

## Esperienza n°1 vers. 16\_10\_19

### PREPARAZIONE DI SOLUZIONI DI VARIA CONCENTRAZIONE PER PESATA E PER DILUIZIONE

#### ESPERIENZE DI ANALISI QUALITATIVA DI VARIE SPECIE CHIMICHE

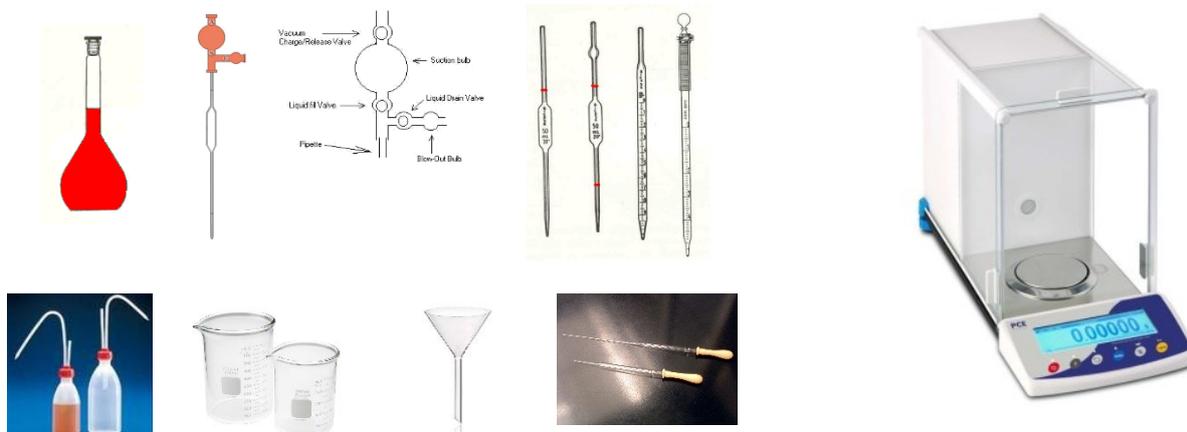
#### ESPERIENZE COLLETTIVE

### PRIMA PARTE: PREPARAZIONE DI SOLUZIONI DI VARIA CONCENTRAZIONE PER PESATA E PER DILUIZIONE

**Scopo:** familiarizzare con l'attrezzatura e le tecniche necessarie alla preparazione di soluzioni per pesata e diluizione.

**Materiale, apparecchiature e reattivi necessari:**

matraci tarati con portata 100.0 mL con tappo normalizzato, alcuni becher, vetrino d'orologio, pipette di Pasteur in vetro o plastica con tettarella, spruzzetta con acqua distillata, pipetta da 20.00 mL munita di propipetta, imbuto in vetro, spatolina, bilancia analitica.



**1) Preparazione di una soluzione per pesata di  $\text{CuSO}_4$  di conc.  $8.000 \times 10^{-2}$  M con volume di 100.0 mL.**

$$\text{mm CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 249.69$$

E' necessario preparare una soluzione  $8.000 \times 10^{-2}$  M di 100.0 mL di volume totale:  
in essa sono presenti:  $\text{mol} = M \times V(L) = 8.000 \times 10^{-2} \times 0.1000 = 8.000 \times 10^{-3}$  di  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

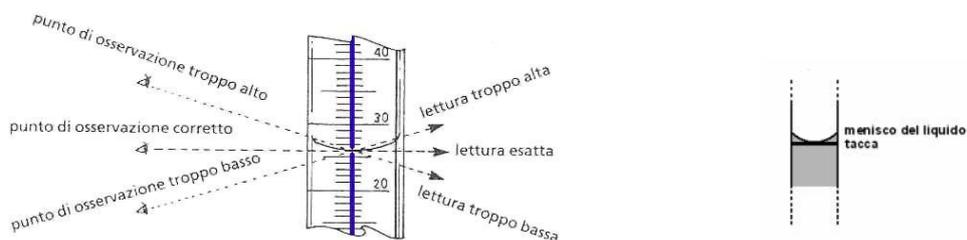
dunque; g da pesare =  $\text{mm} \times \text{mol} = 249.69 \times 8.000 \times 10^{-3} = 1.998 \text{ g}$

