

Laboratorio di Chimica Generale
Laurea Triennale in Scienze e Tecnologie per l'Ambiente e la Natura

Esperienza n°1
DETERMINAZIONE DELLA STECHIOMETRIA
DI UNA REAZIONE REDOX

La determinazione della stechiometria di una reazione può essere effettuata seguendo il suo progredire tramite la misura strumentale di diversi parametri chimici o fisici. Tra questi, vanno ricordati:

- temperatura
- pH
- formazione di un composto poco solubile (pesabile)
- colore (determinato dall'assorbimento della luce ad una determinata lunghezza d'onda)
- conducibilità elettrica della soluzione

La misura della temperatura del sistema è certamente la tecnica più semplice. Tale possibilità di basa sul fatto che ogni reazione chimica libera o assorbe calore. Le reazioni chimiche che liberano calore si dicono **esotermiche** mentre quelle che assorbono calore si dicono **endotermiche**. Si avrà un rilascio (o assorbimento) di calore nel caso in cui si vadano a formare (o consumare) composti estremamente stabili.

Il calore associato ad una reazione viene espresso in kJ/mol (o kcal/mol) con riferimento all'energia rilasciata / assorbita rispetto ad una mole di uno dei reagenti.

Quando vengono mescolati dei reagenti, il calore rilasciato dalla reazione chimica va a scaldare l'ambiente (la zona di spazio in cui la reazione avviene). Il progredire della reazione, così come lo sviluppo / assorbimento di calore, verrà bloccato all'esaurimento del **reagente limitante**. Pertanto, la massima variazione di temperatura verrà osservata quando i reagenti vengono mescolati in rapporto pari al rapporto stechiometrico della reazione considerata.

In laboratorio

In un matraccio da 100 mL, preparare una soluzione contenente $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.5M e NaOH 1.1M. Per prima cosa, calcolare le quantità necessarie dei due composti. In un becker da 50–100 mL, pesare **esattamente circa** le quantità necessarie, ponendoli entrambi nello stesso becker. Per $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ è opportuno usare una bilancia analitica ed effettuare la pesata nel modo più accurato possibile (cioè vicino al valore teorico). Per NaOH, è sufficiente impiegare una bilancia tecnica: fino al 20% di NaOH in eccesso non compromette l'esito dell'esperimento. **Attenzione!!! NaOH e' una base forte, molto corrosiva (soprattutto sciolta in acqua, o comunque se i grani sono un po' bagnati). Indossare guanti, e dopo manipolazione attenzione a non toccarsi gli occhi.**

Aggiungere quindi 30–40 mL di acqua alla miscela dei due composti (utilizzare un cilindro per prelevare l'acqua necessaria). Mescolare con una bacchetta di vetro finché tutto si è sciolto (possono essere necessari diversi minuti). **Fare molta attenzione in quanto la dissoluzione di NaOH è una reazione fortemente esotermica!!!**

Una volta sciolti i composti, travasare la soluzione nel matraccio da 100 mL, lavare il becker con piccole porzioni di acqua e riunire tutte le aliquote nel matraccio, facendo attenzione a non superare la tacca del matraccio. Agitare il matraccio per omogeneizzare la soluzione. Aspettare che la soluzione sia a temperatura ambiente, poi portare a volume fino alla tacca del matraccio.

Avvinare la buretta con la soluzione appena preparata: con un imbuto, travasare pochi millilitri di soluzione nella buretta, avvinare tutte le pareti interne e buttare via la soluzione; quindi riempire la buretta, eliminare la bolla che si forma nella punta ed azzerare la buretta, ponendo il livello della doppia freccia sullo zero. Fare attenzione a togliere l'imbuto prima di azzerare la buretta.

Prelevare approssimativamente 130 mL della soluzione di $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ 0.5M già pronta. Fare attenzione a conservare e manipolare la soluzione di $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ il più possibile sotto cappa.

In un becker da 50–100 mL, mescolare le due soluzioni in diversi rapporti secondo la tabella seguente, in modo tale che il volume totale sia sempre di 30 mL. Le aliquote di soluzione di $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ 0.5M vanno prelevate con un cilindro da 50 mL mentre quelle di soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.5M e NaOH 1.1M vengono erogate con la buretta.

NOTA: dividersi in coppia. Il primo studente sarà incaricato di misurare la variazione di T delle prime quattro mescole (verdi e grigio) il secondo delle ultime quattro mescole (azzurre e grigio)

V $\text{Ca}(\text{ClO})_2$	V $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{NaOH}$
5.0	25.0
10.0	20.0
15.0	15.0
20.0	10.0
22.5	7.5
25.0	5.0
27.5	2.5

Per ogni mescola, misurare l'aumento di temperatura del sistema dovuto alla reazione chimica tra i composti. Questo va fatto secondo la seguente procedura:

1. nel becker da 50–100 mL pulito e asciutto, porre il componente con il volume maggiore;
2. misurare la temperatura di questa soluzione ed assumerla come temperatura iniziale, registrandola sul quaderno;
3. trasferire in un becker da 25 mL pulito e asciutto il componente con volume minore;
4. aggiungere il più rapidamente possibile il secondo componente, agitando **con attenzione** usando il termometro;
5. osservare e registrare sul quaderno l'innalzamento della temperatura e registrare il valore massimo che verrà raggiunto. Riportare la seguente tabella nella relazione relativa all'esperienza

V $\text{Ca}(\text{ClO})_2$	V $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	T _{iniziale} (°C)	T _{finale} (°C)	ΔT (°C)

--	--	--	--	--

Osservare e riportare nella relazione cosa avviene durante la reazione tra $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ e $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ in presenza di NaOH : cambio di colore, formazione di un precipitato ecc.

