		Cefazolina sodica	270 [§]	1760, 1730, 1660, 1535	-15-24**			
	K+	Benzilpenicillina K		1772,1666,1486,1606	+270+300*			

[§] H₂SO₄

[§]: H₂O

*H₂O 1%

**H₂O 5%

***0.25% in Potassio ftalato 4g/l

n: nujol

REAZIONI GENERALI PER I COMPOSTI INORGANICI E METALLO-ORGANICI

Acetati (CH_3COO^-):

Riscaldamento con acido ossalico: si libera acido acetico (ODORE).

Riscaldamento con etanolo in presenza di H_2SO_4 : formazione di acetato di etile (ODORE).

Alluminio (Al^{3+}):

Trattamento della sol. acq. + sol. tampone ($\text{NH}_4\text{Cl}+\text{NH}_4\text{OH}$ pH 8.5-9), preparata a parte. Controllare il pH finale della sol. acq. (8-9): formazione di un ppt bianco gelatinoso solubile in NaOH.

Aminoacidi:

Trattamento della sol. acq. con ninidrina a caldo: colorazione viola scuro (tranne Prolina che dà giallo arancio).

Trattamento della sol. acq. con CuSO_4 12% (Biureto): colore blu intenso

Ammonio (NH_4^+):

Trattamento della sol. acq. con NaOH: si liberano vapori di NH_3 (ODORE E CARTINA TORNASOLE).

Argento (Ag^+):

Trattamento della sol. acq. con HCl: ppt bianco di AgCl, solubile in NH_3

Bario (Ba^{++}):

I sali di Ba^{++} umettati di HCl, colorano la fiamma ox in verde-giallastro (dopo riduzione su fiamma riducente per BaSO_4).

Il BaSO_4 va sciolto con Na_2CO_3 a caldo che fa precipitare BaCO_3 che va poi filtrato; il precipitato di BaCO_3 si scioglie in HCl 2N e il BaCl risultante si tratta con H_2SO_4 : ppt bianco di BaSO_4 insolubile in HCl conc.

Benzoati:

Trattamento della sol. acq. neutra con FeCl_3 : si forma un ppt rosa carne solubile in etere etilico.

Trattamento della sol. acq. acidificata con HCl: si forma un ppt bianco di acido benzoico (P.F. 124-5°C).

Bismuto (Bi_3^+):

Trattamento della sol. acq., acidificata con HNO_3 , con una sol. acq. di tiourea: si sviluppa una colorazione gialla.

Borati (BO_3^{3-}):

SOTTO CAPP. Trattamento in capsula con H_2SO_4 e riscaldamento su fiamma libera. Dopo raffreddamento aggiungere poche di gg di metanolo e riscaldare la capsula: i vapori incendiati sono colorati di verde.

Saggio con fenoltaleina positivo solo per borace.

Bromuri (Br^-):

Trattamento della sol. acq., acida per HNO_3 , con AgNO_3 : si forma un ppt bianco-giallino, fotosensibile, solubile in NH_4OH conc.

Trattamento della sol. acq. della sostanza con H_2SO_4 2N e si aggiungono 2 ml di Cloramina T (ossidante) e poi 1 ml di diclorometano (CH_2Cl_2). La fase organica sottostante si colora di arancio-bruno se presenza di Br^- (altrimenti di viola se presenza di I^-).

Calcio (Ca^{2+}):

I sali di Ca^{++} umettati di HCl, colorano la fiamma ox in rosso mattone a sprazzi.

Trattamento della sol. acq. con ammonio ossalato: si forma un ppt bianco insolubile in CH_3COOH e HCl.

Carbonati e bicarbonati (CO_3^{2-} , HCO_3^-):

Trattamento della sol. acq. con HCl 2N e si sviluppa effervescenza;

(CO_3^{2-}) Trattamento della sol. acq (dà pH=12) con fenoltaleina: PORPORA

(HCO_3^-) Trattamento della sol. acq (dà pH=9) con fenoltaleina: ROSA-CHIARO.

Cloruri (Cl^-):

Trattamento della sol. acq, acida per HNO_3 pH= 0, con AgNO_3 : si forma ppt bianco caseoso solubile in NH_4OH dil.

Citrati:

Trattamento della sostanza con H_2SO_4 . Aggiungere quindi il reattivo di Deniges (ossido mercurico + H_2SO_4 conc.), riscaldando fino ad ebollizione; aggiungere gc a gc KMnO_4 , senza agitare: si forma un ppt bianco sulla parte superiore della provetta.

Trattamento della sostanza con urea a fusione poi aggiungere acqua. Fluorescenza blu sotto lampada UV a 365 nm.

Trattamento della sol. acq. con CaCl_2 acq. ; ppt bianco di citrato di calcio.