**Operativamente**

- Lavare un vetrino d'orologio e un matraccio tarato con volume 100.0 mL.
- Mettere il vetrino d'orologio **asciutto** sul piatto della bilancia analitica e dopo azzeramento della tara, pesare 1.998 g di  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

- c) Usando un imbuto con collo relativamente largo per evitare intasamenti, trasferire quantitativamente il soluto nel matraccio tarato con  $V = 100.0$  mL.
- d) Aggiungere  $H_2O$  fino a circa  $\frac{3}{4}$  del volume con una spruzzetta, tappare e agitare vigorosamente e capovolgendo il matraccio, fino allo scioglimento totale del soluto: controllare con attenzione che tutto il soluto sia disciolto.
- e) Aggiungere  $H_2O$  fino alla tacca di riferimento adoperando una pipetta di Pasteur. Prelevare l'acqua da un becher preventivamente pulito. Non immergere mai la punta della pipetta di Pasteur nella spruzzetta perché si potrebbe inquinare il contenuto.
- f) Agitare e aggiungere eventualmente ancora qualche goccia di  $H_2O$  in caso di contrazione di volume.

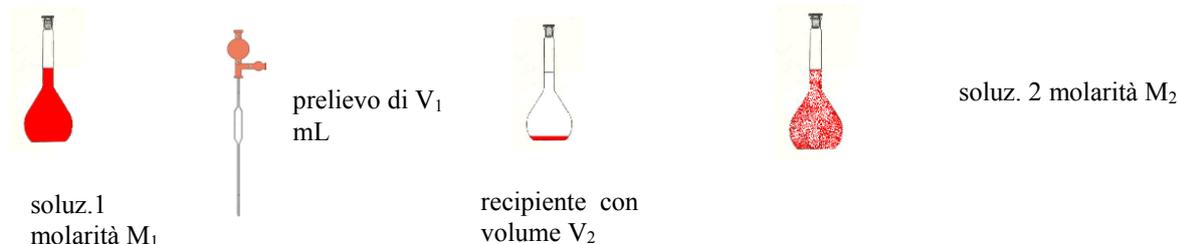
**Attenzione:** per evitare **errori di parallasse** (un errore di misurazione dovuto al diverso punto di vista che può assumere l'osservatore nell'effettuare la lettura), bisogna che l'occhio sia allo stesso livello della tacca di riferimento del matraccio.



## 2) Preparazione di una soluzione di $CuSO_4$ $1.600 \times 10^{-2}$ M con volume di 100.0 mL per diluizione dalla soluzione $8.000 \times 10^{-2}$ M.

Per fare una diluizione occorre trasferire un certo  $V_1$ , prelevato dalla soluzione 1 (soluzione madre) con concentrazione  $M_1$ , in un matraccio di dato  $V_2$  e aggiungere  $H_2O$  fino alla tacca di riferimento, al fine di raggiungere la concentrazione finale desiderata  $M_2$ .

Il **numero di moli prelevate** dalla soluzione 1 ( $mol_1$ ), che vengono introdotte nel matraccio 2, **non cambia con la diluizione**; **mol prima della diluizione = mol dopo la diluizione.**



Poiché in una soluzione  $mol = M \times V$  e con la diluizione  $mol_1 = mol_2$ , ne consegue che

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2 \quad \text{--->}$$

$$\text{la quantità da prelevare è dunque: } V_1 = M_2 \times V_2 / M_1$$

**(ATTENZIONE NON È UNA PROPORZIONE)**

Nel caso specifico, si deve introdurre nel matraccio 2 con volume = 100.0 mL una certa aliquota della soluzione 1) (madre) di  $CuSO_4$   $8.000 \times 10^{-2}$  M ed aggiungere  $H_2O$  in modo che il volume totale della soluzione sia 100.0 mL e la sua concentrazione  $1.600 \times 10^{-2}$  M.