Calcolare le differenze di temperatura rilevate durante ogni prova e riportare i valori in grafico in funzione del volume impiegato di soluzione di $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ 0.5M. Considerando che le soluzioni di $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ e $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hanno la stessa concentrazione, il rapporto dei volumi corrispondente al maggior aumento di temperatura sarà anche il rapporto stechiometrico tra i due reagenti coinvolti nella reazione redox.

Considerazioni e domande

1. Perché si misura la temperatura del reagente in volume maggiore? Perché è necessario aggiungere rapidamente il secondo reagente?
2. Riportare in un grafico ΔT contro $V \text{Ca}(\text{ClO})_2$. Fare attenzione a usare una **scala lineare** sia per la temperatura che per il volume di soluzione. Dal grafico dedurre il volume di $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ corrispondente alle condizioni stechiometriche. Quante moli di ciascun reagente sono state utilizzate nel punto massimo della curva? Utilizzare il rapporto stechiometrico trovato per i calcoli successivi (punto 4).
3. Lo ione ipoclorito ClO^- viene ridotto a ione cloruro Cl^- . Lo ione tiosolfato $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ può invece venir ossidato a solfito SO_3^{2-} , a solfato SO_4^{2-} oppure a tetrationato $\text{S}_4\text{O}_6^{2-}$. Tutte queste reazioni sono possibili. Per individuare quale reazione avviene, bilanciare ciascuna delle 3 reazioni redox in forma molecolare (non in forma ionica). Per abbinare cationi ed anioni tra i prodotti, considerare che ognuno dei possibili prodotti di ossidazione del tiosolfato produce un sale insolubile in presenza di ioni Ca^{2+} .
4. Sulla base del rapporto stechiometrico per la reazione tra $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ e $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ in ambiente basico individuato sperimentalmente e delle reazioni bilanciate in precedenza, individuare quale reazione ha effettivamente luogo.
5. Per ognuna delle mescole realizzate, individuare il reagente limitante.
6. Sulla base della reazione individuata, suggerire quale possa essere il prodotto responsabile dell'opalescenza osservata.

Smaltimento dei rifiuti

Verificare, sulle schede di sicurezza allegate, la pericolosità dei composti impiegati: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ e NaOH .

Tutte le miscele ottenute dopo reazione e tutte le soluzioni avanzate al termine dell'esperienza vanno raccolte nelle bottiglie per la raccolta di soluzioni contenenti metalli pesanti.

Reattivi

- $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ 0.5M preparato a partire $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ 65% (grado di purezza: tecnico).
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ anidro (158.11 g/mol)
- NaOH (40.00 g/mol)

Vetreteria / Strumenti

- Bilance analitica e tecnica
- Spatole

- Beakers da 50 e 100 mL
- Burette
- Cilindro da 25 o 50 mL

- Matraccio 100 mL
- Imbuto di vetro
- Termometro in vetro

Linee guida per la preparazione della relazione relativa all'esperienza:

La relazione relativa all'esperienza portata a termine in laboratorio deve essere presentata al docente entro la successiva lezione pratica in laboratorio. La relazione deve essere scritta su foglio protocollo, con una scrittura leggibile, oppure scritta a computer su fogli bianchi. La relazione deve essere consegnata in formato cartaceo; non verranno accettate relazioni inviate via email.

Seguire OBBLIGATORIAMENTE il seguente schema per la preparazione della relazione:

Nome Cognome	Data	Corso di laurea
---------------------	-------------	------------------------

1. **Titolo dell'esperienza**
2. **Obiettivo dell'esperienza** (5-10 righe): Indicare cosa si vuole dimostrare nell'esperienza portata a termine. Cosa si vuole determinare? Quale (o quali) valore costituisce il risultato dell'esperimento?
3. **Principio teorico** (15-30 righe): Breve riassunto dei principi teorici che si intendono dimostrare nell'esperienza.
4. **Materiale utilizzato**: Indicare tutto il materiale utilizzato in laboratorio, dividendo vetreria, strumentazione e reagenti chimici. Per i reagenti chimici utilizzati indicare le frasi H e P riportate sulle confezioni disponibili in laboratorio, indicando sia la frase che il numero.
5. **Procedura**: Riportare una breve descrizione della procedura sperimentale **effettivamente seguita**. Utilizzare un linguaggio impersonale per indicare le operazioni fatte. La procedura deve contenere tutti i dettagli necessari (pesate e prelievi con cifre significative, ecc.), ma non i dettagli inutili che tutti dovrebbero conoscere (esempio: funzionamento della propipetta); deve contenere le **osservazioni fatte** (esempio: cambiamenti di colore); NON copiare la procedura data.
6. **Calcoli e risultati**: Riportare tutti i calcoli necessari sia a determinare le quantità teoriche dei reagenti da prelevare che gli eventuali calcoli da eseguire per ottenere i risultati finali.
7. **Risposte** alle domande presenti nella procedura (e nelle diapositive della lezione) e volte a migliorare la comprensione dei fenomeni osservati.
8. **Conclusioni**
9. **Grafici allegati (eventuali)**: I grafici allegati devono essere riportati su carta millimetrata (o almeno carta quadrettata), se fatti a mano; in alternativa possono essere fatti a computer con un software opportuno (esempio: Excel). In ogni caso controllare che le scale numeriche delle grandezze riportate sulle ascisse e sulle ordinate siano **scale lineari**. Quando si utilizza il computer per fare il grafico, per avere una scala lineare è necessario scegliere opportunamente il tipo di grafico (chiedere al docente se non si è in grado di farlo da soli).