	UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI "FEDERICO II"	A.A. 2016/17
	CHIMICA ANALITICA I E LABORATORIO	Laurea triennale in CHIMICA INDUSTRIALE
	Preparazione e standardizzazione di una soluzione di NaOH 0.05 M. Determinazione della concentrazione di acido acetico in un aceto commerciale.	Esercitazione n° 2

A) Preparazione di una soluzione di NaOH 0.05 M

INDOSSARE IL CAMICE E GLI OCCHIALI A MASCHERA OGNI VOLTA CHE SI ENTRA IN UN LABORATORIO. METTERE I GUANTI IN NITRILE (BLU).

1) Lavare una bottiglia di plastica in polietilene (PE) da 1 dm³ prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata.

2) Pesare in un becher da 100 cm³, approssimativamente, a una bilancia analitica 2 g di NaOH (40.00 u.m.a)



in pasticche (gocce), e lavarle, un paio di volte e rapidamente con poca acqua bidistillata.

Si raccomanda di non aggiungere molta acqua bidistillata alle pasticche di NaOH.

3) Allontanare, per decantazione, il liquido torbido gettandolo nella tanica di recupero **BASI**. Si raccomanda di essere rapidi nell'allontanare il liquido per evitare di ottenere, alla fine, una soluzione troppo diluita in NaOH.

4) Pesare, in un altro becher da 100 cm³ pulito, circa 1.3–1.5 g di NaOH lavato (punto 3) e solubilizzarlo con 20–30 cm³ di acqua bidistillata.

5) Lavare un imbuto prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata e inserirlo sulla bottiglia di PE, precedentemente lavata, e versare la soluzione contenuta nel recipiente di plastica.

6) Senza togliere l'imbuto dalla bottiglia lavare il recipiente di plastica (5–6 volte) e trasferire le aliquote di soluzione nella bottiglia di PE.

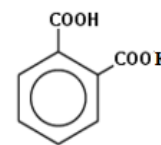
7) Togliere l'imbuto e aggiungere altra acqua bidistillata fino a raggiungere, approssimativamente, la metà della capacità della bottiglia di PE (se la bottiglia fosse graduata arrestare l'aggiunta a 500 cm³ circa).

8) 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.

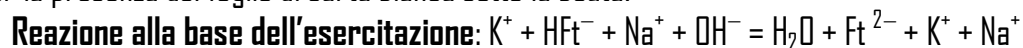
Si raccomanda, durante l'uso della soluzione di NaOH, di non lasciare la bottiglia aperta, ma chiuderla subito (possibile assorbimento di CO₂), inoltre avere cura di preservare, il più possibile, la soluzione dalla contaminazione di sostanze estranee.

B) Controllo del titolo della soluzione di NaOH 0.05 M con biftalato (ftalato acido) di potassio



Biftalato (ftalato acido) di potassio, $(C_6H_4)(COO)_2KH$, (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. Qualora il sale non fosse presente nella stufa, si troverà accanto alle bilance.
- 2) Pesare alla bilancia analitica, servendosi di un collarino di carta, un contenitore di vetro pulito e asciutto con relativo tappo e annotarne il peso (**riportare la pesata con 4 cifre decimali**).
- 3) Togliere il contenitore di vetro 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 0.25 g e 0.30 g (precisione ± 0.1 mg) e tappare il contenitore.
- 4) Pesare di nuovo il contenitore di vetro, servendosi sempre del collarino di carta e annotarne il peso: 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 250 cm³ e senza togliere l'imbuto dalla beuta lavararlo con piccole porzioni di acqua bidistillata (5–6 volte).
- 6) Togliere l'imbuto dalla beuta e aggiungere altra acqua bidistillata fino a circa 100 cm³ assicurandosi che il sale si sia completamente solubilizzato.
- 7) Aggiungere 15–20 gocce (senza eccedere) di indicatore timolftaleina (soluzione idroalcolica 1% (v/v)) e agitare. Collocare un foglio di carta bianca sotto la beuta.
- 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 rimuoverle mediante fuoriuscita di soluzione dal rubinetto. Dopo l'operazione di fuoriuscita, azzerare di nuovo la buretta.
- 9) Aggiungere alla soluzione contenuta nella beuta, goccia a goccia, e sotto agitazione, la soluzione di NaOH fino a comparsa di una colorazione blu pallido persistente per almeno 30 secondi che sarà maggiormente esaltata per la presenza del foglio di carta bianca sotto la beuta.