$$M_1 = 8.000 \times 10^{-2} \quad M_2 = 1.600 \times 10^{-2} \quad V_1 = \text{volume incognito da prelevare} \quad V_2 = 100.0 \text{ mL}$$

$$\text{Dall'equazione sopra riportata } 8.000 \times 10^{-2} \times X_{mL} = 1.600 \times 10^{-2} \times 100.0_{mL} \quad X = 20.00 \text{ mL.}$$

Si deduce che si devono prelevare 20.00 mL della soluzione 1) (si usa una pipetta tarata a due tacche), li si mettono in un matraccio tarato con V 100.0 mL e infine si aggiunge H<sub>2</sub>O fino alla tacca.

### **Operativamente**

- a) Lavare un matraccio tarato da 100.0 mL e una pipetta da 20.00 mL munita di propipetta.
- b) Svinare con un po' della soluzione 1) un piccolo becher che va riempito con qualche mL della medesima soluzione.
- c) Svinare la pipetta da 20.00 mL con la soluzione contenuta nel becher.
- d) Usando la pipetta, prelevare 20.00 mL esatti di soluzione 1) e metterli nel matraccio tarato.
- e) Aggiungere H<sub>2</sub>O nel matraccio tarato fino alla tacca di riferimento, senza superarla.
- f) Conviene aggiungere le ultime gocce con una pipetta Pasteur o con una spruzzetta eventualmente munita di riduttore di flusso.
- g) Agitare molto bene.

### **3) Preparazione di una soluzione di CuSO<sub>4</sub> $3.200 \times 10^{-3}$ M del volume di 100.0 mL per diluizione dalla soluzione $1.600 \times 10^{-2}$ M.**

Similmente ai calcoli sopra riportati, si ricava la seguente procedura: si devono prelevare 20.00 mL della soluzione 2 che vanno messi in un matraccio tarato da 100.0 mL nel quale si aggiunge successivamente H<sub>2</sub>O fino alla tacca di riferimento.

### **Operativamente**

- a) Lavare un matraccio tarato da 100.0 mL.
- b) Svinare con un po' della soluzione 2) un piccolo becher che va riempito con qualche mL della medesima soluzione.
- c) Svinare la pipetta da 20.00 mL con la soluzione contenuta nel becher.
- d) Usando la pipetta, prelevare 20.00 mL esatti di soluzione 2) e metterli nel matraccio tarato.
- e) Aggiungere H<sub>2</sub>O nel matraccio tarato fino alla tacca di riferimento senza superarla.
- f) Conviene aggiungere le ultime gocce con una pipetta Pasteur o con una spruzzetta munita di riduttore di flusso.
- g) Agitare molto bene.

**Conservare queste 3 soluzioni per esperienze successive.**

---

## **SECONDA PARTE: ESPERIENZE DI ANALISI QUALITATIVA DI VARIE SPECIE CHIMICHE**

### **Scopo:**

Spesso le soluzioni o i precipitati di composti diversi sembrano tra loro simili, ad esempio hanno stesso colore e consistenza. Come fare per distinguere tra loro composti chimici diversi che però apparentemente appaiono simili?

**Si può sfruttare il fenomeno per cui specie chimiche diverse manifestano una diversa reattività chimica.**

Lo scopo di questa esperienza è:

- 1) verificare il comportamento caratteristico di alcune specie chimiche;
- 2) evidenziare come sia possibile distinguere e caratterizzare alcuni composti ionici sulla base della loro diversa reattività.

**Apparecchiature:** un portaprovette con una dozzina di provette, spruzzetta con acqua distillata, una decina di pipette Pasteur in vetro o plastica con tettarella, qualche becher di dimensioni medie, agitatore per provette.



### Reattivi adoperati

Soluzioni di varia concentrazione (tra circa 0.2 e 2 M) contenute in bottigliette di Ranvier etichettate da 50 o 100 mL, in vetro o plastica, messe sui banchi: 1)FeSO<sub>4</sub>, 2)FeCl<sub>3</sub>, 3)K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], 4)K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], 5)KSCN, 6)NaCl, 7)KBr, 8)KI, 9)AgNO<sub>3</sub>, 10)NH<sub>3</sub>, 11)NaOH, 12)HCl.