Fe (Fe^{+3}):

Trattamento della sol. acq. con K ferrocianuro: si forma un ppt blu insolubile in HCl (Blù di Prussia).

Trattamento della sol. acq., acidificata con HCl, con NH_4SCN : si sviluppa una colorazione viscosa rosso sangue.

Fe (Fe^{2+}):

Trattamento della sol. acq. con K ferrocianuro: si forma un ppt azzurro insolubile in HCl (Blù di Turnbull).

Trattamento della sol. acq., alcalinizzata con NaOH: si forma un ppt verdognolo che vira rapidamente al bruno per agitazione

Fosfati (PO_4^{3-}):

Trattamento della sol. acq. con reattivo molibdico e riscaldare a lungo a b.m.: si sviluppa una colorazione e un ppt giallo.

Trattamento della sol. acq. con HNO_3 2N a pH= 0 poi AgNO_3 ; ppt giallo di $\text{Ag}_3(\text{PO})_4$ solubile in NH_4OH conc.

Ioduri (I^-):

Trattamento della sol. acq. acida per HNO_3 pH= 0, con AgNO_3 : si forma ppt giallo insolubile in NH_4OH conc.

Trattamento della sol. acq. della sostanza con H_2SO_4 2N e si aggiungono 2 ml di Cloramina T (ossidante) e poi 1 ml di diclorometano (CH_2Cl_2). La fase organica sottostante si colora di viola se presenza di I^- (di arancio-bruno se presenza di Br^-).

Lattati:

Trattamento della soluzione acquosa con r. di Bouchardat (Iodo-Iodurata) e NaOH dil; si forma un ppt giallo di iodoformio.

Trattamento della soluzione acquosa con resorcina e H_2SO_4 conc. a caldo. Colorazione rossa.

Litio (Li^+):

I sali di Li^+ , umettati di HCl, colorano la fiamma ox in rosso intenso.

Magnesio (Mg^{2+}):

La sol. acq., eventualmente acidificata con HNO_3 , viene addizionata di una sol. di NH_4Cl + NH_4OH in eccesso; la sol. rimane limpida. Aggiungendo una sol. di Na_2HPO_4 si forma un ppt bianco.

Nitrati (NO_3^-): SOTTO CAPPA.

Trattamento della sol. acq. con una sol. acq di FeSO_4 . Con la provetta inclinata e senza agitare far scorrere lungo le pareti gc. di H_2SO_4 conc: si forma un anello bruno.

Potassio (K^+):

I sali di K^+ , umettati di HCl, colorano la fiamma ossidante in violetto.

Salicilati:

Trattamento della sol. acq. con HCl: si forma un ppt bianco cristallino di acido salicilico (P.f. 156-61).

Trattamento della sol. acq. neutre con FeCl_3 : si sviluppa una colorazione violetta che persiste dopo aggiunta di gg di CH_3COOH . Altri composti fenolici non danno reazione positiva in CH_3COOH .

Silicati: ---

Sodio (Na^+):

I sali di Na^+ , umettati di HCl, colorano la fiamma ossidante in giallo persistente.

Solfati (SO_4^{2-}):

Trattamento della sol. acq. con BaCl_2 : si forma un ppt bianco insolubile in HCl conc.

Solfiti e Tiosolfati (SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$):

Trattamento della sol. acq. con gg di soluzione iodo-iodurata (r. di Bouchardat): si ottiene una decolorazione.

Tartrati:

Trattamento della sol. acq. con sol. di FeSO_4 e gg di H_2O_2 : si sviluppa una colorazione gialla che per aggiunta di gg di NaOH diventa una colorazione blù (Reazione di Fenton).

Trattamento della sostanza su capsula con resorcina e H_2SO_4 conc. per riscaldamento si ha colorazione rossa.

Xantine: No caffeina; trattamento della sol. acquosa (a caldo) con AgNO_3 ; ppt bianco gelatinoso.

Zinco (Zn^{2+}): Trattamento della sol. acq. con NaOH (pH= 9): si forma un ppt bianco che si scioglie in eccesso di reattivo.

