

SEPARAZIONE DI IONI METALLICI E LORO RICONOSCIMENTO

L'obiettivo di questa esperienza è la separazione di tre ioni metallici presenti in una stessa soluzione ed il loro riconoscimento tramite reazioni chimiche specifiche.

La separazione di ioni metallici presenti in una unica soluzione avviene condotta tramite la loro precipitazione frazionata, sfruttando la diversa solubilità dei loro idrossidi o sali e le loro proprietà acido/base. Una volta precipitato un catione lasciando in soluzione gli altri due, è possibile separare solido e liquido tramite centrifugazione.

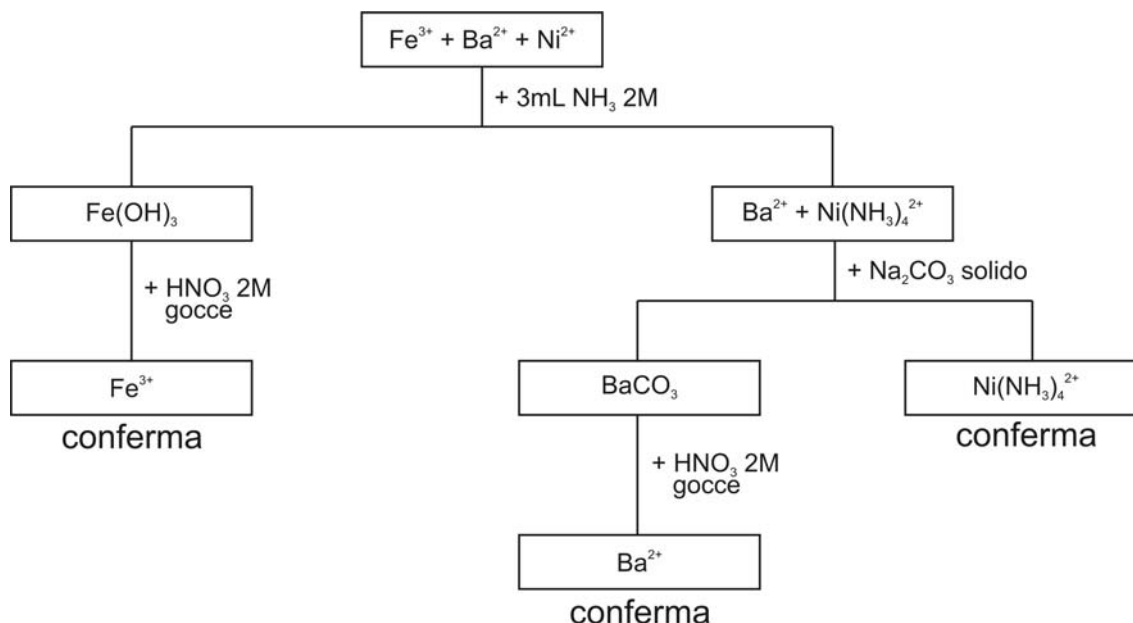
Nota per la relazione:

Nella relazione scrivere e bilanciare ogni reazione chimica coinvolta nell'esperimento e rispondere alle domande.

NOTE IMPORTANTI!!!

- Dopo aver aggiunto il reattivo precipitante, agitare la sospensione con la bacchetta di vetro facendo attenzione a non far tracimare il contenuto.
- Ricordarsi di pulire accuratamente la bacchetta dopo ogni utilizzo.
- Dopo la centrifugazione, trasferire la soluzione limpida in una provetta nuova facendo attenzione a non risospingere il solido.
- Ricordarsi di marcare ogni provetta con la lettera corrispondente ed il vostro numero.

La separazione avviene secondo il seguente schema:



La miscela da separare sarà costituita da 5 mL di una soluzione contenente Fe³⁺, Ba²⁺ e Ni²⁺, ognuno in concentrazione 0.02M (provetta A). Alla soluzione iniziale, aggiungere 3mL di NH₃ 2M e mescolare. Precipita Fe³⁺ sotto forma di idrossido. Centrifugare e trasferire la soluzione nella provetta B. Sciogliere il precipitato aggiungendo la minima quantità di HNO₃ 2M nella provetta A (goccia a goccia, agitare dopo ogni goccia finché si ottiene una soluzione limpida). A questo punto, aggiungere ancora 2 gocce di HNO₃ 2M e diluire a 3mL con acqua distillata. Procedere quindi con le analisi di conferma per Fe³⁺.

