	<b>UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI "FEDERICO II"</b>	<b>A.A. 2015/16</b>
	<b>CHIMICA ANALITICA I E LABORATORIO</b>	<b>Laurea triennale in CHIMICA INDUSTRIALE</b>
	<b>Preparazione e standardizzazione di una soluzione di NaOH 0.05 M. Determinazione della concentrazione di acido acetico in un aceto commerciale</b>	Esercitazione n° 2

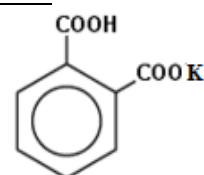
### A) Preparazione di una soluzione di NaOH 0.05 M

- 1) Lavare una bottiglia di plastica (polietilene PE) da 1 dm<sup>3</sup> prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata.
- 2) Pesare in un becher da 100 cm<sup>3</sup>, approssimativamente, a una bilancia analitica circa 3 g di NaOH (40.00 u.m.a) in pellets (gocce), e lavarle, un paio di volte e rapidamente con poca acqua bidistillata.
- 3) Allontanare, per decantazione, il liquido torbido gettandolo nella tanica di recupero BASI!!!!.
- 4) Pesare un contenitore di plastica da 100 cm<sup>3</sup> (non è necessario l'uso del collarino di carta) e trasferire all'interno circa 2 g di NaOH (**SOLIDO LAVATO**) e solubilizzare il solido con 20–30 cm<sup>3</sup> di acqua bidistillata versando la soluzione nella bottiglia di plastica lavata in precedenza.
- 5) Aggiungere altra acqua bidistillata fino a raggiungere, approssimativamente, la metà della capacità della bottiglia di PE.
- 6) Tappare la bottiglia, agitare vigorosamente ed etichettare (indicare sull'etichetta il cognome dei componenti il gruppo, la data dell'esercitazione e, a fine esercitazione, riportare la concentrazione della soluzione di NaOH).

N.B.

Si raccomanda, durante l'uso della soluzione di NaOH, di non lasciare la bottiglia aperta, ma chiuderla subito dopo l'uso (possibile assorbimento di CO<sub>2</sub>), inoltre avere cura di preservare, il più possibile, la soluzione dalla contaminazione di sostanze estranee.

### B) Controllo del titolo della soluzione di NaOH 0.05 M con biftalato di potassio



Biftalato di potassio, (C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>)(COO)<sub>2</sub>KH, (KHfT) standard primario (204.22 u.m.a)

- 1) Prelevare il pesafiltri contenente il sale dalla stufa a 110 °C, servendosi di un collarino di carta, (l'operazione deve essere eseguita prima di qualunque operazione in laboratorio) e alloggiarlo in essiccatore. L'operazione di pesata sarà eseguita dopo raffreddamento e velocemente per minimizzare il tempo di contatto del sale con l'umidità atmosferica.

2) Pesare alla bilancia analitica, servendosi di un collarino di carta, un contenitore di plastica pulito e asciutto (**riportare la pesata con 4 cifre decimali**).

3) Togliere il contenitore di plastica dal piatto della bilancia, sempre con il collarino di carta, e introdurre dal pesafiltri, con una spatola, nel contenitore una quantità di sale compresa tra 0.60 g e 0.70 g.

4) Pesare di nuovo il contenitore di plastica, servendosi sempre del collarino di carta: la differenza tra le due pesate dà l'esatta quantità di sale prelevato.

5) Trasferire, servendosi di un imbuto, previamente sciacquato con acqua bidistillata, il sale in una beuta da 200 cm<sup>3</sup>.

6) Lavare l'imbuto con piccole porzioni di acqua bidistillata (5–6 volte) senza toglierlo dalla beuta e aggiungere altra acqua bidistillata fino a circa 100 cm<sup>3</sup>.

7) Aggiungere 5–6 gocce di indicatore fenolftaleina e agitare.

8) Lavare e condizionare la buretta con la soluzione di NaOH prestando attenzione all'eventuale presenza di bolle in corrispondenza del rubinetto. Laddove fossero presenti bolle di aria rimuoverle mediante fuoriuscita di soluzione. Dopo l'operazione di fuoriuscita, azzerare la buretta nuovamente.