ORGANICI**ORGANICI****SOLUBILI IN H₂O****C,H,(O)**

La sol. acq. viene addizionata di FeCl ₃ (sol. 8% acq.)			
	COLORE	P.f. °C	IR (cm ⁻¹)
Ac. Acetilsalicilico (a caldo)	Viola	136-40	1180,1685,1750,1300 (n)
Ac. benzoico	Ppt rosa carne	121	1320,1685,700,1285
Ac. salicilico	Viola	158-61	1655,1245,1290,760(n)
Ac. tannico	blu-nero	210	1195,1020,1700,1610 (n)
Fenolo	Viola	43	1600,1500,1225,750
Floroglucinolo	Viola	217	
Resorcina	Viola	109-11	1605,1250,1265,960(n)
Vanillina	Viola-bruno	82	
La sol. acq. viene addizionata di ugual volume di Fehling A e B: si forma un ppt rosso.			
	P.f. °C	[α] _D ²⁰	IR (cm ⁻¹)
Ac. ascorbico	190 d	+21 [£]	1670,1020,1135
Ac. tannico	210	-	1195,1020,1700,1610(n)
Fruttosio	≈130	-92 [£]	1050,975,1145,780(n)
Glucosio	≈120	+52 [£]	1020,1110,1150,840(n)
Lattosio	≈ 220	+54 [£]	1035,780,900,875
Resorcina	109-11	-	1605,1250,1265,960(n)
Saccarosio**	≈200	+66 ^{£*}	1060,990,910,865

[£]10% H₂O ^{£*}26% H₂O; Fehling positivo solo dopo idrolisi!

ORGANICI**SOLUBILI IN H₂O (ALTRI)****C,H,(O)**

ALTRI	P.f. °C	[α] _D ²⁰	IR (cm ⁻¹)
Ac. citrico	152-159		1700,1745,1160,1130
Ac.(L) Tartarico	170	+12 ^{£*}	1720,1125,1080,1250
Mannitolo (D)	165-167		1080,1020,1280,880(n)
Sorbitolo (D)	90-95	+14 [£]	1090,1045,1020,990(n)

[£]Sol. borato sodico al 15% in NaOH 1N ^{£*}20% H₂O

ORGANICI **INSOLUBILI IN H₂O** ma **SOLUBILI IN NaOH dil.** **C₆H₅(O)**

	P.f. °C	[α] _D ^t	UV(nm) [§]	IR (cm ⁻¹)
Ac. acetilsalicilico*	136-140		276	1685,1170,1750,1300
Ac. sorbico**	132-136			1692,1264,1153,998(n)
Butilidrossianisolo*	62-65		228, 292 [§]	1190,1030,855,810(n)
Metile- <i>p</i> -idrossibenzoato*	125		258	1680,1280,1315,1605(n)
Propil- <i>p</i> -idrossibenzoato*	95-98		258	1675,1280,1170,1605(n)

§ in EtOH (tutti)

*positivi al saggio con FeCl₃ (vedi schemi reazioni riconoscimento alcoli aromatici)

**decolora acqua di Br₂

ORGANICI **INSOLUBILI IN H₂O** e in **NaOH dil.** **C₆H₅(O)**

	P.f. °C	[α] _D ^t	UV(nm)*	IR (cm ⁻¹)
Amido				1304,1154,1080,1013
Cortisone acetato	240 d	+211-220 [£]	240(390)	1730,1700,1670,1270,1230
Desametasone acetato	247	+94-99 ^{&}		
Idrocortisone	214 d	+150-156 ^{££}	240(430)	1640,1700,1600
Idrocortisone acetato	220d	+158-167 [£]	240(320)	1740,1720,1625,1230(n)
Menadione	105-108	-	245,250,263,333	1660,1300,1590,1260
Metilprednisolone	243d	+97-103 ^{&}	243	1595,1650,1114
Prednisolone	235 d	+96-102 [£]	242	1650,1620,1705,875
Prednisolone acetato	230 d	+112-119 [§]	243(370)	1740,1710
Prednisone	233d	+167-175 [%]	238	1650,1620,1705,875
Progesterone	128-133	+186-194 ^{&}	241(535)	1662,1705,1620,875

£1% diossano

££0.8% metanolo

%0.5% diossano

§0.35% metanolo

*1% EtOH

*EtOH (tutti)

ORGANICI **SOLUBILI IN H₂O** **C₆H₅(O) + ALOGENI**

	P.f. °C	Alog.	[α] _D ^t	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)
Cloralio idrato	50-58	Cl			838,1078,1750
Clorbutanolo	79 e 96	Cl			802,845,1150
Sucralosio	130	Cl	+84 +87 [£]		

£1% H₂O

ORGANICI **(VARIAMENTE) SOLUBILI IN H₂O** **C₆H₅(O)N** **(Xantine)**

	P.f. °C	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)
Caffeina ¹	235	273*	1658,1695,745,1240
Teobromina ²	350	272*	1690.1665,1220,865
Teofillina ³	271-273	270*,275**	1613,1715, 1565,975,740
Teofillina etilendiamina (Aminofillina) ⁴	269-270	271*	1680,1640,1615,1530(n)

*H₂SO₄0.1N **NaOH 0.1N ¹moderat. sol. a caldo

^{2,3} molto poco sol.

