

La materia: metodi di separazione delle fasi

Materiali occorrenti:

Iodio bisublimato - Solfato di rame pentaidrato - Idrossido di bario sol. 0.1 M - Bicromato di potassio - Acido solforico diluito - Tetracloruro di carbonio - Pallone codato - Refrigerante - Termometro con scala 0-200 °C - Imbuto separatore - Filtri - Tubi in gomma rossa - Bunsen - Vetreria e sostegni.

Richiami teorici:

La **materia** è tutto ciò che possiede una *massa* (quantità di materia), un *volume* (spazio occupato) ed una *energia* (resistenza al cambiamento dello stato di quiete o di moto). Particolari porzioni di materia uniforme, che sia possibile isolare dall'ambiente circostante sono detti **sistemi**; dal punto di vista tecnico i sistemi possono essere definiti **materiali**.

Una porzione del sistema che sia possibile limitare e che mantenga in ogni suo punto identiche proprietà fisiche è della **fase**.

Dal punto di vista fisico un sistema costituito da una sola fase è detto **sistema omogeneo**; se costituito da due o più fasi è definito **sistema eterogeneo**. Le fasi possono essere, allo stesso tempo, chimicamente uguali e fisicamente diverse, come nel caso del miscuglio acqua-ghiaccio; al contrario un sistema può essere fisicamente omogeneo e chimicamente eterogeneo (es. le soluzioni).

Porzioni di materia che abbiano composizione chimica costante sono dette **sostanze pure**; sono sostanze pure gli *elementi chimici* ed i *composti*.

Miscelanze di sostanze pure diverse formano i **miscugli** (**miscela**); le sostanze formanti i miscugli possono trovarsi nello stesso stato di aggregazione o in stati di aggregazione diversi. Si distinguono miscugli eterogenei e miscugli omogenei.

I **miscugli eterogenei** presentano i componenti distinguibili in due o più fasi, in rapporti massali altamente variabili e che mantengono le caratteristiche originarie. I miscugli eterogenei formati da solidi e da liquidi sono detti **sospensioni** (es. latte, acqua-fango); quelli costituiti da liquidi non miscibili si chiamano **emulsioni** (es. acqua-olio, acqua-benzina).

I **miscugli omogenei**, comunemente detti **soluzioni**, hanno i componenti non più distinguibili, in quanto mescolati anche su scala atomica, che pur mantengono inalterate molte delle proprietà originarie.

La separazione dei componenti è molto più semplice nel caso dei *miscugli eterogenei*, per i quali sono sufficienti metodi semplici quali la **decantazione**, la **filtrazione** o la **centrifugazione** basati sulla diversa dimensione, stato fisico e densità dei componenti.

Nel caso dei miscugli omogenei è necessario utilizzare metodiche più impegnative quali l'**evaporazione del solvente**, la **distillazione**, entrambe basate sulla differente volatilità dei componenti, l'**estrazione con solvente**, basata sulla maggiore affinità di quest'ultimo con un componente della miscela, o la **cromatografia**, basata sulla differente velocità con cui un solvente trasporta, per azione capillare attraverso un strato di materiale inerte, i vari componenti della miscela.

Esecuzione dell'esperienza:

Parte prima: cristallizzazione di un sale:

In un becker da 250 mL si versano 100 mL circa di *acqua* distillata; in essa si mettono 60 g di *solfato di rame* pentaidrato commerciale, $CuSO_4 \times 5H_2O$, ridotto in minuti cristalli in un mortaio. Si agita con una bacchetta di vetro per favorire la solubilizzazione e si pone il becker su un treppiede con reticella ceramica sotto il quale si accende un bunsen. Si riscalda blandamente fino a circa 60 °C con continua agitazione e fino a totale solubilizzazione del sale; si continua, quindi, il riscaldamento, a temperatura non superiore ad 80 °C, fino a riduzione del volume ad 1/3. Si toglie il becker dal fuoco e lo si ripone in luogo tranquillo; dopo circa 15 minuti di raffreddamento si nota il depositarsi di cristalli azzurri sul fondo. Si toglie, quindi, con cautela la soluzione eccedente e si lascia essiccare per 24 ore. Dopo l'essiccazione si potrà osservare la perfetta struttura dei cristalli.

