

Esperienza di laboratorio

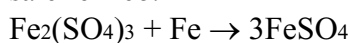
## **PREPARAZIONE DEL SALE DOPPIO**

### 1. MATERIALE OCCORRENTE:

Beuta 50/100 ml	Pompa/beuta di sicurezza	Cilindro graduato
Becher	Bacchetta di vetro	Crogiolo filtrante G3
Bunsen con reticella	Tappo per beuta	Beuta codata 50/100 ml
Spatola	Imbutto	Essiccatore con KOH
Bilancia	Carta da filtro rapida	Acqua distillata
Spruzzetta	Sostegno	Fe metallico
FeSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O impuro per Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>		Pipetta
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>

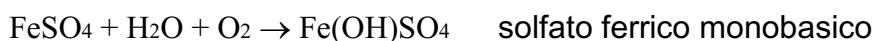
### 2. PRINCIPI TEORICI DEL METODO:

Per purificare il sale FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O occorre trattarlo a caldo con ferro metallico in modo da ridurre il sale ferrico.

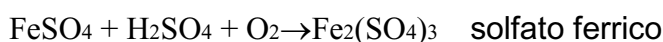


L'acqua distillata, in cui avviene la reazione, deve essere disaerata cioè bisogna eliminare l'ossigeno ( facendo bollire l'acqua per 10-12 minuti ) che provocherebbe l'ossidazione del solfato ferroso, sia che si trovi in ambiente basico, sia che si trovi in ambiente acido.

ES. in ambiente basico:



ES. in ambiente acido:



L'acqua deve essere anche acidificata per evitare l'idrolisi del sale. Una volta ottenuto il solfato ferroso puro, se viene sciolto in acqua con NH<sub>4</sub><sup>+</sup> da origine al sale doppio (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O che si cristallizza e ha un colore verde pallido. La reazione non è quantitativa, parte dei reagenti rimangono inalterati. Il sale ottenuto ha una discreta solubilità in acqua. I cristalli verdi devono essere filtrati: la velocità del liquido attraverso il filtro dipende anche dalla depressione che si riesce a creare nella beuta: si può quindi aumentare la velocità mediante una pompa ad acqua. Una pompa a vuoto è uno strumento capace di rimuovere gas e vapori dall'interno di un sistema chiuso diminuendo la densità molecolare ( pressione ). La pompa ad acqua è il tipo di pompa più semplice ed economico ( è fatta di vetro o plastica o metallo ). Appartiene alla categoria delle pompe a fluido motore; il pompaggio si realizza per diffusione o trascinamento dei gas e vapori ad opera di un getto fluido ad alta velocità, cioè dal violento getto d'acqua che si forma all'uscita dell'ugello posto all'interno della pompa. La pressione minima ottenibile all'interno del sistema chiuso è 10-20 mmHg (tale limite è causato dalla tensione di vapore dell'acqua alla temperatura d'esercizio ). Variazioni del flusso dell'acqua possono provocare il risucchio della stessa; per evitare ciò, si inserisce fra la pompa e il sistema una valvola antirisucchio o una bottiglia di DRECHSEL o una beuta da vuoto. Terminata la filtrazione occorre riportare la pressione a quella ambiente e solo dopo si può chiudere l'acqua.

### **SISTEMA DI FILTRAZIONE**

## ESSICCAMENTO DI UNA SOSTANZA SOLIDA

Significa eliminare ogni traccia di liquidi di imbibizione ( acqua o altri solventi ). Eliminazione di acqua → disidratazione, anidrifazione. Il processo di essiccamento non deve alterare la composizione della sostanza. I solidi vengono essiccati:

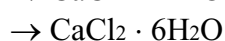
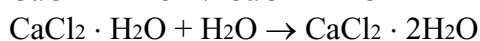
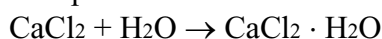
- Ponendoli in stufa ad opportuna temperatura ( per acqua 120°C ), per il tempo necessario ad ottenere che due pesate consecutive abbiano lo stesso valore, se la sostanza così trattata non si altera.
- Ponendoli in un recipiente chiuso ( essiccatore ) in presenza di un agente essiccante ( eventualmente in depressione ).

