

Determinazione del ferro e del rame in un euro cent

Materiale occorrente:

- un becher da 400 ml;
- un imbuto;
- un filtro a fascia nera o bianca Schleicher e Schull o Whatman 41;
- un agitatore riscaldante;
- un crogiolo d'acciaio;
- un treppiedi con triangolo;
- un becco Bunsen;
- una bilancia analitica (sensibilità 0,0001 g).

Reattivi:

- idrossido d'ammonio (NH_4OH)    Indicazioni di pericolo: H314 - 335 - 400. Consigli di prudenza: P261 - 273 - 280 - 305+351+338;
- nitrato d'ammonio (NH_4NO_3)  Indicazioni di pericolo: H272. Consigli di prudenza: P210;
- EDTA ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2$) sale disodico solido puro per analisi RPE   Indicazioni di pericolo H332-373. Consigli di prudenza: P261 - 271-304+340 - 312 - 314;
- indicatore acido calconcarbonico o calcon ($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{O}$)  Indicazioni di pericolo: H302 - 319 - 335. Consigli di prudenza: P261 - 305+351+338;
- acqua distillata.

Potenziali pericoli:

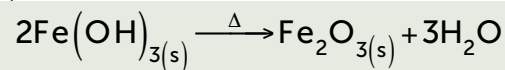
- **vista la pericolosità dei reattivi lavorare sotto cappa, indossando i dispositivi di sicurezza!**

Principio

Trattando la soluzione di nitrato ferrico [$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$] con idrossido di ammonio (NH_4OH) si ottiene un precipitato rosso bruno di idrossido ferrico [$\text{Fe}(\text{OH})_3$]:



Il precipitato di idrossido ferrico [$\text{Fe}(\text{OH})_3$] si lava, si filtra, si calcina e si pesa come ossido ferrico (Fe_2O_3):



Metodica

Si prelevano 50 ml della soluzione realizzata nell'**estensione online «Dissoluzione di un euro cent»** con una pipetta a due tacche da 50 ml. Il volume così prelevato si introduce in un becher da 400 ml e si aggiungono 100 ml di acqua distillata.

Ferro

Si riscalda il becher con una piastra riscaldante e, quando la soluzione comincia a bollire, si aggiungono 30 ml di soluzione al 30% di idrossido di ammonio (NH_4OH).

Attenzione: l'operazione deve avvenire tassativamente sotto cappa poiché l'ammoniaca (NH_3) che si produce è un gas tossico!

L'ammoniaca comunque viene allontanata dal calore e quindi non vi è nessun pericolo alla fine della reazione. Si noterà a un certo punto la formazione di un precipitato gelatinoso di idrossido ferrico [$\text{Fe}(\text{OH})_3$]. Si continua ad aggiungere idrossido di ammonio fino a che non si nota più la produzione di precipitato di idrossido ferrico (FIGURA 1).

Il precipitato viene fatto decantare nel becher in posizione inclinata.

Nel frattempo si prepara l'apparato di filtrazione a pressione ridotta (FIGURA 2) composto da una beuta codata, un tubo di gomma, una pompa ad acqua, un tappo di gomma, un imbuto e un filtro a fascia nera o bianca Schleicher e Schull o Whatman 41.

Si aziona la pompa ad acqua e si filtra solamente il liquido sovrastante il precipitato. Si lava il precipitato aggiungendo tre volte aliquote da 50 millilitri di soluzione al 5% di nitrato di ammonio (NH_4NO_3) bollente, filtrando sempre le acque di lavaggio. Successivamente si trasporta tutto il precipitato sul filtro aiutandosi con la bacchetta di vetro. Si pulisce il becher strofinandone le pareti con dei pezzi di carta da filtro (aiutandosi con la bacchetta di vetro), fino a che non è completamente pulito. I pezzetti di carta da filtro vengono raccolti sul filtro. Si misura la massa di un crogiolo di acciaio ponendolo in stufa a 110°C per 2 ore e raffreddandolo in essiccatore. Si ripete l'operazione più volte fino a che l'ultima pesata del crogiolo non diverge dalla penultima più di 0,0004 grammi. Si annota la massa del crogiolo vuoto ($M_{\text{crog.vuoto}}$) sul quaderno di laboratorio. Si pone il filtro col precipitato ancora umido all'interno di un crogiolo d'acciaio e si posiziona quest'ultimo, in posizione inclinata, sopra un triangolo sulla fiamma bassa di un Bunsen. Quando la carta del filtro è completamente bruciata si posiziona il crogiolo in posizione verticale e si porta la fiamma al massimo della temperatura (FIGURA 3).



FIGURA 1 Precipitazione dell'idrossido ferrico



FIGURA 2 Filtrazione dell'idrossido ferrico



FIGURA 3 Calcinazione dell'idrossido ferrico

Quando la calcinazione è completata si fa raffreddare il crogiolo in essiccatore. Quando il crogiolo si è raffreddato si pesa con una bilancia analitica fino a peso costante ($M_{\text{crog.pieno}}$). Ricordiamo che il peso si ritiene costante quando, successivamente a riscaldamento su Bunsen e raffreddamento in essiccatore, la massa tra una pesata e un'altra non diverge più di 0,0004 g.

La massa dell'ossido ferrico (M_{FeOX}) si calcola con la seguente relazione:

$$M_{\text{FeOX}} = M_{\text{crog.pieno}} - M_{\text{crog.vuoto}}$$

Il risultato va annotato sul quaderno di laboratorio.

Rame

La soluzione che rimane nella beuta codata è una soluzione basica di ione rameico. La si travasa in un becher da 800 ml, avendo cura di lavare la beuta codata più volte e riunendo le acque di lavaggio nel becher. Si aggiunge alla soluzione una punta di spatola

di indicatore metallo-cromico acido calcon-carbonico (miscela all'1% in cloruro di sodio) ottenendo una soluzione rosa. Nel frattempo si condiziona una buretta da 50 millilitri con una soluzione standardizzata di EDTANa_2 0,01 M. Successivamente la buretta viene riempita e azzerata. Si introduce nel becher con la soluzione di ioni rameici un'ancoretta magnetica, e lo si pone su un agitatore (FIGURA 4).

Si comincia ad aggiungere lentamente (massimo due gocce al secondo) la soluzione di EDTANa_2 0,01 M fino a che la soluzione vira dal rosa all'azzurro (FIGURA 5). Si registra il valore in millilitri del volume equivalente (V_{eq}) e si procede con i calcoli.



FIGURA 4 Titolazione del rame prima del punto di viraggio



FIGURA 5 Titolazione del rame al punto di viraggio

Calcoli

La massa del ferro si calcola con la seguente relazione:

$$M_{\text{Fe}} = M_{\text{FeOX}} \cdot 0,6994$$

La percentuale di ferro nella moneta si calcola con la seguente relazione:

$$\% \text{Fe} = (M_{\text{Fe}} \cdot 100) / M_{\epsilon}$$

La massa del rame si calcola con la seguente relazione:

$$M_{\text{Cu}} = V_{\text{eq}} \cdot 6,355 \cdot 10^{-3}$$

La percentuale di rame nella moneta si calcola con la seguente relazione:

$$\% \text{Cu} = (M_{\text{Cu}} \cdot 100) / M_{\epsilon}$$