⁴molto sol.

ORGANICI SOLUBILI IN H₂O C₂H₃(O)₂N e ALOGENURI (Cloruri, Bromuri e Cloridrati)

	P.f.°C	[α] _D ^t	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)	Rf
Amantadina	300			1505,1497,1605,1090	0.23
Ambroxolo	232 d		245, 310**		
Chinina	115 d	-240 ^{§§§} (2%)	250,316,346**	1240,1510,1620,1025	0.52
Difenildramina	168-172		252-257**	713,754,1103,1017	0.51
Efedrina	218	-34*** (5%)	251,256,262**	994,700,754,1050	0.28
Fenilefrina	141-145	-45 [§] (5%)	273(450)**	1594,1275,780,690	0.28
Imipramina	170-174		251, 270****		
Lidocaina	76-79		265*	1655,1540,780,1670(n)	0.71
Lisina (L) [£]	260-3 d	+21 ^{§§§§} (8%)			
Metformina	222-226		236* [§]	1625,1570,1065,935	0.01
Papaverina	215-220		250,285,310 ^{§§§}	1275,1020,1500,890	0.66
Pilocarpina	200-4	+91*** (2%)	215 ^{§§§}		0.60
Piridossina	206 d		254,324***	1536,1273,1207,1020	0.59
Procaina	155		290(680)***	1274,1690,1605,1175	0.61
Procainamide	165-169		275(600) ^{§§}	1600,1520,1640,1295	0.45
Tetracaina	134-147		225,310***		0.57
Tetraciclina	214 d		270, 356**	1612,1580,1666,860	0.05

*EtOH o *[§]MeOH **H₂SO₄ 0.1N. *** H₂O [§] H₂O+CH₃COOH 1:1 ****HCl 0.01N ^{§§} NaOH 0.1N ^{§§§}HCl

0.1N ^{§§§§} HCl 6N

[£]Positivo il saggio alla ninidrina

TLC: Campione sol. in 1% CH₃COOH 2N (o altro adatto solvente); F.M.: MeOH-NH₃ conc. (100:1.5)

ORGANICI SOLUBILI IN H₂O C₂H₃(O)₂N e Fosfati

	P.f.°C	UV(nm) HCl 0.1N	Rf
Clorochina	194-217	257,329,343	0.31

TLC: Campione sol. in 1% CH₃COOH 2N (o altro adatto solvente) F.M.: MeOH-NH₃ conc.(100:1.5)

ORGANICI SOLUBILI IN H₂O C₂H₃(O)₂N e Nitrati

	P.f.°C	[α] _D ^t	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)	Rf
Nafazolina	168-171		271,281,288,291*	1615,1380,1300,800	0.13
Pilocarpina	174	+81**			

*HCl 0.1N

TLC: Campione sol. in 1% CH₃COOH 2N (o altro adatto solvente) F.M.: MeOH-NH₃ conc.(100:1.5)

ORGANICI INSOLUBILI IN H₂O C₂H₃(O)₂N e Nitrati con Alogeni

	P.f.°C	UV(nm)*	IR (cm ⁻¹)	Rf
Econazolo	161-166	265,271,280	1090,1310,805,825	-

* MeOH

ORGANICI**SOLUBILI o POCO SOL. IN H₂O C,H,(O)N e Reazione positiva con ninidrina[&]**

	P.f. °C	[α] _D ^t	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)
Alanina (L)	289-96 d	+14 ^{***}		1620,1585,1305,1114,850(n)
Acido glutammico	224	+31 [*]		
Acido-(L)-Aspartico [§]	270-272	+35 ^{***}		
Aspartame [%]	248-250	+15 [§]	247,252,258,264	1660,1739,1220,3340,700
Fenilalanina (L)	283 d	-34 ^{**}		1560,700,1310,750
Glicina	232	-		1600,1495,1400,1330,930
Leucina (L)	286	+15		
Prolina ^{&}	220-222	-85 ^{***}		1611,1267,1162,835,882
Serina (L) [£]	215	+15		1598,1125,1012,918
Valina (L)	315	+28 ^{***}		

*10% HCl 2N **2% H₂O £4% HCl 6N ***8% HCl 6N §4% in Ac. Formico sol. 70%

&Colore violetto ad eccezione della Prolina (giallo-arancio)

§Poco solubile in H₂O, solubile in basi diluite; %Poco sol. in H₂O, solubile in acidi dil.

