


DETERMINAZIONE DELLA DUREZZA DELL'ACQUA MINERALE E CONTENUTO DI Ca^{2+} MEDIANTE TITOLAZIONE COMPLESSOMETRICA CON EDTA

SCOPO DELL' ESPERIENZA:

Determinazione della durezza ($^{\circ}\text{F}$) e della concentrazione di ioni Ca^{2+} e Mg^{2+} dell'acqua minerale in bottiglia tramite titolazione complessometrica con EDTA.

REAGENTI:

- EDTA 0.01 M (già pronta);
- soluzione tampone ammoniacale a pH 10 (già pronta);
- Nero eriocromo T (indicatore);
- soluzione NaOH 4 M  ;
- blu idrossinaftolo (indicatore).

APPARECCHIATURA:

Materiale corrente da laboratorio, in particolare:

- Burette da 50 mL;
- Beute e becher;
- Pipette graduate/tarate;
- Spatole;
- Cilindro graduato;
- Bilancia analitica;
- Pipette Pasteur;
- Agitatore magnetico.

N.B.: i reagenti solidi si trovano presso le bilance, le soluzioni già pronte si trovano sotto cappa.

PRIMA DI INIZIARE LA PROCEDURA CONSULTARE LE SCHEDE DI SICUREZZA:

consultare le schede di sicurezza dei reagenti (disponibili in laboratorio) e riportare sul quaderno di laboratorio, se presenti, le indicazioni di pericolo (frasi H – numero e spiegazione!) per ogni reagente, che si trovano nella SEZIONE 2 della scheda.

Inoltre leggere in particolare: i consigli di prudenza (frasi P), se presenti, nella SEZIONE 2; la SEZIONE 4 (“Misure di primo soccorso”) e la SEZIONE 8 (“Controllo dell’esposizione/protezione individuale”).

CAMPIONE:

Acqua minerale in bottiglia fornita dal docente, riportare nell’apposita sezione della *scheda di laboratorio* di dati dell’etichetta (concentrazione Ca^{2+} e Mg^{2+})

PROCEDURA:

✓ **CALCOLI PRELIMINARI PARTE 1** (seguire la scheda di laboratorio)

In base all’etichetta dell’acqua minerale calcolare la durezza ($^{\circ}\text{F}$) presunta del campione.

Scrivere la reazione di complessazione che avviene durante la titolazione, considerando come unico ione presente complessato da EDTA lo ione Ca^{2+} (anche se, ovviamente, Mg^{2+} viene anch’esso complessato).

In base all’etichetta quindi calcolare il volume presunto della soluzione di EDTA che si dovrà utilizzare, prelevando 100 mL di campione, per analizzare Ca^{2+} e Mg^{2+} insieme (durezza dell’acqua).

➤ **PARTE 1 Determinazione della durezza dell’acqua**

- Introdurre 100 mL di campione di acqua minerale in una beuta da 250 mL;
- Aggiungere 5 mL di tampone ammoniacale e agitare manualmente;
- Aggiungere una punta di spatola di nero eriocromo T, la soluzione si colora di rosso;
- Avvinare una buretta da 50 mL con circa 10 mL della soluzione di EDTA 0.01 M e versare poi nel becher degli scarti i 10 mL di soluzione utilizzata per l’avvinamento;

- Riempire e azzerare la buretta con la soluzione di EDTA 0.01 M (attenzione alle bolle nel beccuccio);
- Mettere sotto alla beuta un foglio di carta bianca per poter meglio apprezzare il viraggio;
- Titolare sotto agitazione manuale il campione di acqua con la soluzione di EDTA (lavare periodicamente le pareti della beuta, usando la spruzzetta, per portare in soluzione eventuali goccioline di reattivo schizzate via) fino a comparsa della prima colorazione blu dopo il passaggio per il colore viola. Annotare il volume aggiunto leggendo il volume al punto di arresto;
- Ripetere la titolazione altre 2 volte (per un totale di 3) e fare la media dei risultati.

➤ **PARTE 2 Costruzione della curva di titolazione mediante parametri di colore RGB**

- Riempire e azzerare la buretta con la soluzione di EDTA;
- Introdurre 100 mL di campione di acqua minerale un becher grande;
- Aggiungere 5 mL di tampone ammoniacale e agitare manualmente;
- Aggiungere una punta di spatola di nero eriocromo T, la soluzione si colora di rosso;
- Porre il becher su una piastra agitante;
- Sistemare la buretta su un sostegno in modo che sia possibile far gocciolare la soluzione di EDTA nel becher in modo agevole;
- Utilizzare i parametri RGB per seguire la titolazione: ad ogni aggiunta di 1 mL di soluzione titolante leggere i valori;
- Quando si è in prossimità del punto di equivalenza (circa 2 mL prima e dopo) ridurre il volume erogato a 0.5 mL tra ogni lettura;
- Proseguire fino al raggiungimento di circa il doppio del volume del punto di equivalenza (non serve ricaricare la buretta, in ogni caso fermarsi al max a 50 mL).