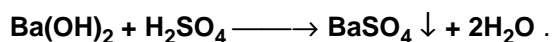
In alternativa, o a complemento, è possibile coltivare nella soluzione soprassatura preparata un germe cristallino; all'uopo si lega un cristallo regolare di circa 1.5 cm di dimensioni con un filo sottile e lo si sospende ad una bacchetta di vetro, posta trasversalmente alla bocca del becker, in modo che sia immerso

nella soluzione senza toccare né fondo né pareti. In poche ore il germe si accrescerà secondo la sua struttura cristallina.

Parte seconda: separazione meccanica di un solido da un liquido:

La separazione meccanica di un solido da un liquido, ad esempio di un precipitato in acqua, può essere effettuata in vari modi. I più consueti sono la *decantazione*, la *filtrazione* e la *centrifugazione*.

In tutte le metodiche si può usare un precipitato preparato, ad es. con la reazione:



Si versano in 2 provette ed in una provetta da centrifuga 5 mL circa di *idrossido di bario* sol. 0.1M ed a ciascuna si aggiungono 5 o 6 gocce di *acido solforico* diluito; immediatamente si forma il precipitato biancastro di *solfato di bario*.

Decantazione: si pone una delle due provette in un portaprovette e dopo pochi minuti può osservarsi il deposito per gravità del precipitato sul fondo e lo schiarimento dell'acqua. Il soprannatante può essere rimosso aspirandolo con una pipetta.

Filtrazione: si prepara un filtro rotondo piegandolo i quattro e lo si dispone in un imbuto; si bagna la carta facendola aderire perfettamente alle pareti dell'imbuto e si mette quest'ultimo su idoneo sostegno, sotto il quale è posto un beckerino. Si agita la seconda delle provette per rimescolare il precipitato e l'acqua e si versa il tutto nell'imbuto; in pochi minuti la filtrazione ha termine, per cui si rimuove il filtro, lo si apre e lo si pone ad essiccare in stufa o in luogo riparato ed asciutto. Al termine di questa operazione si recupera il precipitato di solfato di bario perfettamente asciutto.

E' possibile, eventualmente, effettuare l'operazione utilizzando un filtro a pieghe che ha il vantaggio di una maggior rapidità di filtrazione.

Centrifugazione: si prende la provetta da centrifuga, la si agita per mescolare il precipitato alla fase acquosa e la si pone in uno dei fori della centrifuga; nel foro opposto si pone una provetta con acqua per bilanciare il cestello. Si accende l'apparecchio e lo si fa girare per circa 20 secondi; lo si spegne, si attende che il cestello si fermi e si estrae la provetta. Si osserva il precipitato ben depositato sul fondo.

Parte terza: estrazione con solvente:

In 50 mL di acqua distillata, versati in un becker, si fanno sciogliere pochi cristalli di *iodio*, fino a formazione di una soluzione debolmente gialla. Si versa la soluzione, trattenendo eventuali cristalli non sciolti, in un imbuto separatore da 250 mL, col rubinetto chiuso, e si aggiungono 30/40 mL di *tetracloruro di carbonio*. Si tappa l'imbuto, si agita con vigore per alcuni secondi e si pone l'apparecchio su idoneo sostegno. Subito si nota che il tetracloruro di carbonio si colora di viola, mentre l'acqua tende a schiarirsi. Il CCl_4 è, infatti, un solvente selettivo per lo iodio per cui lo sequestra all'acqua. A causa della immiscibilità dei due liquidi e della maggior densità del tetracloruro ($d=1.59$), le due fasi risulteranno ben distinte, lo strato inferiore il tetracloruro e quello superiore l'acqua. Si lascia riposare per alcuni minuti e si procede, quindi, al gocciolamento del tetracloruro di carbonio attraverso il rubinetto inferiore. L'estrazione dovrebbe essere ripetuta più volte con solvente fresco.