Trucioli di Mg

Soluzioni sotto cappa: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (6M), NH<sub>3</sub> (6M).



**Attenzione:** accertarsi della pulizia delle provette, altrimenti pulirle prima con scovolino e detersivo e successivamente sciacquarle con acqua di rubinetto ed infine con acqua distillata.

L'acqua distillata va tenuta nelle spruzzette di plastica e da queste va prelevata.

**Le provette non vanno mai riempite per più di metà del loro volume.**

**Non tappare le provette con le dita quando si agitano perché molti composti chimici sono irritanti, tossici o velenosi e perfino mortali e possono essere assorbiti attraverso la pelle.**

Attenzione all'uso del AgNO<sub>3</sub>: il sale è tossico e in caso di contatto con la pelle si osserva una macchia che passa dal marrone al nero e che permane per qualche ora.

Vengono di seguito riportati alcuni esempi da verificare e da discutere criticamente valutando per ogni esperienza:

- colore iniziale della soluzione e sua eventuale variazione;
- formazione di precipitati e loro dissoluzione;
- il riscaldarsi o raffreddarsi delle provette;
- evolversi di gas.

**Scrivere e bilanciare** tutte le reazioni che avvengono, assegnare il giusto nome a tutti i composti e valutare i cambiamenti degli stati di ossidazione dei vari elementi implicati.

**Nota:** il simbolo che descrive l'equilibrio chimico è costituito da due frecce sovrapposte con direzioni opposte. In questo testo, per motivi di compatibilità dei vari browser, è sostituito da un'unica freccia con due punte ↔.

## 1) FERRO

In questa esperienza si osservano e confrontano i comportamenti diversi degli ioni Fe<sup>2+</sup> e Fe<sup>3+</sup> con alcuni reattivi specifici.

a) Prendere due provette e aggiungere in una di esse alcune gocce della soluzione di  $\text{FeSO}_4$  ( $\text{Fe}^{2+}$ ) e nell'altra alcune gocce di  $\text{FeCl}_3$  ( $\text{Fe}^{3+}$ ) contenuti nelle bottigliette di Ranvier.

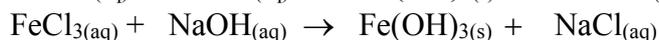
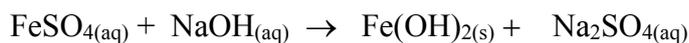
Aggiungere in ciascuna provetta una piccola aliquota di acqua distillata e agitare a mano o con l'agitatore automatico per diluire.

Mettere qualche goccia della soluzione di  $\text{NaOH}$  in ciascuna delle due provette finché si osserva la formazione di un precipitato.

Se non si forma abbastanza precipitato, aggiungere ancora qualche goccia dei reattivi

Vengono sotto riportate le reazioni che avvengono, **appositamente non bilanciate:**

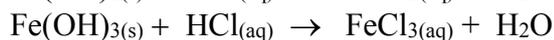
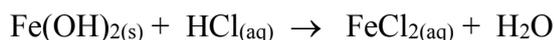
**Lo studente deve bilanciare correttamente tutte le reazioni di tutte le esperienze che descrive nelle relazioni.**



*Di che colore è il precipitato e che aspetto possiede ?*

Osservare e descrivere la differenza di colore e consistenza tra  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  e  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ .

Eliminare metà delle soluzioni e successivamente aggiungere a entrambe qualche goccia di  $\text{HCl}$  e agitare finché il precipitato si ridiscioglie.



*di che colore sono le soluzioni o i precipitati ?  $\text{FeCl}_3$  e  $\text{FeCl}_2$  sono solubili?*

b) Mettere in una provetta qualche goccia di  $\text{FeSO}_4$  e poi diluire con acqua.

Aggiungere 2-3 gocce di  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{III})(\text{CN})_6]$  (ferricianuro di potassio).