1. Perché aggiungendo NH_3 2M si ha la precipitazione di Fe^{3+} ma non di Ba^{2+} e Ni^{2+} ? Di che colore è il precipitato?
2. Che colore ha la soluzione nella provetta B? A quale composto è dovuta tale colorazione?

Aggiungere, alla provetta B, una punta di spatola di Na_2CO_3 ed agitare con la bacchetta fino a far sciogliere tutti i granelli. Centrifugare e trasferire la soluzione nella provetta C. Sciogliere il precipitato aggiungendo la minima quantità di HNO_3 2M nella provetta B (goccia a goccia, agitare dopo ogni goccia finché si ottiene una soluzione limpida). A questo punto, aggiungere ancora 2 gocce di HNO_3 2M e diluire a 3mL con acqua distillata. Procedere quindi con le analisi di conferma per Ba^{2+} .

3. Di che colore sono precipitato e soluzione? Perché precipita solamente Ba^{2+} e non Ni^{2+} ?

Alla soluzione di $\text{Ni}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ nella provetta C aggiungere 2mL NaOH 2M per precipitare Ni^{2+} sotto forma di idrossido. Centrifugare ed eliminare la soluzione. Sciogliere il precipitato aggiungendo la minima quantità di HNO_3 2M nella provetta C (goccia a goccia, agitare dopo ogni goccia finché si ottiene una soluzione limpida). A questo punto, aggiungere ancora 2 gocce di HNO_3 2M e diluire a 3mL con acqua distillata. Procedere quindi con le analisi di conferma per Ni^{2+} .

4. Perché l'aggiunta di NaOH (base forte) è risultata nella precipitazione di $\text{Ni}(\text{OH})_2$ mentre l'aggiunta di NH_3 (base debole) ha lasciato il nichel in soluzione?

Procedura analitica per la conferma di Fe^{3+}

Preparare 3 provette di vetro e mettere in ognuna 10 gocce della soluzione di Fe^{3+} . Usare ciascuna aliquota per eseguire ognuno dei seguenti saggi:

- Con KSCN

Aggiungere 5 gocce della soluzione di KSCN 2M e circa 1mL di etere etilico (solvente non miscibile con H_2O). Agitare la provetta ed osservare cosa avviene.

5. Fe^{3+} e SCN^- possono formare diversi tipi di complessi. Quale di questi è stato estratto nel solvente organico (etere etilico)?

- Con Na_2HPO_4

Aggiungere alla provetta 1mL di acqua distillata e 1 o 2 cristalli di Na_2HPO_4 . Agitare la provetta fino a sciogliere il sale ed osservare cosa avviene. Controllare il pH con la cartina al tornasole. A questo punto, aggiungere alcuni cristalli di CH_3COONa . Agitare con la bacchetta ed osservare cosa avviene. Controllare il pH con la cartina al tornasole.

6. Perché per la precipitazione di FePO_4 è necessario aggiungere CH_3COONa ?

- Con $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ – esacianoferrato (II) di potassio

Aggiungere 4-5 gocce della soluzione di $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$. Agitare la provetta ed osservare cosa avviene. Che colore ha la soluzione originaria di $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ e che colore ha il precipitato?

Procedura analitica per la conferma di Ba^{2+}

Preparare 2 provette di vetro e mettere in ognuna 10 gocce della soluzione di Ba^{2+} . Usare ciascuna aliquota per eseguire ognuno dei seguenti saggi:

- Con H_2SO_4

Aggiungere circa 1mL di H_2SO_4 2M. Agitare la provetta ed osservare cosa avviene.