ORGANICI**SOLUBILI IN H₂O****C,H,(O),N ALTRI (Solubili in H₂O)**

	P.f. °C	[α] _D ^t	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)	Rf
Acido nicotinico	234-240		257,262 [*]	1710,1326,1300,748	0.58
Fenazone	109-113			1680,1620,1600(n)	
Isoniazide	175 d		266 [§]	1660,1550,1630,1335	0.51
Meprobamato	103-107			1688,1069,1400,1335	
Metronidazolo	159-163		277 ^{***}	1187,1535,1070,1265	
Nicotinamide	128-131		261 [*]	1670,1610,1030,700	0.54
Paracetamolo	168-172		248,288 [*]	1645,1560,1610,1500	
Piperazina idrata	43			850,1130,1320,1550	0.03
Piperazina adipato	250 d			1500,1325,101,760,720(n)	0.58
Propifenazone [%]	102-106		247-277 [*]	1650,1618,1130,1590	0.71

*EtOH. ***HCl (0.1M) §H₂O %sol. a caldo

TLC: Campione sol. in 1% CH₃COOH 2N F.M. MeOH-NH₃ conc. (100:1.5)

ORGANICI**Insolubili in H₂O****C,H,(O),N (*anche ALOGENI)**

	P.f. °C	[α] _D ^t	NaOH	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)
Benzocaina	89-92		Ins.	221,294 [*]	1280,1600,1680,1170
Acido Folico	Non fonde	+20 ^{***}	Sol.	256, 283, 356 ^{***}	1688, 1600, 1640, 1484
Indometacina [*]	158-162		Sol.	316 ^{**}	1685,1220,1230,1706(n)
Acido nalidissico	228-231		Sol.	259,338 ^{**}	1710,1613,805,970(n)
Niclosamide [*]	228-233		Ins.	333 ^{**}	1572,1515,1613,1650
Nifedipina	171-175		Ins.	238, 338 ^{****}	1690,1225,1530,1120

*EtOH **MeOH ***NaOH 0.1N ****H₂SO₄ 0.1 N

ORGANICI**Insolubili in H₂O****C,H,(O),N****Bromidati**

	P.f. °C	UV (nm)	[α] _D ^t	IR (cm ⁻¹)
Destrometorfano	126 d	278 [*]	+28-30 [£]	1495,1240,1300,1040 (base)

*H₂SO₄ 0.1 N £H₂O 2%

ORGANICI**Solubili in H₂O****C,H,(O),N****Bromidati**

	P.f. °C	UV (nm)	[α] _D ^t	IR (cm ⁻¹)
Omatropina	214-217	252,258,264,267*	-	1750,1162,1020,1275(n)
Scopolamina	195-199	252,258,265,272*	-25 [£]	1724,1163,850,735(n)

*H₂O 1% [£]H₂O 5%**ORGANICI****Solubili in H₂O****C,H,(O),N,S****Cloridrati**

	P.f. °C	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)	[α] _D ^t
Cisteina (L)*	128-130	-	1586,1425,347,1296(n)	-6 [£]
Clorpromazina	196	255,307**	745,1240,1561,785	
Prometazina	223 d	249***	757,1222,1330,1125(n)	
Tiamina	245 d	247,260**	1655,1610,1045,1230(n)	
Ticlopidina	190	268, 275****		

*Positivo al saggio della ninidrina (colore rossastro) **H₂SO₄ 0.1N ***HCl 0.1N ****H₂O[£]8% HCl 6N**ORGANICI****Solubili in H₂O****C,H,(O),N,S**

	P.f. °C	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)	[α] _D ^t
Acetilcisteina	104-110	-	-	+21 +27

ORGANICI**Solubili in H₂O****C,H,(O),N,S****Solfati**

	P.f. °C	UV(nm)	IR (cm ⁻¹)	[α] _D ^t
Atropina	190d	252,258,264*	1720,1020,1135(n)	
Chinidina	205-210 d	250,317,345*	1240,1225,1120,1100(n)	+280*** [£]
Chinina	219-223 d	250,316,346*	1025,1240,1080,855(n)	-241** [£]
Streptomina	-	280*	1660,1620,1080(n)	-84*** [£]

*H₂SO₄ 0.1N **HCl 0.1N ([£]2% e [£]3%)**ORGANICI****Insolubili o poco solubili in H₂O****C,H,(O),N,S**

	P.f. °C	UV(nm)	[α] _D ^t	IR (cm ⁻¹)	Rf
Acetazolamide	258 d	265 [£]			
Ampicillina	202 d	256,262,268*	+280-305 [£]	1770,1690,1305, 1260(n)	
Dapsone	175-180	260,295*		1590,1630,1280,1150(n)	0.76
Ftalilsulfatiazolo	272	260,290*		1720,1530,1150,1090(n)	
Metionina (DL) ^a	280 d	-	-	1580, 1315, 1265, 1090	-
Piroxicam	199	-	-	1635, 1525, 1355, 1155	
Probenecid	200	223, 248 [£]		1683, 1156, 1285, 1307	
Propiltiouracile	220	274**		1650,1550,1240,1190	
Saccarina	230	234,268**		1720,1334,1170,755(n)	
Sulfadiazina	252-256d	270*		1150,1577,1323,940	0.39
Sulfadimidina	198-200				
Sulfaguanidina	190-193	264*		1620,1125,1230,1537	0.23
Sulfamerazina	235 d	244, 257*		1150,1595,1560,1090	0.64
Sulfametossipiridazina	180-183d	267*		1152, 1595, 1125, 1084	

