

Una delle esercitazioni che effettueremo in laboratorio è la separazione di cationi metallici basata sulla loro **precipitazione selettiva**. In particolare, seguiremo una metodica che ci consentirà di **separare quantitativamente i cationi Ba^{2+} , Fe^{3+} e Cu^{2+}** .

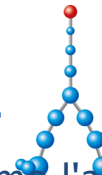
Iniziate con il pesare alla bilancia tecnica tre sali contenenti i tre cationi metallici sopracitati; effettuerete la pesata mettendo un foglietto di carta sul piattello della bilancia, avendo cura che il foglietto sia di dimensioni inferiori al piattello stesso, per evitare che le correnti d'aria presenti in laboratorio facciano oscillare eccessivamente il valore visualizzato sul display della bilancia.

- bario cloruro biidrato (200 mg; PM 244.26)
- ferro(III) cloruro esaidrato (200 mg; PM 270.30)
- rame(II) acetato monoidrato (200 mg; PM 181.65)

Una volta effettuate le pesate, trasferite quantitativamente i tre sali in un mortaio, pestate i sali e trasferiteli in una beuta da 50 mL. Sciogliete i sali in 5 mL di acqua deionizzata.

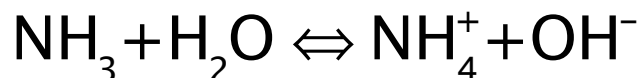
A dissoluzione completa, trasferite la soluzione in due tubi da centrifuga utilizzando una pipetta; fate attenzione che il volume sia lo stesso nelle due provette (è importante che il peso dei due tubi sia bilanciato in modo da non rischiare di danneggiare la centrifuga).



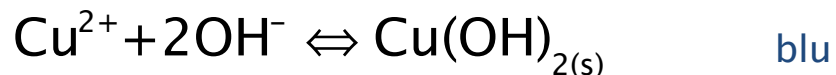
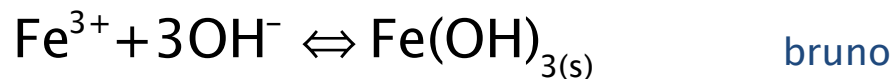


1

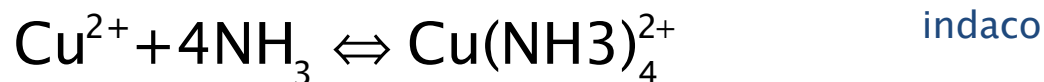
Inizialmente precipiterete Fe^{3+} come idrossido. Come reattivo precipitante utilizzeremo l'ammoniaca diluita (NH_3 2 N, si trova vicino alla bilancia con i sali; 2.5 mL per ciascun tubo da centrifuga), che ha un'idrolisi basica:

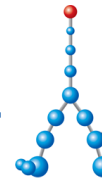


Aggiungete l'ammoniaca in ciascun tubo da saggio goccia a goccia: inizialmente osserverete la precipitazione simultanea di $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (bruno) e $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (blu), entrambi idrossidi poco solubili in acqua:



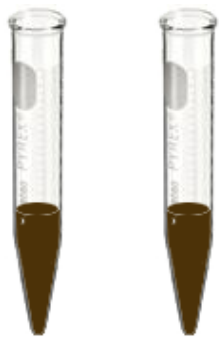
Proseguendo nell'aggiunta, a mano a mano che la concentrazione di NH_3 in soluzione aumenta osserverete la ridissoluzione del rame sotto forma di un **complesso** color indaco, mentre sul fondo del tubo da centrifuga rimane un residuo insolubile bruno di $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Terminata l'aggiunta, **agitate delicatamente con una bacchetta di vetro**.





Centrifugate i due tubi da saggio per 7 minuti a una velocità 6–7. Al termine della centrifugazione, decantate il surnatante in altri due tubi da centrifuga, aiutandovi con una pipetta per aspirare l'ultima goccia. Lavate quindi il precipitato di ciascun tubo con 1 mL di NH_3 2N, risospendendo con una bacchetta di vetro e poi centrifugando nuovamente per 5 minuti. Unite il surnatante a quello raccolto in precedenza, badando a mantenere volumi identici nei due tubi. Lavate una seconda volta utilizzando 1 mL di H_2O deionizzata ed eliminate il surnatante.

Al termine dell'operazione i vostri 4 tubi da centrifuga dovrebbero presentarsi così:

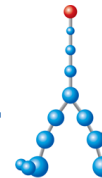


tubi da centrifuga
con ppt di $\text{Fe}(\text{OH})_3$



tubi da centrifuga
con soluzione di
 Ba^{2+} e $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$

Mentre aspettate che la centrifuga abbia fatto il suo dovere, calcolate la quantità minima necessaria di NH_3 (in moli) per precipitare completamente lo ione ferro(III) e complessare quantitativamente lo ione rame(II). Alla luce di questo calcolo, siete in grado di verificare se l'aggiunta di NH_3 2 N che avete effettuato sia sufficiente ad assolvere entrambi i compiti?