Reazione che avviene:  $\text{FeSO}_{4(\text{aq})} + \text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_{(\text{aq})} \rightarrow \text{KFe}_2(\text{CN})_{6(\text{s})} + \text{K}_2\text{SO}_{4(\text{aq})}$

$\text{KFe}_2(\text{CN})_6$  (di che colore è ?) chiamato azzurro di Turnbull ed ha composizione incerta in cui sono presenti sia sali di  $\text{Fe}^{2+}$  che  $\text{Fe}^{3+}$ .

c) Mettere in una provetta qualche goccia di  $\text{FeCl}_3$  e poi diluire con acqua.

Aggiungere 2 gocce di  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{II})(\text{CN})_6]$  (ferrocianuro di potassio).

Reazione che avviene:  $\text{FeCl}_{3(\text{aq})} + \text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_{(\text{aq})} \rightarrow \text{KFe}_2(\text{CN})_{6(\text{s})} + \text{KCl}_{(\text{aq})}$

Il  $\text{KFe}_2(\text{CN})_6$  che si ottiene è detto azzurro di Berlino o Blu di Prussia ed è identico all'azzurro di Turnbull.

d)  $\text{Fe}^{3+}$  reagisce con i solfocianuri (o tiocianati) per dare soluzioni intensamente colorate:

Mettere in una provetta 2 gocce di  $\text{FeCl}_3$ , diluire con acqua ed aggiungere alcune gocce di soluzione di  $\text{KSCN}$  (solfocianuro di potassio o tiocianato di potassio).

reazione:  $\text{FeCl}_{3(\text{aq})} + \text{KSCN}_{(\text{aq})} \rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_{3(\text{s})} + \text{KCl}_{(\text{aq})}$

$\text{Fe}(\text{SCN})_3$  è il solfocianuro ferrico o solfocianuro di  $\text{Fe}(\text{III})$

Note: i solfocianuri non sono tossici ma solo irritanti se a contatto con gli occhi o la pelle.

Evitare comunque il contatto tra i solfocianuri e acidi forti.

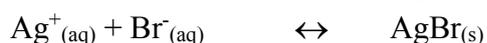
## 2) ALOGENI

Le soluzioni diluite dei sali dei metalli del I gruppo contenenti  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$  e  $\text{I}^-$ , come  $\text{NaCl}$ ,  $\text{KBr}$  e  $\text{KI}$  non sono visivamente distinguibili.

Tuttavia è possibile riconoscere e distinguere tra loro gli anioni  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$  e  $\text{I}^-$  perché in presenza dello ione  $\text{Ag}^+$  formano i composti poco solubili  $\text{AgCl}$ ,  $\text{AgBr}$  ed  $\text{AgI}$  rispettivamente, che hanno proprietà diverse, sia per il colore che per la reattività.

a) Prendere 3 provette e dopo aver messo in ciascuna di esse po' di acqua, aggiungere alcune gocce delle soluzioni di NaCl, KBr e KI. Mescolare. Osservare che le tre soluzioni sono incolori e indistinguibili. Come fare per distinguere tra loro i tre alogenuri? E' necessario sfruttare qualche reazione chimica che ne evidenzi un diverso comportamento.

Ad esempio si può effettuare l'esperienza qui sotto riportata. Aggiungere a ciascuna provetta 3/4 gocce della soluzione di AgNO<sub>3</sub>: si osserva nei tre casi la formazione di precipitato di diverso colore.



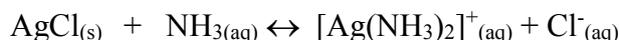
(che colori e che consistenza hanno i vari precipitati che si formano?)

Perché la provetta contenente lo ione I<sup>-</sup> si distingue nettamente dalle altre due?

b) Sotto cappa, aggiungere alle soluzioni alcune gocce di NH<sub>3</sub> 6 M e mescolare.

- **Attenzione.** Le soluzioni di NH<sub>3</sub>, anche se diluite, sono molto irritanti per gli occhi e per le vie respiratorie.