Sulfanilamide	164-166	261*			0.41
Sulfatiazolo	200-204	258,284 [§]		1530,1135,1280,925	0.41
Tolbutamide	126-130	258,263,275*		1658,1157,1336,1552	

^apositivo saggio con ninidrina *EtOH o MeOH **H₂SO₄ 0.1N [£]HCl 0.1N [§]H₂O

TLC: F.M.:CH₂Cl₂/*n*-butanolo/etere di pet.(60-80) 1:1:1

Sulfamidici tutti sol. in NaOH dil. (molti anche in HCl dil.) con l'eccezione di Dapsone e Sulfaguanidina che sono solubili solo in HCl dil.

ORGANICI Insolubili o poco solubili in H₂O C,H,(O), N, S e ALOGENI

	P.f. °C	UV(nm)	[α] _D ^t	IR (cm ⁻¹)
Furosemide	210 d	228,270, 333*	-	1143, 1668, 1565, 1240(n)
Idroclorotiazide	268 d	271,318*	-	1600,1318,1330,1145,1160

*NaOH 0.1N

ORGANICI Insolubili in H₂O C,H,(O), S

	P.f. °C	UV(nm)	[α] _D ^t	IR (cm ⁻¹)
Spironolattone	207-208	238*	-45 [£]	1770,1680

*MeOH [£]1% EtOH

Polarimetria

1. Eseguire lo “zero” dello strumento prima della misura senza la cella polarimetrica.
2. La sostanza in esame viene solubilizzata in 10 mL di solvente come da prescrizione della Eu.Ph. e posta in cella polarimetrica di 10 cm di cammino ottico (capacità 8 mL). Impostare la $[c]$ sullo strumento come $\text{g}/100\text{cm}^3$ ed eseguire l'analisi (start). Annotarsi il valore (in gradi) del $[\alpha]^{20}_{\lambda}$.
3. Pulire bene la cella e i matracci utilizzati.

Spettrofotometria IR (non spegnere MAI lo strumento)

1. Eseguire una registrazione del background in aria.
2. A) con **nujol**: pochi mg della sostanza vengono tritati in capsulina di agata con 1-2 gc. di paraffina liquida (nujol) e 1 gc. di questa dispersione viene interposta tra due pastiglie di NaCl a creare un film. Le pastiglie vengono quindi inserite nel portacella apposito. Registrare lo spettro.
3. B) con **ATR**: versare una piccolissima quantità di sostanza solida (preferibilmente tritata) sulla superficie dell'ATR stringendo il perno soprastante. Registrare lo spettro.
4. Identificare i picchi sullo spettro e poi salvare il file in .pdf. Ricordarsi la pulizia delle pastiglie (metodo A) o dell'ATR (B) con un pezzetto di cotone imbevuto di *etanolo* e poi *diclorometano* (eventualmente, se sostanza molto polare, anche con H_2O). Stampare lo spettro.

Spettrofotometria UV-Vis.

1. Selezionare la modalità di registrazione a scansione di λ . Se necessario selezionare modalità di analisi in derivata.
2. Porre il bianco (solvente prescritto da Eu.Ph.; acqua, ac. cloridrico, etanolo) in entrambe le celle dello spettrofotometro e registrare la linea di base (baseline).
3. Porre la soluzione dell'analita, preparata secondo le diluizioni nel solvente prescritto come da Eu.Ph., nella cella del campione e lasciare il bianco nella sua cella e registrare lo spettro.
4. Per analisi qualitativa: si annotano i massimi di assorbimento di assorbanza (A) che **devono** corrispondere a quelli in tabella (o in Eu. Ph.).
5. Per analisi quantitativa: vedere più avanti le singole esperienze.

Determinazione della caffeina nel caffè

REAGENTI		Q.tà	Indicazioni di pericolo
Analita	caffeina	0,1 g	H302
Altri reattivi			===
Solvente	H ₂ O		===

Identificazione dei pericoli

La caffeina è NOCIVA PER INGESTIONE (H302)

Prescrizioni e precauzioni

Non sono necessari DPI per la manipolazione di queste sostanze

Interventi di primo soccorso

In caso di ingestione, risciacquare subito la bocca e ricorrere immediatamente al soccorso medico.

