

Esercitazione 2: Titolazioni volumetriche acido-base in presenza di indicatori colorimetrici acido-base e con il pH-metro

Scopo: prendere dimestichezza con le titolazioni acido-base sia in presenza di indicatori ACIDO-BASE che col pH-metro

In particolare eseguirete le seguenti operazioni:

- 1) Determinazione dell'acidità % di un aceto commerciale con un indicatore acido-base;
- 2) Taratura del pHmetro (istruzioni separate)
- 3) Titolazione di una soluzione dell'acido forte HCl con il pH-metro e determinazione del punto di titolazione con computer dal quale si ricava la N della soluzione.

Avvertenze: dopo aver fatto le esperienze in laboratorio, è necessario fare i calcoli per determinare i seguenti parametri, da **riportare necessariamente** nella relazione:

- a) acidità % dell'aceto commerciale,
- b) titolo di HCl, ricavato dalla curva di titolazione ottenuta col pH-metro e adoperando un programma per il calcolo del volume e del pH di titolazione.

MATERIALE A DISPOSIZIONE

becker, beute a collo largo, buretta, pipette volumetriche automatiche da 1.0 mL, pipette Pasteur, agitatore magnetico con ancoretta, pH-metro con elettrodo combinato a vetro e soluzioni di calibrazione.

Prodotti chimici

soluzione 0,1 M NaOH ($p_m = 40.00$ g/eq), soluzione di HCl a concentrazione incognita, aceto (p_m $\text{CH}_3\text{COOH} = 60.05$ g/eq).

1. Determinazione dell'acidità % di un aceto commerciale.

L'acidità dell'aceto è definita come “g di acido acetico contenuti in 100 mL di aceto”.

L'acido acetico CH_3COOH ($m_e = 60.05$ g / eq e densità = 1.0 g/mL) è il principale acido presente nell'aceto.

Si preleva 1.0 mL di aceto con una pipetta automatica e lo si mette in una beuta a collo largo.

Si aggiunge un po' di H_2O (non importa quanta H_2O si aggiunge perché il numero di equivalenti di acido acetico viene univocamente definito dall'aggiunta di 1.0 mL di aceto e non dall' H_2O presente o aggiunta) e 2 - 3 gocce di indicatore fenolftaleina.

Si titola con la soluzione di NaOH contenuta nella buretta fino alla formazione di una colorazione rosso carminio persistente.

Si calcola la % di acidità in g di CH_3COOH contenuti in 100 mL di aceto.

Esempio di calcolo della % di acidità dell'aceto:

reazione che avviene: $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$

per brevità $\text{CH}_3\text{COOH} = \text{HAc}$.

Si supponga che servano 7.5 mL della soluzione di NaOH il cui titolo sia 0.12 N.

Al punto equivalente $neq_A = neq_B$ $neq_A = N_{NaOH} \times V_{NaOH}$

$neq_A = nmol_A = 0.12 \text{ M} \times 7.5 \times 10^{-3} \text{ L} = 0.90 \times 10^{-3} \text{ mol}$ che sono contenute in 1.0 mL di aceto, quindi la soluz. ha concentrazione 0.90 mol/L di HAc: moltiplicando per mm del HAc (60.05) si ottiene 54 g/L, ovvero 5.4 g/100 mL. L'acidità è dunque 5.4 %. (usare solo 2 cifre significative).

2. Titolazione di una soluzione di HCl con una soluzione di NaOH 0,1 M utilizzando il pH-metro.

Con una buretta (che si trova sotto la cappa) mettere in un becher 10.0 mL ($= V_A$) della soluzione di HCl a titolo incognito. Non è importante che il becher sia asciutto perché il numero di equivalenti di HCl presenti in esso sono univocamente determinati

dal prelievo con la buretta, che deve essere il più accurato possibile ($n. eq. = N \times V$ (in L) ovvero $N \times 0.0100 \text{ L}$).

La presenza di acqua nel becher o l'aggiunta di acqua successiva non altera minimamente tale n° .

Introdurre nel becher la punta dell'elettrodo a vetro per la misura del pH, regolandone l'altezza in modo che stia a circa 1 cm dal fondo ed aggiungere una certa aliquota di H_2O finché il setto poroso dell'elettrodo risulta immerso in soluzione per almeno 5 - 10 mm.

Non importa quanta acqua si aggiunge perché questa non modifica il n° di equiv di A.

Mettere nel becher un'ancoretta magnetica, dopo averla pulita e accendere l'agitatore regolandolo ad una velocità moderata: tale strumento da questo momento in poi non va mai spento fino alla fine della misura. Alcuni dei pH-metri possiedono il controllo automatico dell'agitazione.

Prestare ben attenzione che l'ancoretta non tocchi il bulbo dell'elettrodo che si potrebbe rompere.

Preparare sul quaderno una tabella costituita da due colonne nelle quali vengono riportati i valori di pH letti alle varie aggiunte di titolante, come nell'esempio a fianco riportato.

Misurare il pH prima di iniziare la titolazione.

(Nota: il sistema di misura permette una riproducibilità di ± 0.02 unità di pH ma solo nei casi migliori: con gli strumenti a disposizione la riproducibilità è ± 0.03 , ciò significa che ad es. se si legge $pH = 6.42$, il risultato vero è compreso tra 6.39 e 6.45).

Aggiungere 0.5 mL di NaOH con la buretta e, sempre sotto agitazione, misurare il nuovo valore di pH dopo 4-5 sec circa dall'aggiunta. Non occorre aspettare la stabilizzazione del pH. (Se per sbaglio viene aggiunto un Volume diverso va riportato

Continuare a titolare aggiungendo 0.5 mL di NaOH alla volta.