AgCl in presenza di NH<sub>3</sub> si scioglie per formazione dello ione complesso Ag<sup>+</sup> diammino secondo la reazione:



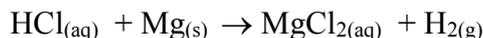
Verificare tale reazione anche sugli altri 2 precipitati. Si sciolgono?

### c) Verificare se sono presenti ioni Cl<sup>-</sup> nell'acqua di rubinetto

Mettere in una provetta un po' di acqua di rubinetto e aggiungervi qualche goccia della soluzione di AgNO<sub>3</sub>. La formazione di precipitato bianco o di un'opalescenza dimostra la formazione di AgCl e quindi prova la presenza di Cl<sup>-</sup> nell'acqua.

## 3) MAGNESIO

È un elemento dalle spiccate proprietà riducenti: metterne qualche truciolo in una provetta (non occorre aggiungere acqua) e coprirlo totalmente con qualche goccia di HCl: si nota la formazione di bolle di idrogeno ed il consumo di Mg secondo la reazione redox:

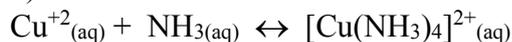


- **Attenzione** HCl, anche se diluito, è una sostanza pericolosa perché è corrosiva per gli occhi, le mucose, la pelle e gli indumenti. H<sub>2</sub> è molto infiammabile. Prestare particolare attenzione. Stare lontani dalle fonti di calore.

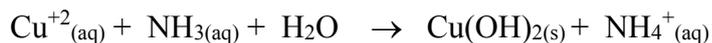
## 4) RAME

Mettere qualche goccia della soluzione 1) di CuSO<sub>4</sub> preparata precedentemente in una provetta ed aggiungere qualche goccia della soluzione di NH<sub>3</sub> 2M presente sul banco, senza agitare. Si osserva la formazione di 3 strati nell'ordine dall'alto in basso:

1) intensa colorazione blu dovuta alla formazione dello ione complesso [rame-tetrammino]<sup>2+</sup>.



2) precipitato bianco-azzurro dovuto alla formazione di Cu(OH)<sub>2(s)</sub>.

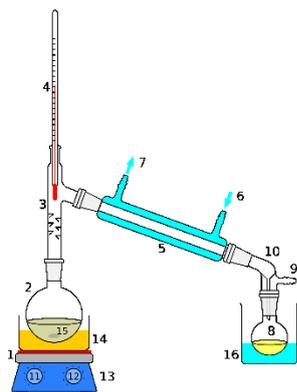


3)  $\text{CuSO}_4_{(\text{aq})}$  che non ha reagito perché il precipitato  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  forma un tappo che impedisce il contatto tra  $\text{CuSO}_4$  e  $\text{NH}_3$ .

### TERZA PARTE: ESPERIENZE COLLETTIVE EFFETTUATE DAI DOCENTI IN ALTERNATIVA

(A seconda del tempo a disposizione, queste esperienze possono essere condotte anche in date diverse)

#### DISTILLAZIONE



**Scopo:** montare e illustrare un'apparecchiatura in vetro per la distillazione dell'acqua adoperando parti diverse che si connettono con coni normalizzati.

#### ESPERIENZA DELLA FORMAZIONE DI 3 ALOGENI

**Scopo:** progettare razionalmente un'esperienza in cui si vuole osservare in sicurezza:

- 1) la formazione dei 3 alogeni  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{Br}_2$  e  $\text{I}_2$  a partire da  $\text{HCl}$  e dai sali  $\text{NaBr}$  e  $\text{NaI}$ .  
In tutti i 3 casi, i composti sono dissociati totalmente in acqua formando  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$  e  $\text{I}^-$ .
- 2) la capacità ossidante nella sequenza  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{Br}_2$  e  $\text{I}_2$
- 3) 4 reazioni di ossidoriduzione: la prima in ambiente acido, la seconda e la terza in ambiente neutro e una finale di disproporzione in ambiente basico.