In caso di contatto accidentale cutaneo/oculare lavare immediatamente con abbondante acqua

Smaltimento dei prodotti di lavorazione

Le soluzioni possono essere eliminate negli scarichi normali

Determinazione quantitativa della caffeina nel caffè espresso**A)** Verifica della legge di Lambert-Beer e costruzione della retta di taratura.

Preparare le soluzioni indicate nella seguente tabella (volume finale 50.0 ml) a partire da una soluzione madre di caffeina pura circa 5×10^{-4} M (P. M. della caffeina 194.19; 0.01 g circa in 100 ml).

Soluzione	ml della soluzione madre
1	9.0
2	8.0
3	7.0
4	6.0
5	5.0
6	4.0
7	3.0
8	2.0

Registrare gli spettri delle soluzioni sia in assorbanza sia in derivata seconda e costruire la retta di taratura.

B) Preparazione della soluzione incognita.

1. Trasferire quantitativamente un caffè espresso in un pallone tarato da 100 ml. Portare esattamente a volume con H₂O distillata e mescolare accuratamente.
2. Prelevare esattamente 0.80 ml di questa soluzione in un pallone tarato da 100 ml, portare a volume con H₂O distillata e mescolare accuratamente.
3. Ripetere il punto 2 altre due volte per avere tre repliche del campione.

Registrare gli spettri della soluzione in assorbanza e in derivata seconda e calcolare dalla retta di taratura la Molarità sperimentale della caffeina.

Esprimere il risultato in termini di **mg di caffeina** presenti nella tazzina di caffè (con sd).

Nome e Cognome: _____

Risultato finale dell'analisi: _____

Determinazione della caffeina

Aspetti teorici:

$$\text{Molarità (soluzione iniziale)} = \frac{\text{grammi pesati} \times 10}{\text{P.M.}}$$

$$\text{Molarità (soluzioni 1} \div 8) = \frac{\text{Molarità}_{\text{iniziale}} \times \text{Volume}_{\text{iniziale}}}{\text{Volume}_{\text{finale}} (= 50.0\text{ml})}$$

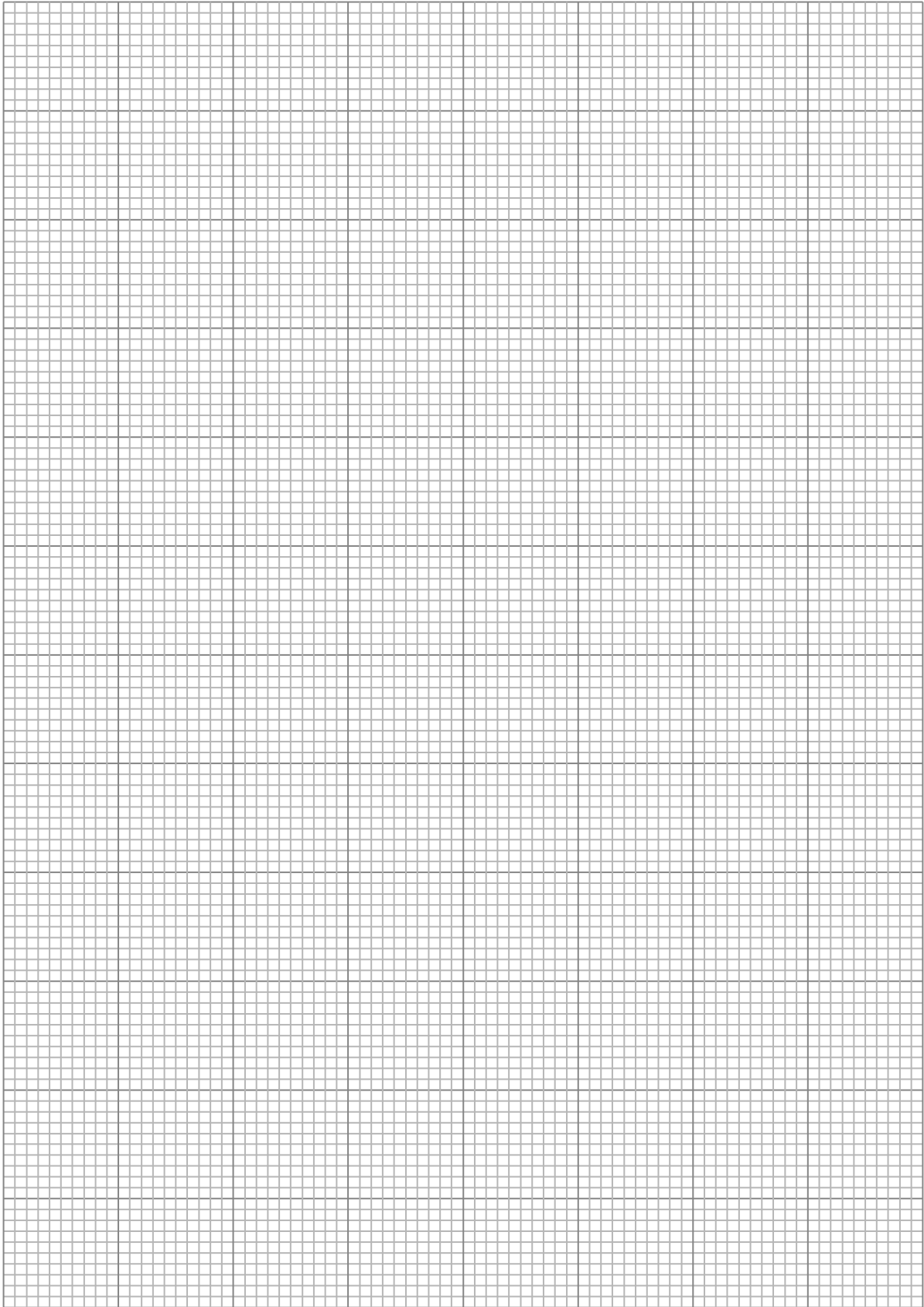
Elaborazione dati:

