









Dosaggio dei solfati

Materiale occorrente:

- una pipetta graduata;
- due becher da 400 ml;
- due bacchette di vetro;
- una piastra riscaldante;
- un apparato per la filtrazione a pressione ridotta;
- un crogiolo munito di tappo;
- un essiccatore;
- una pinza;
- un becco bunsen;
- una bilancia analitica (sensibilità 0,001g).

Reattivi:

- solfato di zinco (ZnSO_4)    Indicazioni di pericolo: H302 - 318 - 410. Consigli di prudenza: P280 - 273 - 305+351+338 - 501;
- cloruro di bario (BaCl_2)  Indicazioni di pericolo: H332 - 301. Consigli di prudenza: P301 + 310;
- acido cloridrico (HCl)   Indicazioni di pericolo: H290 - 314 - 335. Consigli di prudenza: P280 - 303 + 361 + 353 - 305+351+338 - 310;
- nitrato d'argento (AgNO_3)    Indicazioni di pericolo: H272 - 314 - 410. Consigli di prudenza: P273 - 280 - 301+330+331 - 305+351+338 - 309+310;
- acqua distillata.

Potenziali pericoli:

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

Principio

Il principio della conservazione della massa (**Lavoisier, 1774**) afferma che la materia non si crea e non si distrugge, ma si trasforma. Nella pratica questo significa che in una reazione chimica la somma delle masse dei reagenti è uguale alla somma delle masse dei prodotti di reazione. Per dimostrare il principio ci serviremo di una reazione chimica con formazione di un precipitato e misura della sua massa. Se facciamo reagire il solfato di zinco (ZnSO_4) con il cloruro di bario (BaCl_2) in ambiente acido per acido cloridrico (HCl), si ha la formazione di un precipitato di solfato di bario [$\text{BaSO}_{4(s)}$] e cloruro di zinco (ZnCl_2):

	ZnSO_4	+	BaCl_2	→	$\text{BaSO}_{4(s)}$	+	ZnCl_2
Massa (g)	0,500				0,723		
Massa molecolare (g/mol)	161,44				233,39		
Moli (mol)	0,003097				0,003097		

Dalla tabella si evince che facendo reagire 0,500 grammi di solfato di zinco (ZnSO_4) si ottengono 0,723 grammi di solfato di bario [$\text{BaSO}_{4(s)}$]. La determinazione sperimentale della massa del solfato di bario [$\text{BaSO}_{4(s)}$] dimostrerà la validità del principio di Lavoisier.

Metodica

Si pesano 0,500 grammi di solfato di zinco (ZnSO_4) anidro con una bilancia analitica. Si pongono in un becher e si aggiungono 100 ml di acqua distillata e 5 ml di soluzione 2M di acido cloridrico (HCl). Si agita con una bacchetta di vetro fino a completa dissoluzione del sale. Una volta che il sale è disciolto si porta all'ebollizione la soluzione su una piastra riscaldante e si aggiungono 10 ml di

soluzione di cloruro di bario (BaCl_2) 0,5 M. Si aggiunge un eccesso di soluzione 0,5 M di BaCl_2 fino a che non si ha più la precipitazione di BaSO_4 . Si noterà la formazione di un precipitato cristallino di solfato di bario [$\text{BaSO}_{4(s)}$]. Si fa bollire per due ore aggiungendo di tanto in tanto acqua distillata per compensare l'acqua persa per evaporazione. In questa fase, chiamata «digestione», i cristalli di solfato di bario [$\text{BaSO}_{4(s)}$] accrescono le loro dimensioni migliorando le condizioni per la successiva filtrazione.

Completata la fase di digestione (FIGURA 2) si fa decantare il precipitato in modo che sedimenti al fondo del becher. Per migliorare la sedimentazione si inclina il becher (FIGURA 3) facendovi raccogliere il precipitato in un angolo del fondo.



FIGURA 1 Reazione tra solfato di zinco (ZnSO_4) e cloruro di bario (BaCl_2) in ambiente acido



FIGURA 2 La digestione del precipitato



FIGURA 3 La decantazione del precipitato

Nel frattempo si prepara l'apparato di filtrazione a pressione ridotta. Per la filtrazione si usano filtri a filtrazione lenta tipo:

- Schleicher e Schull fascia azzurra-589/3;
- Whatman 40;
- Green 803.