**Attenzione norme di sicurezza:** soprattutto  $\text{Cl}_2$  (gas) e  $\text{Br}_2$  (molto volatile) sono classificati come sostanze particolarmente pericolose (T<sup>+</sup>, Xi, N, C: ovvero molto tossiche (anche mortali), irritanti, pericolose per l'ambiente, corrosive,...). Anche  $\text{I}_2$  e  $\text{KMnO}_4$ , sebbene ad un livello inferiore, sono classificati comunque come pericolosi. Attenzione: apparecchiatura in vetro: se si rompe le schegge possono essere molto taglienti.

Adoperare tutte le precauzioni del caso. Usare in minime quantità, usare tutti i DPI come occhiali e guanti di protezione, evitare contatto con occhi, vie respiratorie e pelle. Montare l'apparecchiatura sotto cappa aspirante. Non disperdere nell'ambiente. Per altre norme consultare le schede di sicurezza, ad esempio sul sito <https://www.sigmaldrich.com/italy.html>

Per produrre piccole quantità di alogeni  $\text{X}_2$  a partire dai loro ioni  $\text{X}^-$ , si può sfruttare le loro proprietà ossidoriduttive. (Non viene qui considerato  $\text{F}_2$  per la sua particolare aggressività e capacità di reagire col vetro).

**Apparecchiature e reattivi:** 3 palloni da reazione muniti di più colli smerigliati-normalizzati, una bottiglia di lavaggio di gas (ad es. una bottiglia di Drechsel), tappi e raccordi

normalizzati, porta tubi, tubi resistenti agli acidi e agli alogeni, pinze e morsetti vari, pinze di Keck, supporti.

HCl (conc.),  $\text{KMnO}_4$ , NaBr, NaI, NaOH, acqua.

### Esecuzione

Dopo aver montato accuratamente l'apparecchiatura sotto cappa, adoperando supporti, morsetti e pinze, introdurre nel primo pallone una piccola aliquota di  $\text{KMnO}_4$  solido. Introdurre nel secondo e terzo pallone rispettivamente una soluzione di NaBr e NaI. Introdurre nella bottiglia di Drechsel una soluzione concentrata di NaOH (o KOH in alternativa).

Collegare i recipienti con i tubi.

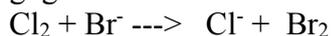
Assicurarsi della tenuta di tutti i tappi e i raccordi tramite un velo di grasso da vuoto e pinze di Keck o elastici in alternativa. Controllare la stabilità di tutta l'apparecchiatura.

Infine, nell'imbuto gocciolatore, collegato al primo pallone, mettere del HCl (concentrato: attenzione, volatile, molto tossico e corrosivo, provoca irritazioni molto pericolose).

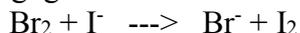
Osservare l'attrezzatura.

All'apertura del rubinetto dell'imbuto gocciolatore, nel pallone 1 si forma  $\text{Cl}_2$ , per la reazione redox (da bil.)  $\text{MnO}_4^- + \text{H}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{Mn}^{2+} + \text{Cl}_2$

I vapori di  $\text{Cl}_2$  vengono fatti gorgogliare nella soluzione contenuta nel pallone 2 ove si forma  $\text{Br}_2$



I vapori di  $\text{Br}_2$  vengono fatti gorgogliare nella soluzione contenuta nel pallone 3 ove si forma  $\text{I}_2$



Nell'ultimo recipiente vengono neutralizzati i residui di HCl,  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{Br}_2$  e  $\text{I}_2$  trasformandoli in sali in soluzione:



$\text{Cl}_2 + \text{NaOH} \rightarrow \text{NaCl} + \text{NaClO}_3$  (disproporzione: allo stesso modo si comportano anche gli altri 2 alogeni)

Alcune reazioni sono da bilanciare.

Osservare il diverso stato di aggregazione degli alogeni.



Questa è solo una foto dimostrativa di come si deve montare l'apparecchiatura per la produzione degli alogeni e **nella quale l'esperienza non è ancora in corso.**

Infatti l'apparecchiatura va obbligatoriamente posta sotto cappa e l'operatore deve indossare i DPI.