Agenti disidratanti che esplicano la loro azione “reagendo” con l’acqua:

- Formano un sale idrato a partire da un sale anidro ( o con un numero di molecole d’acqua inferiore al massimo consentito ).
- Formazione di una soluzione satura a partire da un sale idrato.
- Assorbimento dell’acqua da parte di una soluzione concentrata per formare una soluzione più diluita.
- Reazione acido-base: ossido basico + acqua → idrossido

Ossido acido + acqua → ossiacido

Comportamento del cloruro di calcio anidro:



→ Soluzione insatura

### 3. PROCEDIMENTO OPERATIVO:

- Fare bollire 50 ml di acqua distillata in un recipiente da 50/100 ml per ¼ d’ora per disaerarla .
- Pesare 3,50 gr di solfato ferroso impuro in una beuta.
- Aggiungere 100ml di acqua disaerata acidificata con 1,5 ml di acido solforico concentrato.
- Aggiungere 1,5 gr di Fe in polvere.
- Agitare con cautela fino alla scomparsa del colore giallo dovuto allo ione  $\text{Fe}^{2+}$ . Se il colore persiste scaldare un poco sotto cappa, agitando fino alla scomparsa del colore verde.
- Pesare 2,40 gr di solfato d’ammonio in un’altra beuta.
- Aggiungere 5,6 ml di acqua disaerata e sciogliere a caldo
- Filtrare velocemente la sospensione di ferro in eccesso non reagito ( 1° beuta ).
- Nel filtrare versare la soluzione calda di solfato d’ammonio per aumentare la solubilità.
- Tappare subito la beuta e agitare, lasciarla poi a riposo ( tutte le operazioni vanno fatte lasciando la 1° beuta a contatto con l’aria il meno possibile ).
- Filtrare i cristalli verdi ottenuti di solfato ferroso, con un crogiolo filtrante con setto poroso in vetro G3 ( la porosità del filtro è indicata dalla sigla Gn ).
- Creare una depressione nella beuta codata per aumentare la velocità della filtrazione mediante una pompa ad acqua.
- Lavare i cristalli dopo aver filtrato tenendo presente che sono solubili in acqua: quindi lavare con poche gocce di acqua distillata e poi con alcol etilico =  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ .
- Porre i cristalli in un essiccatore con KOH per eliminare le tracce di  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  e di acqua distillata.
- Pesare i cristalli ottenuti.

### 4. DATI SPERIMENTALI:

3,50 gr  $\text{FeSO}_4$  impuro per il 5% di  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$

PM di  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 277,907$

2,40gr  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 = 132,08$

1,7767 gr di  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

PM di  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 391,987$

5. CALCOLI RICHIESTI:

Determinare la resa  $\rightarrow 5 : 100 = X : 3,5$

$X = 0,175$  gr di  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$

N. moli  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 = 0,175 / 399,874 = 4,38 \cdot 10^{-4}$

N. moli  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  trasformate in moli di  $\text{FeSO}_4 = 4,38 \cdot 10^{-4} \cdot 3 = 1,31 \cdot 10^{-3}$

95% di  $\text{FeSO}_4$  iniziale = 3,325 gr

N. moli del 95% di  $\text{FeSO}_4 = 3,325 / 277,907 = 0,012$

N. moli totali di  $\text{FeSO}_4 = 0,012 + 1,31 \cdot 10^{-3} = 0,013$  in difetto

N. moli di  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 = 2,40 / 132,08 = 0,0182$

N. moli di  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 1,7767 / 391,987 = 4,53 \cdot 10^{-3}$

N. moli di  $\text{FeSO}_4 : 100 = \text{N. moli di } (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} : \text{Resa}$

$0,013 : 100 = 4,53 \cdot 10^{-3} : \text{Resa}$

Resa = 34,8%

La resa è abbastanza vicina al 40% (buona resa), la differenza probabilmente è dovuta ad imprecisioni durante il procedimento.