Una volta che il precipitato è sedimentato si filtra il liquido surnatante, facendo attenzione a non versare il precipitato che deve essere lavato. L'operazione di **lavaggio** consente all'analista di rimuovere tutte le sostanze estranee al precipitato purificandolo. Il lavaggio si effettua con aliquote di 20 ml di acqua distillata, facendo sedimentare e filtrando sempre il liquido surnatante. Si effettuano tanti lavaggi fino a che il filtrato è negativo al saggio alla tocca con una soluzione diluita di nitrato d'argento (AgNO_3). Il saggio rivela la presenza di cloruri (Cl^-) che, col nitrato d'argento (AgNO_3), danno un precipitato bianco caseoso di AgCl :

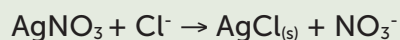


FIGURA 4 Inizio della filtrazione



FIGURA 5 Trasferimento del precipitato sul filtro

Quando il filtrato non intorbida più la soluzione diluita di nitrato d'argento (AgNO_3) abbiamo la prova che il precipitato di solfato di bario [$\text{BaSO}_{4(s)}$] è stato purificato. A questo punto si veicola tutto il precipitato nel filtro (FIGURA 4) aiutandosi con la spruzzetta (FIGURA 5). Bisogna fare molta attenzione a trasferire tutto il precipitato nel filtro!

Nel frattempo che il liquido presente nel filtro fuoriesce, si porta a peso costante il crogiolo munito di tappo. Per fare questa operazione il crogiolo ben pulito e sgrassato viene posto in stufa a 110°C per due ore. Dopo questo tempo viene fatto raffreddare in essiccatore e pesato. Si annota la massa del crogiolo e del suo tappo.

Si ripete l'operazione fino a quando il peso del crogiolo e del tappo sono costanti, ossia le due pesate successive non variano di quattro unità alla quarta cifra decimale. Indichiamo con M_{crogiolo} la massa misurata del crogiolo e del suo tappo.

Quando il filtrato è completamente fuoriuscito dal filtro, lo si asciuga ponendolo in stufa per un'ora. Una volta che il filtro è asciutto lo si piega e lo si pone all'interno del crogiolo (FIGURA 6). Si posiziona il crogiolo aperto in posizione obliqua nel supporto (FIGURA 6) per far sì che entri più aria al suo interno. L'operazione favorisce la combustione della carta del filtro. Si accende il becco Bunsen e si fa bruciare la carta a fiamma bassa (FIGURA 6).

Quando la carta è stata completamente bruciata si pone il crogiolo, con una pinza, in posizione verticale (FIGURA 7), si copre con il tappo e si alza la fiamma. Questa operazione viene detta «**calcinazione**».



FIGURA 6 Inizio della calcinazione



FIGURA 7 Fine della calcinazione

Quando la calcinazione è terminata si fa raffreddare il crogiolo tappato in essiccatore. Una volta raffreddato, si pesa il crogiolo con all'interno il solfato di bario (BaSO_4). Si ripete l'operazione fatta col crogiolo vuoto finché non si determina il peso costante del crogiolo pieno (M_{tot}). Per la determinazione del peso costante del crogiolo pieno lo si scalda con il becco Bunsen e non con la stufa. Per determinare la massa di solfato di bario (BaSO_4) ci serviamo della seguente relazione matematica:

$$M_{\text{BaSO}_4} = M_{\text{tot}} - M_{\text{crogiolo}}$$

Note

L'esperimento ha lo scopo di dimostrare che è avvenuta una reazione chimica e che durante lo svolgimento della stessa la massa non varia. La reazione avviene e prova di ciò è la formazione del precipitato di solfato di bario (BaSO_4). Misurando la massa di questo precipitato e confrontandola con la massa teorica calcolata con la tabella stechiometrica si dimostra il principio di conservazione della massa di Lavoisier. Perché l'esperimento riesca è necessario che la differenza massima tra la massa teorica e quella sperimentale del precipitato sia di pochi millesimi di grammo.