Dopo l'aggiunta di un certo numero di mL di titolante, si osserva una grande variazione di pH la cui entità dipende da molti fattori come la natura e la concentrazione delle specie reagenti, la temperatura e altri parametri: nel caso specifico della reazione qui condotta, tale variazione raggiunge le 5 - 6 unità di pH. Significa che si è raggiunto e superato il punto di titolazione.

Dopo che si è osservata tale grande variazione di pH, continuare ad aggiungere 0.5 mL di NaOH alla volta finché il volume totale di titolante aggiunto è almeno il doppio rispetto a quello necessario per osservare l'inizio della grande variazione di pH. Questo permetterà di disegnare una curva di titolazione completa e simmetrica.

Ad esempio, se la variazione avviene con l'aggiunta di 6.5 mL di NaOH, continuare ad aggiungere titolante fino almeno a un volume totale aggiunto di 13.0 mL.

A fine titolazione, lavare la punta dell'elettrodo con una spruzzetta raccogliendo i residui nel beaker e togliere l'ancoretta magnetica servendosi della bacchetta magnetizzata. Sciacquarla prima di toccarla. Versare i residui nella tanica di raccolta stando **attenti a non perdere l'ancoretta magnetica**.

Per calcolare V_0 si può usare un programma che è stato messo a disposizione dal Prof. Balducci del DSCF di uniTS. Usando un qualunque editore di testi (ad esempio si può usare excel o word), costruire una tabella di due colonne in cui si riporta il volume (I colonna) e il pH relativo (II) colonna, separati da uno o più spazi, come nell'esempio sotto riportato. **Ricordarsi di adoperare il punto e non la virgola per i decimali.**

0 3.12

0.5 3.18

1.0 3.23

....

Collegarsi al sito <http://www.dschi.univ.trieste.it/~balducci/cgi-bin/titra.sh>

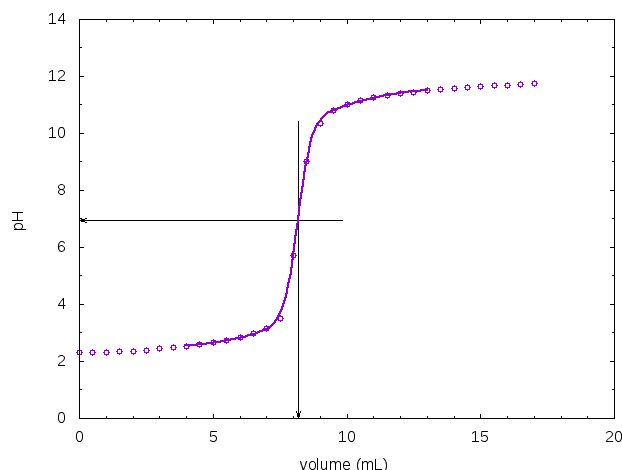
Copiare la tabella nell'apposito riquadro.

Il programma fornisce un disegno della curva di titolazione nonché il volume di titolazione V_0 e il pH corrispondente. È possibile inviare il disegno della curva di titolazione nonché il volume e il pH di titolazione come allegati al proprio indirizzo di posta elettronica.

Al punto di equivalenza vale $N_B \times V_0 = N_A \times V_A$.

Quindi $N_A = (N_B \times V_0) / V_A$

Il valore di N_B è noto, V_0 si ricava dal programma sul computer, $V_A = 10.0$ mL e quindi si calcola il valore N_A .



Nota: ricordarsi nella relazione di riportare il valore N_A altrimenti questa parte dell'esperienza è incompleta.

Osservare che il pH corrispondente al punto di titolazione vale circa 7 (a parte gli errori sperimentali) come previsto per una titolazione acido forte/ base forte.

ESPERIENZA COLLETTIVA SUGLI INDICATORI ACIDO-BASE

Colori di vari indicatori in forma Hin e in^-

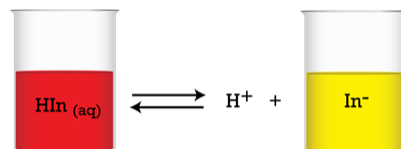
Scopo: verificare i colori che assumono vari indicatori acido-base in forma indissociata Hin e dissociata in^- .

Materiale e reattivi adoperati

Alcune provette, un porta-provette, soluzioni di HCl e NaOH, acqua, vari indicatori acido-base, agitatore per provette.

Teoria

Un indicatore acido-base è un acido o base organica debole che ha la proprietà di avere 2 colori diversi in forma Hin e in^- **tra loro in equilibrio**. Aggiungendo un acido o una base si può far variare di posizione l'equilibrio (principio di Le Châtelier o principio dell'equilibrio mobile) e far virare l'indicatore.



Metodologia

12 provette sono messe in un porta-provette e riempite di H_2O per circa la metà del loro volume. A metà di esse viene aggiunta una goccia di HCl 1.0 M e all'altra metà una goccia di NaOH 1.0 M.

A ciascuna provetta vengono aggiunte un paio gocce di vari indicatori, in modo da avere, per ciascuno di essi, una soluzione molto acida (in cui l'indicatore è nella forma indissociata Hin) e una molto basica (in cui l'indicatore è nella forma dissociata in^-).

Dopo aver mescolato le soluzioni con il vortex si possono osservare i colori che i vari indicatori assumono nei due casi e riportarli in una Tabella (inserire nelle colonne HCl e NaOH in quale forma si trova l'indicatore, Hin o in^-).

		HCl	NaOH
1	verde di bromocresolo		
2	metilarancio		
3	ftaleina porpora		
4	blu di bromotimolo		
5	blu di bromofenolo		
6	verde di metile		