Soluz	ml sol madre	Molarità	Assorbanza	Derivata
1	9.0			
2	8.0			
3	7.0			
4	6.0			
5	5.0			
6	4.0			
7	3.0			
8	2.0			
caffè	====	???		

$$\text{Molarità}_{\text{caffè}} = \frac{\text{Molarità}_{\text{sperim}} \times V_{\text{finale}} (= 100.0\text{ml})}{V_{\text{iniziale}} (= 0.80\text{ml})}$$

$$\text{Molarità}_{\text{caffè}} \times \text{P.M.} = \text{grammi}_{\text{caffeina}} / \text{litro}$$

$$\text{grammi}_{\text{caffeina}} / \text{litro} \times 100 = \text{mg}_{\text{caffeina}} / \text{caffè}$$



Analisi di compresse di paracetamolo

REAGENTI		Q.tà	Indicazioni di pericolo
Analita	paracetamolo	0.19 g	H302, H412
Altri reattivi	NaOH 0,1 N	60 ml	===
Solvente	acqua		===

Identificazione dei pericoli

Il paracetamolo è nocivo se ingerito (H302) e per gli organismi acquatici con effetti di lunga durata (H412).

Prescrizioni e precauzioni

Indossare i guanti e gli occhiali per la manipolazione di queste sostanze

Interventi di primo soccorso

In caso di ingestione, risciacquare subito la bocca e ricorrere immediatamente al soccorso medico.

In caso di contatto accidentale cutaneo/oculare lavare immediatamente con abbondante acqua

Smaltimento dei prodotti di lavorazione

Le soluzioni vanno eliminate come C.E.R. 16 05 06

Analisi di compresse di paracetamolo

Pesare non meno di 20 compresse, determinare il peso medio della singola compressa, quindi polverizzare finemente con mortaio e pestello. Calcolare il contenuto di paracetamolo sapendo che a una compressa da 500 mg corrispondono circa 187,5 mg di paracetamolo, quindi pesare esattamente una quantità di polvere (annotare il peso esatto) alla quale si aggiungono 50 ml di sodio idrossido 0,1 N, si diluisce con 100 ml di acqua, si agita per 15 minuti e si porta al volume di 250,0 ml con acqua.

Si mescola, si filtra e 10,0 ml di filtrato si diluiscono a 100,0 ml con acqua.

A 10,0 ml della soluzione si aggiungono 10 ml di sodio idrossido 0,1 N e si diluisce a 100,0 ml con acqua.

Si misura l'assorbanza della soluzione ottenuta al massimo di assorbimento a 257 nm circa.

Il valore di ϵ è di 715 (1%, 1cm).

Calcolare il titolo di paracetamolo tenendo conto di tutte le diluizioni effettuate e del valore della [c] data dallo strumento (ovvero g/100 mL).

Ripetere l'esperienza almeno 3 volte ed esprimere il risultato in termini di **% di titolo** medio del campione di paracetamolo $\pm$ la deviazione standard.

PROVA 1 g(paracetamolo) = _____ % = _____

PROVA 2 g(paracetamolo) = _____ % = _____

PROVA 3 g(paracetamolo) = _____ % = _____

Titolo % = _____

Deve corrispondere a non meno del 95,0 % e a non più del 105,0% della quantità dichiarata di paracetamolo.

Nome e Cognome: _____

Titolo rispettato? SI NO