- Con Na_2HPO_4

Aggiungere alla provetta 1mL di acqua distillata e 1 o 2 cristalli di Na_2HPO_4 . Agitare la provetta fino a sciogliere il sale ed osservare cosa avviene. Controllare il pH con la cartina al tornasole. A questo punto, aggiungere alcune gocce di NH_3 2M. Agitare con la bacchetta ed osservare cosa avviene. Controllare il pH con la cartina al tornasole.

7. Perché la precipitazione di BaSO_4 avviene anche a pH estremamente acido mentre per la precipitazione di $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$ è necessario portare il pH ad un valore basico?

- Con Na_2CrO_4

I cromati sono composti di Cr(VI) sono altamente tossici per l'uomo e presunti cancerogeni. Quindi vanno trattati con la massima attenzione. Inoltre, è preferibile prepararne una minima quantità da impiegare subito anziché impiegare direttamente i cromati. Inoltre, è necessario ridurre nuovamente il Cr(VI) a Cr(III) prima dello smaltimento. La sintesi di CrO_4^{2-} è possibile per azione di H_2O_2 su una soluzione di Cr(III) in ambiente basico e a caldo. Tale sintesi è altamente didattica, quindi registrare il cambio di colore della soluzione dopo ogni operazione.

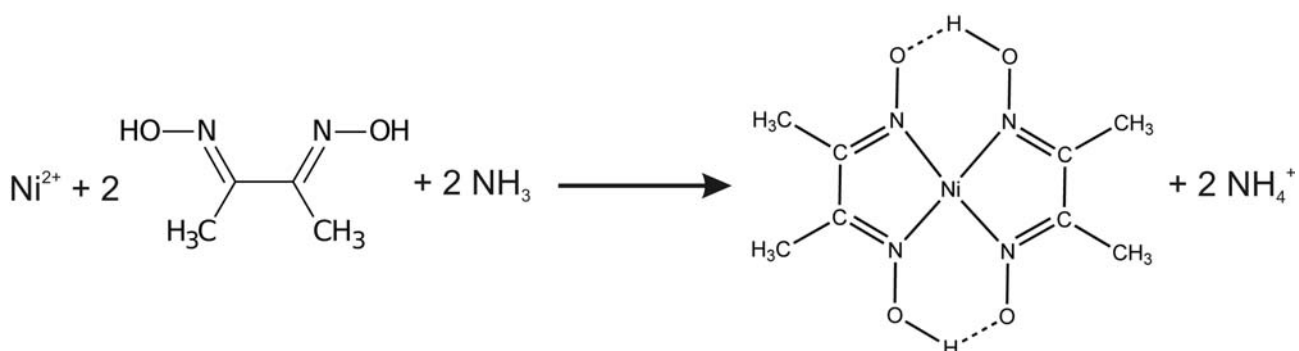
In una provetta di vetro, mettere alcuni cristalli di $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ed circa 1mL di acqua distillata. Aggiungere goccia a goccia NaOH 2M e osservare cosa succede dopo ogni goccia. Una volta ottenuta una soluzione limpida, aggiungere circa 1mL di H_2O_2 3% e porre la provetta in bagnomaria a 80°C finché la soluzione diventa limpida e di un intenso giallo canarino. A questo punto, aggiungere 5 – 10 gocce della soluzione di Ba^{2+} iniziale. Osservare cosa avviene e registrarlo. Se non si a precipitazione, controllare il pH con la cartina al tornasole (deve essere basico).

Prima di smaltire il contenuto della provetta, si deve fare in modo di eliminare Cr(VI). Per far questo, basta acidificare la soluzione: in ambiente acido, H_2O_2 agisce da riducente producendo Cr(III).

8. Dopo aver acidificato, che colore ha assunto la soluzione? Cosa è successo al precipitato e perché?

Procedura analitica per la conferma di Ni^{2+}

Il saggio per la conferma analitica di Ni^{2+} è altamente specifico e si basa sulla reazione con dimetilgliosima (DMG) in ambiente ammoniacale. La reazione è la seguente:



In una provetta di vetro, porre 10gocce della soluzione di Ni^{2+} e circa 2mL della soluzione alcolica di DMG. A questo punto, alzare il pH aggiungendo NH_3 2M goccia a goccia. Controllare il pH con la cartina al tornasole.