Nota operativa: in mancanza di tetracloruro di carbonio si può utilizzare del *benzene* o, al limite, della *benzina*, con l'avvertenza che per la loro minore densità le fasi risulteranno invertite.

Parte quarta: distillazione:

Si monta il sistema di distillazione collegando il pallone codato al refrigerante in modo opportuno. Si fissa il tutto a due supporti con pinze e si pone il pallone sul treppiede del bunsen, avendo cura di interporre una reticella amiantata. Si collega al beccuccio inferiore del refrigerante il tubo di carico dell'acqua ed a quello superiore il tubo di scarico; si connettono detti tubi al sistema idrico del laboratorio facendo scorrere un piccolo flusso d'acqua fredda. Si verifica la stabilità dell'impianto.

Si pongono nel pallone, utilizzando un imbuto adeguato, circa 200 mL di *acqua* nella quale è stata precedentemente sciolta una punta di spatola di *bicromato di potassio*. Si aggiungono alla soluzione una decina di palline di vetro per favorire il rimescolamento durante l'ebollizione.

Dopo questa operazione si tappa il foro del pallone con un tappo in gomma nel quale è stato inserito il termometro, avendo cura di far giungere il bulbo dello stesso all'altezza della codatura.

Si pone una beuta all'uscita del refrigerante per raccogliere il distillato e si colloca il bunsen sotto il treppiede, accendendo la fiamma.

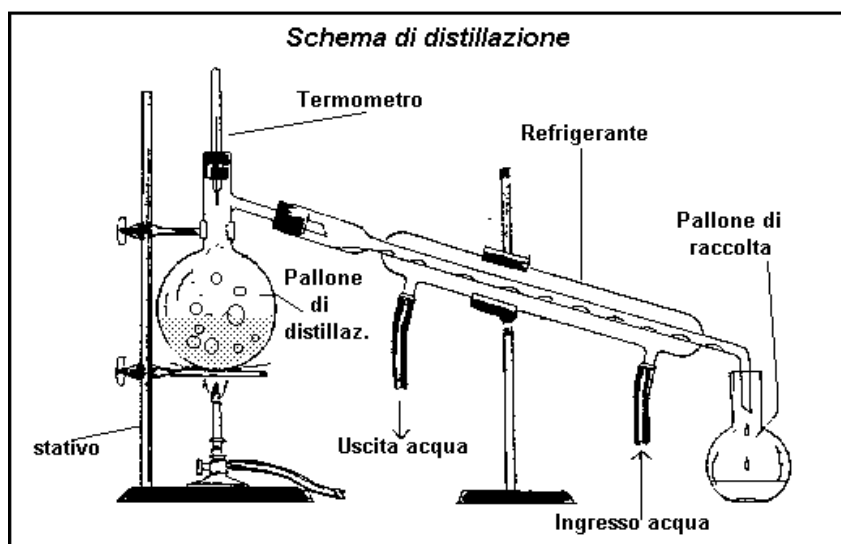
Dopo alcuni minuti la soluzione giunge al punto di ebollizione; è possibile leggere sul termometro un valore di temperatura di **100 °C** (± 1 °C).

Il vapor d'acqua inizia a condensarsi sul refrigerante e, quindi a cadere nella beuta, sotto forma di acqua distillata del tutto incolore.

La distillazione ha provocato la separazione del soluto $K_2Cr_2O_7$ dal solvente *acqua*.

Continuando nella distillazione si osserva un progressivo inscurimento della soluzione ancora da distillare per l'ovvio aumento di concentrazione del soluto.

Portando ad estreme conseguenze l'operazione con la distillazione di tutto il solvente acqua, nel pallone non resteranno che cristalli di bicromato di potassio.



Nota operativa: in luogo del bicromato di potassio può essere utilizzato un qualsiasi sale che dia soluzione colorata (es. *sali di rame*, *sali di ferro II*). Si sconsiglia l'uso del *permanganato di potassio* in quanto i suoi residui possono incrostare il pallone e sono difficili da eliminare.