Ora pesate 300 mg di sodio solfato (PM 142.04) e scioglieteli in 3 mL di acqua; quindi aggiungete 1.5 mL di questa soluzione a ciascuno dei due tubi da centrifuga contenenti la soluzione di color indaco; dovrete osservare la precipitazione di un solido bianco:



Ora centrifugate per 5 minuti, decantate il surnatante dei due tubi da centrifuga in un unico beaker da 100 mL. Lavate quindi per due volte il precipitato di ciascun tubo con 1 mL di acqua deionizzata per volta, risospendendo con una bacchetta di vetro e poi centrifugando nuovamente per 5 minuti. Unite il surnatante a quello raccolto in precedenza nel beaker. Ora la situazione dovrebbe essere questa:



tubi da centrifuga
con ppt di $\text{Fe}(\text{OH})_3$



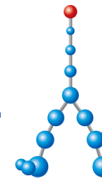
tubi da centrifuga
con ppt di BaSO_4



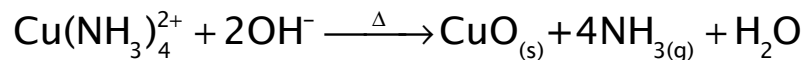
beaker con soluzione
di $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$

Mentre aspettate che la centrifuga abbia finito, calcolate la quantità minima di Na_2SO_4 (in moli) necessaria per precipitare lo ione bario.

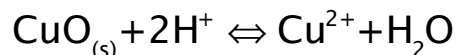
Alla luce di questo calcolo, verificate se l'aggiunta di 300 mg di Na_2SO_4 sia stata sufficiente a precipitare quantitativamente il bario.



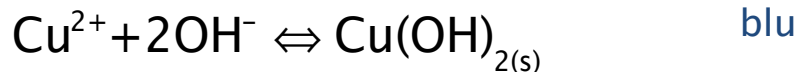
Ora mettete il beaker su una piastra riscaldante impostata a una temperatura di 250 °C, e ricordatevi di mettere una piccola bacchetta di vetro al suo interno in modo da regolarizzare l'ebollizione. Concentrate il volume della soluzione a circa 3–4 mL. Nel corso del riscaldamento osserverete che nel beaker il colore blu della soluzione scompare, mentre compare un precipitato nero di **rame(II) ossido**:

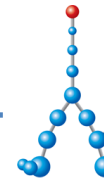


Il riscaldamento promuove l'allontanamento di ammoniaca in forma gassosa dalla soluzione, poiché in base alla legge di Henry la solubilità dei gas diminuisce all'aumentare della temperatura. Al termine dell'operazione, aggiungete 3 mL HCl 2 N al residuo, e aiutandovi con la bacchetta di vetro riuscirete a ridisciogliere completamente il residuo nero:



Ora trasferite la soluzione in due tubi da centrifuga (avendo cura di ottenere un uguale volume in ciascun tubo), e poi aggiungete a ciascun tubo 3 mL NaOH 2 N; vedrete comparire un precipitato blu di **Cu(OH)₂**, che farete sedimentare centrifugando per 5 minuti. Lavate quindi per due volte il precipitato di ciascun tubo con 1 mL di acqua deionizzata per volta, risospendendo con una bacchetta di vetro e poi centrifugando nuovamente per 5 minuti.





tubi da centrifuga
con ppt di Fe(OH)_3

Per verificare indicativamente quanto bene siate riusciti a separare lo ione **ferro(III)** dallo ione **rame(II)** potete provare a ridisciogliere il precipitato di Fe(OH)_3 aggiungendo 3 mL HCl 2 N in ciascun tubo da centrifuga; dovrete ottenere una soluzione giallo brillante di FeCl_3 .



Se invece ottenete una soluzione di colore verdino, questo indica che il vostro precipitato di Fe(OH)_3 era inquinato da ioni **rame(II)**, che in soluzione sono di colore azzurro. La somma della colorazione gialla di FeCl_3 con la colorazione azzurra di CuCl_2 vi fa percepire una colorazione verdina.



tubi da centrifuga
con ppt di BaSO_4

La purezza del precipitato di BaSO_4 è più facile da valutare, dal momento che esso dovrebbe essere perfettamente bianco. Una colorazione giallo-marroncina o azzurrina indica un inquinamento da ioni **ferro(III)** e/o ioni **rame(II)**.

Schema riassuntivo della separazione di cationi mediante precipitazione selettiva da effettuare in laboratorio

