Obiettivo: Separare tramite precipitazione frazionata 3 metalli e confermarne la natura tramite saggi chimici specifici.

### Precipitazione frazionata:

Metodo di separazione di composti tramite la loro diversa solubilità per effetto del solvente o per aggiunta di reagenti precipitanti.

Nel caso di composti inorganici:

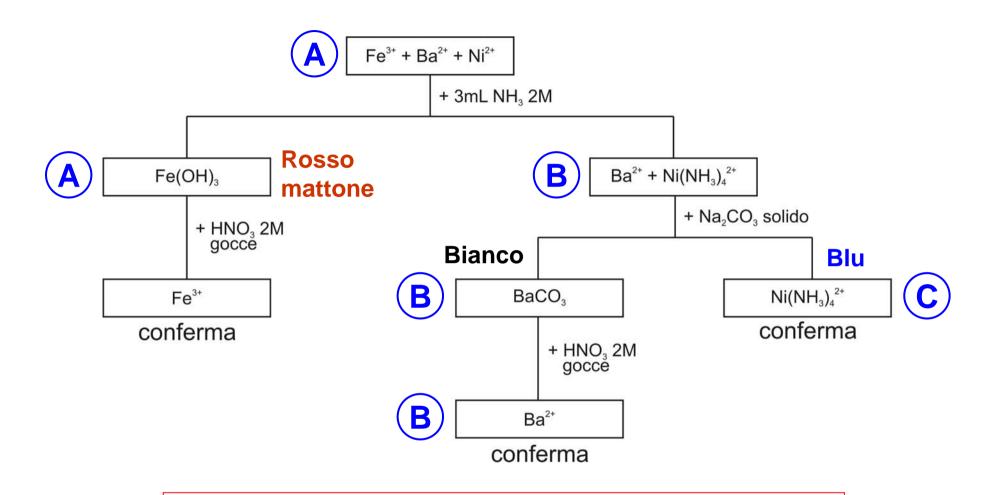
**K**<sub>ps</sub>

#### Precipitazione completa:

$$[M^{n+}] \le 10^{-5} M$$

#### Saggi analitici:

Reazioni chimiche specifiche o loro combinazioni che consentono di individuare in maniera univoca la natura chimica di uno ione.



Separazione per centrifugazione!



### Centrifugazione:

sedimentazione di un corpo solido ad alta densità miscelato ad un fluido a densità più bassa tramite un movimento circolare.

#### **IMPORTANTE!!!**

Non ribaltare la provetta ma pipettare il liquido limpido surnatante

### Precipitazione frazionata:

Precipitazione di Fe(OH)<sub>3</sub> in presenza di Ba<sup>2+</sup> e Ni<sup>2+</sup>

3 mL NH<sub>3</sub> 2M + 5 mL soluzione = totale 8mL NH<sub>3</sub> 0.75M

$$[OH^{-}] = 3.67 *10^{-5} M$$

Qual è la concentrazione di Fe<sup>3+</sup>, Ba<sup>2+</sup> e Ni<sup>2+</sup> compatibile con questo pH?

	Kps	[M <sup>n+</sup> ]
Fe(OH) <sub>3</sub>	1.5 * 10 <sup>-36</sup>	3.0 * 10 <sup>-29</sup> M
Ba(OH) <sub>2</sub>	2.2 * 10 <sup>-2</sup>	1633 M
Ni(OH) <sub>2</sub>	8.7 * 10 <sup>-19</sup>	1.4 * 10 <sup>-15</sup>

*Ma.....* 

$$Ni^{2+} + 4 NH_3 \longrightarrow Ni(NH_3)_4^{2+}$$

$$Keq = 1.26 * 10^8$$

#### Complessazione:

Formazione di addotti tra uno ione metallico e un legante, solitamente una base di Lewis.

La formazione dello ione complesso impedisce la precipitazione dell'idrossido.

# Conferma dello ione Fe<sup>3+</sup>

#### Saggio n°1: KSCN

Fe<sup>3+</sup> + SCN<sup>-</sup> 
$$\Longrightarrow$$
 Fe(SCN)<sup>2+</sup>  $\Longrightarrow$  Fe(SCN)<sub>2</sub> Fe(SCN)<sub>3</sub>

rosso

rosso

estraibile in etere

Saggio n°2: Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>

$$Fe^{3+} + HPO_4^{2-} \longrightarrow FePO_4 + H^+$$
 giallo

Perché aggiungere CH<sub>3</sub>COONa?

Saggio n°3: 
$$K_4$$
Fe(CN)<sub>6</sub>

$$4\text{Fe}^{3+} + 3\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-} \longrightarrow \text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$$
Blu di Prussia

# Conferma dello ione Ba<sup>2+</sup>

Saggio n°1: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

$$Ba^{2+} + SO_4^{2-} \longrightarrow BaSO_4$$
Bianco

Saggio n°2: Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>

$$Ba^{2+} + HPO_4^{2-} \longrightarrow Ba_3(PO_4)_2^{2+} + 2 H^+$$

Perché aggiungere NH<sub>3</sub>?

Saggio n°3: CrO42-

$$4Fe^{3+} + 3Fe(CN)_6^{4-} \longrightarrow Fe_4[Fe(CN)_6]_3$$
Blu di Prussia

# Conferma dello ione Ba<sup>2+</sup>

## Saggio n°3: CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

$$Ba^{2+} + CrO_4^{2-} \longrightarrow BaCrO_4$$
Giallo

Aggiungere NaOH 2M goccia a goccia ed agitare sempre!!!!!

$$Cr(OH)_4^- + H_2O_2 \longrightarrow CrO_4^{2-} + O_2$$
 In ambiente basico

$$CrO_4^{2-} + H_2O_2$$
 —  $\rightarrow$   $Cr^{3+} + H_2O$  In ambiente acido

# Conferma dello ione Ni<sup>2+</sup>

Purificazione per precipitazione con NaOH 2M e ridissoluzione in HNO<sub>3</sub> 2M.

## Saggio n°1: DMG (dimetilgliossima)

$$HO-N$$
  $N-OH$   $H_3C$   $CH_3$   $H_3C$   $CH_3$   $H_3C$   $CH_3$   $H_3C$   $CH_3$   $H_3C$   $CH_3$   $H_3C$   $CH_3$   $H_4^+$ 

Rosso fragola

#### **IMPORTANTE!!!**

#### Ricordarsi di:

- 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 (acido nitrico + acqua distillata).
- Dopo la centrifugazione, pipettare la soluzione limpida in una provetta nuova e facendo attenzione a non risospendere il solido.
- Ricordarsi di marcare ogni provetta con la lettera corrispondente ed il vostro numero.