9) Titolare con la soluzione di NaOH fino a comparsa di una colorazione rosa pallido e persistente per almeno 30 secondi. Si raccomanda di agitare vigorosamente il contenuto della beuta durante l'aggiunta di NaOH e di eseguire la titolazione ponendo un foglio di carta bianca sotto la beuta affinché la colorazione rosa pallido sia maggiormente esaltata. Annotare il volume di NaOH consumato per il viraggio dell'indicatore ( $V_T$ , cm<sup>3</sup>), con **due cifre decimali** (Esempio: 21.50 oppure 23.55 cm<sup>3</sup>).

Calcolare la concentrazione di NaOH ( $C_T$ , M) in accordo alla formula:

$$C_T = p \times 1000 / [P.M.(KHFt) \times V_T]$$

$p$  = massa di sale pesata

Il risultato è da **riportare con SOLO 4 cifre significative**. Es: 0.1023 M

Ripetere le suddette operazioni altre due volte avendo cura di controllare, volta per volta, il titolo della soluzione di NaOH; valutare e confrontare i risultati. Se la deviazione massima dalla media superasse 1%, ripetere qualche titolazione.

Esempio 1: Risultati di 3 titolazioni:  $C_T$ : 0.1056 M, 0.1043 M, 0.1069 M


Valore medio:  $C_T = (0.1056 \pm 0.001)$  M

Errore: 1% **Ripetere una titolazione!!!!**

Esempio 2: Risultati di 3 titolazioni:  $C_T$ : 0.09874 M, 0.09865 M, 0.09897 M

Valore medio:  $C_T = (0.09879 \pm 0.0002)$  M

Errore: 0.2% **Risultato accurato**

	<b>UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI "FEDERICO II"</b>	<b>A.A. 2015/16</b>
	<b>CHIMICA ANALITICA I E LABORATORIO</b>	<b>Laurea triennale in CHIMICA INDUSTRIALE</b>
	<b>Esercitazione:</b> _____  <b>Studente:</b> _____ <b>matr.:</b> _____ <b>e-mail:</b> _____	Esercitazione n° _____

### Dati sperimentali

#### Titolazione 1

Peso contenitore:  
 Peso contenitore + sale:  
 Massa sale prelevata:  
 moli di sale prelevate:  
 Volume NaOH per il viraggio indicatore:  
 Molarità soluzione NaOH:

#### Titolazione 2

Peso contenitore:  
 Peso contenitore + sale:  
 Massa sale prelevata:  
 moli di sale prelevate:  
 Volume NaOH per il viraggio indicatore:  
 Molarità soluzione NaOH:

#### Titolazione 3

Peso contenitore:  
 Peso contenitore + sale:  
 Massa sale prelevata:  
 moli di sale prelevate:  
 Volume NaOH per il viraggio indicatore:  
 Molarità soluzione NaOH:

#### Titolazione 4

Peso contenitore:

Peso contenitore + sale:

Massa sale prelevata:

moli di sale prelevate:

Volume NaOH per il viraggio indicatore:

Molarità soluzione NaOH:

#### Titolazione 5

Peso contenitore:

Peso contenitore + sale:

Massa di sale prelevata:

moli di sale prelevate:

Volume NaOH per il viraggio indicatore:

Molarità soluzione NaOH:

#### Titolazione 6

Peso contenitore:

Peso contenitore + sale

Massa di sale prelevata:

moli di sale prelevate:

Volume NaOH per il viraggio indicatore:

Molarità soluzione NaOH:

**Molarità soluzione di NaOH con relativa deviazione massima dalla media:**

### **C) Determinazione della concentrazione di acido acetico in un campione di aceto commerciale**

- 1) Pesare alla bilancia analitica, servendosi di un collarino di carta, un contenitore di plastica pulito e asciutto (**riportare la pesata con 4 cifre decimali**).
- 2) Togliere il contenitore di plastica dal piatto della bilancia, sempre con il collarino di carta, e pesare 2.0–2.5 g del campione di aceto (precisione  $\pm 0.1$  mg).
- 3) Pesare di nuovo il contenitore di plastica, servendosi sempre del collarino di carta: la differenza tra le due pesate dà l'esatta quantità di soluzione prelevata.
- 4) Trasferire, servendosi di un imbuto, previamente sciacquato con acqua bidistillata, la soluzione pesata in una beuta da 200 cm<sup>3</sup>.
- 5) Lavare l'imbuto con piccole porzioni di acqua bidistillata (5–6 volte) senza toglierlo dalla beuta e aggiungere altra acqua bidistillata fino a circa 100 cm<sup>3</sup>.
- 6) Aggiungere 5–6 gocce di indicatore fenolftaleina e agitare.
- 7) Lavare e condizionare la buretta con la soluzione di NaOH prestando attenzione all'eventuale presenza di bolle in corrispondenza del rubinetto. Laddove fossero presenti bolle di aria rimuoverle mediante fuoriuscita di soluzione. Dopo l'operazione di fuoriuscita azzerare la buretta nuovamente.
- 8) Titolare con la soluzione di NaOH ( $C_T$ , M) fino a comparsa di una colorazione rosa pallido e persistente per almeno 30 secondi. Si raccomanda di agitare vigorosamente il contenuto della beuta durante l'aggiunta di NaOH e di eseguire la titolazione ponendo un foglio di carta bianca sotto la beuta affinché la colorazione rosa pallido sia maggiormente esaltata. Annotare il volume di NaOH consumato per il viraggio dell'indicatore ( $V_T$ , cm<sup>3</sup>), con **due cifre decimali** (Esempio: 21.50 oppure 23.55 cm<sup>3</sup>).

Calcolare la concentrazione in % (p/p) di acido acetico in accordo alla formula:

$$\% (p/p) = C_T \times V_T \times 1000 \times [P.M.(CH_3COOH) / p] \times 100$$

p = massa di soluzione di aceto pesata

P.M.(CH<sub>3</sub>COOH) = 60.05 u.m.a.

Il risultato è da **riportare con SOLO 3 cifre significative**. Es: 3.62%

Ripetere le suddette operazioni altre due volte avendo cura di controllare, volta per volta, il titolo della soluzione di aceto; valutare e confrontare i risultati. Se la deviazione massima dalla media superasse 1%, ripetere qualche titolazione.


Esempio 1: Risultati di 3 titolazioni: 3.65%, 3.75%, 3.68%

$$\text{Valore medio} = (3.69 \pm 0.06) \text{ M}$$

Errore: 2% **Ripetere una titolazione!!!!**

Esempio 2: Risultati di 3 titolazioni: 3.65%, 3.70%, 3.67%

$$\text{Valore medio} = (3.67 \pm 0.03) \text{ M}$$

	<b>UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI "FEDERICO II"</b>	<b>A.A. 2015/16</b>
	<b>CHIMICA ANALITICA I E LABORATORIO</b>	<b>Laurea triennale in CHIMICA INDUSTRIALE</b>
	<b>Esercitazione:</b> _____  <b>Studente:</b> _____ <b>matr.:</b> _____ <b>e-mail:</b> _____	Esercitazione n° _____

### Dati sperimentali

#### Titolazione 1

Peso contenitore:

Peso contenitore + soluzione aceto:

Massa soluzione aceto prelevata:

Volume NaOH per il viraggio indicatore:

% Acido Acetico:

#### Titolazione 2

Peso contenitore:

Peso contenitore + soluzione aceto:

Massa soluzione aceto prelevata:

Volume NaOH per il viraggio indicatore:

% Acido Acetico:

#### Titolazione 3

Peso contenitore:

Peso contenitore + soluzione aceto:

Massa soluzione aceto prelevata:

Volume NaOH per il viraggio indicatore:

% Acido Acetico:

#### Titolazione 4

Peso contenitore:

Peso contenitore + soluzione aceto:

Massa soluzione aceto prelevata:

Volume NaOH per il viraggio indicatore:

% Acido Acetico:

#### Titolazione 5

Peso contenitore:

Peso contenitore + soluzione aceto:

Massa soluzione aceto prelevata:

Volume NaOH per il viraggio indicatore:

% Acido Acetico:

#### Titolazione 6

Peso contenitore:

Peso contenitore + soluzione aceto:

Massa soluzione aceto prelevata:

Volume NaOH per il viraggio indicatore:

% Acido Acetico:

**% (p/p) Acido Acetico nel campione di aceto con relativa deviazione massima dalla media:**