✓ **CALCOLI PRELIMINARI PARTE 2** (*seguire la scheda di laboratorio*)

In base all'etichetta dell'acqua minerale calcolare il volume presunto della soluzione di EDTA che si dovrà utilizzare, prelevando 100 mL di campione, per analizzare la concentrazione di Ca^{2+} .

➤ **PARTE 3 Determinazione della concentrazione di Ca^{2+}**

- Introdurre 100 mL di campione di acqua minerale in una beuta da 250 mL;
- Aggiungere 5 mL di NaOH 4M;
- Agitare manualmente la soluzione per 3 minuti (avviene la reazione di precipitazione di $\text{Mg}(\text{OH})_2$, quindi poi solo Ca^{2+} reagirà con EDTA, il precipitato NON è visibile);
- Aggiungere una punta di spatola di blu idrossinaftolo, la soluzione si colora di rosa-rosso;
- Riempire e azzerare la buretta con la soluzione di EDTA;
- Titolare sotto agitazione manuale il campione di acqua con la soluzione di EDTA (lavare periodicamente le pareti della beuta, usando la spruzzetta, per portare in soluzione eventuali goccioline di reattivo schizzate via) fino a comparsa della prima colorazione blu dopo il passaggio per il colore viola. Annotare il volume aggiunto leggendo il volume al punto di arresto;
- Ripetere la titolazione altre 2 volte (per un totale di 3) e fare la media dei risultati.

SMALTIMENTO DEI RIFIUTI:

Le soluzioni possono essere smaltite nel lavandino facendo scorrere acqua dal rubinetto, poiché il laboratorio è collegato ad un sistema di depurazione degli scarichi.

LAVAGGIO VETRERIA:

Risciacquare con acqua di rubinetto, poi con acqua distillata.

ELABORAZIONE DEI DATI:

Utilizzare la scheda di laboratorio per riportare i seguenti risultati:

- ✓ PARTE 1: calcolare le moli di ioni $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ presenti nel campione e convertirle in massa di CaCO_3 , calcolare quindi la concentrazione in ppm (mg/L). 1°F di durezza corrisponde a 10 mg/L di CaCO_3 , esprimere la durezza in gradi francesi. Esprimere il risultato finale come media e calcolare la deviazione standard. Esprimere l'incertezza utilizzando la t di Student per un livello di confidenza del 95%;
- ✓ PARTE 3: calcolare le moli di ioni Ca^{2+} presenti nel campione ed esprimere la loro concentrazione in mg/L. Esprimere il risultato finale come media e calcolare la deviazione standard. Esprimere l'incertezza utilizzando la t di Student per un livello di confidenza del 95%;
- ✓ Calcolare la concentrazione di ioni Mg^{2+} (in mg/L) per differenza utilizzando i dati ottenuti dalla PARTE 1 e dalla PARTE 3. Per calcolare l'incertezza associata utilizzare la formula di propagazione dell'errore per le somme/sottrazioni:

Propagazione dell'errore per operazioni di somma o sottrazione:	
Risultato ← $R = A + B$	$e_{\text{tot}} = \sqrt{e_A^2 + e_B^2}$

- ✓ Confrontare i risultati con quanto riportato sull'etichetta della bottiglia e commentare;
- ✓ Costruire il grafico della curva di titolazione della PARTE 2 utilizzando un software con foglio di calcolo e individuare matematicamente il volume finale (l'attività verrà effettuata in laboratorio informatico in seguito), riportare il risultato sulla scheda di laboratorio;
- ✓ Commentare l'eventuale differenza tra il valore del punto finale (medio) ottenuto visivamente e quello ottenuto monitorando i valori RGB;
- ✓ Costruire un grafico con la curva di titolazione per la PARTE 3 utilizzando la media dei risultati ottenuti per effettuare i calcoli necessari.

DOMANDE:

Rispondere alle seguenti domande nello spazio disponibile sulla scheda di laboratorio:

- 1) Spiegare il funzionamento degli indicatori (considerando la loro struttura chimica);
- 2) Spiegare cosa indica il viraggio degli indicatori rispetto alla reazione che avviene durante la titolazione;
- 3) Spiegare perché è necessario utilizzare il tampone ammoniacale a pH 10 per la PARTE 1;
- 4) Spiegare perché NON è necessario utilizzare il tampone ammoniacale per la PARTE 3.