- 10) Annotare il volume di NaOH consumato per il viraggio dell'indicatore (V_T , cm³), con **due cifre decimali** (Esempio: 21.50 oppure 23.55 cm³). Calcolare la concentrazione di NaOH (C_T) 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**

	UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI "FEDERICO II"	A.A. 2016/17
	CHIMICA ANALITICA I E LABORATORIO	Laurea triennale in CHIMICA INDUSTRIALE
	Esercitazione: _____ Studente: _____ matr.: _____ e-mail: _____	Esercitazione n° _____

Dati sperimentali

TITOLAZIONE N. 1	TITOLAZIONE N. 2	TITOLAZIONE N. 3
Contenitore _____ g	Contenitore _____ g	Contenitore _____ g
Contenitore + sale _____ g	Contenitore + sale _____ g	Contenitore + sale _____ g
Massa sale _____ g	Massa sale _____ g	Massa sale _____ g
moli sale _____ mol	moli sale _____ mol	moli sale _____ mol
V_T _____ cm^3	V_T _____ cm^3	V_T _____ cm^3
C_T _____ M	C_T _____ M	C_T _____ M

Risultati finali

Concentrazione media C_T e deviazione massima dalla media:

$$C_T = \text{_____} \pm \text{_____}$$

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 vetro pulito e asciutto con relativo tappo e annotarne il peso (**riportare la pesata con 4 cifre decimali**).
- 2) Togliere il contenitore di vetro dal piatto della bilancia, sempre con il collarino di carta e pesare, servendosi di una pipetta Pasteur, 2.0–2.5 g del campione di aceto (precisione ± 0.1 mg). Tappare il contenitore.
- 3) Pesare di nuovo il contenitore di vetro, servendosi sempre del collarino di carta e annotarne il peso: la differenza tra le due pesate dà l'esatta quantità di sale prelevato. Si raccomanda di lasciare la pipetta Pasteur nella sala bilance in quanto è pericoloso, per se stesso e per i colleghi, girare per il laboratorio con vetreria appuntita.
- 4) Trasferire, servendosi di un imbuto, previamente sciacquato con acqua bidistillata, la soluzione pesata in una beuta da 250 cm³.
- 5) Senza togliere l'imbuto dalla beuta, lavarlo con piccole porzioni di acqua bidistillata (5–6 volte) e aggiungere altra acqua bidistillata fino a circa 100 cm³. Agitare bene per omogenizzare la soluzione.
- 6) Aggiungere 15–20 gocce (senza eccedere) di indicatore timolftaleina (soluzione idroalcolica 1% (v/v)) e agitare. Collocare un foglio di carta bianca sotto la beuta.
- 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 rimuoverle mediante fuoriuscita di soluzione dal rubinetto. Dopo l'operazione di fuoriuscita, azzerare di nuovo la buretta.
- 8) Aggiungere alla soluzione contenuta nella beuta, goccia a goccia, e sotto agitazione, la soluzione di NaOH fino a comparsa di una colorazione blu pallido persistente per almeno 30 secondi che sarà maggiormente esaltata per la presenza del foglio di carta bianca sotto la beuta.

Reazione alla base dell'esercitazione: $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{Na}^+ + \text{OH}^- = \text{H}_2\text{O} + \text{CH}_3\text{COO}^- + \text{Na}^+$

- 9) Annotare il volume di NaOH consumato per il viraggio dell'indicatore (V_T , cm³), con **due cifre decimali** (Esempio: 21.50 oppure 23.55 cm³). Calcolare la concentrazione in % (p/p) di acido acetico in accordo alla formula:

$$\% (p/p) = C_T \times V_T \times 1000 \times [\text{P.M.}(\text{CH}_3\text{COOH})/p] \times 100$$

p = massa di soluzione di aceto pesata

P.M.(CH₃COOH) = 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%

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

Errore: 0.8% **Risultato accurato**

A esercitazione terminata chiedere al docente se la soluzione è da conservare nel relativo scaffale (M-Z). Laddove così non fosse, svuotare il contenuto nella tanica del recupero **BASI** e togliere l'etichetta bagnando la bottiglia sotto acqua di rubinetto.

	UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI "FEDERICO II"	A.A. 2016/17
	CHIMICA ANALITICA I E LABORATORIO	Laurea triennale in CHIMICA INDUSTRIALE
	Esercitazione: _____ Studente: _____ matr.: _____ e-mail: _____	Esercitazione n° _____

Dati sperimentali

CAMPIONE INCOGNITO N° ____

TITOLAZIONE N. 1	TITOLAZIONE N. 2	TITOLAZIONE N. 3
Contenitore _____ g	Contenitore _____ g	Contenitore _____ g
Contenitore + camp. _____ g	Contenitore + camp. _____ g	Contenitore + camp. _____ g
Massa campione _____ g	Massa campione _____ g	Massa campione _____ g
V_T _____ cm^3	V_T _____ cm^3	V_T _____ cm^3
$C_{\text{Acido Acetico}}$ _____ %	$C_{\text{Acido Acetico}}$ _____ %	$C_{\text{Acido Acetico}}$ _____ %

Risultati finali

Concentrazione media $C_{\text{Acido Acetico}}$ e deviazione massima dalla media:

$C_{\text{Acido Acetico}} = \text{_____} \pm \text{_____}$