	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 HCl 0.05 M. Determinazione della concentrazione di bicarbonato (HCO_3^-) e di carbonato (CO_3^{2-}) in un campione di acqua.	Esercitazione n° 3

A) Preparazione di una soluzione di HCl 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 dm^3 prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata e versare, approssimativamente, 500 cm^3 di acqua bidistillata che corrisponderebbe a circa la metà della capacità della bottiglia di PE (se la bottiglia fosse graduata arrestare l'aggiunta a 500 cm^3 circa).

2) Recarsi, con la bottiglia contenente l'acqua bidistillata, alla cappa e aggiungere, dalla buretta, 6 cm^3 di HCl diluito 1:1 (circa 6 M).

ATTENZIONE QUANDO SI MANIPOLA HCl (OPERARE SOTTO CAPP A CON IL VETRO DI SICUREZZA DELLA CAPP A ABBASSATO. NON INSPIRARE LA SOLUZIONE DI HCl PERCHÉ IRRITANTE).



3) 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 HCl).

N.B.

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

B) Controllo del titolo della soluzione di HCl 0.05 M con TRIS (2-ammino-2-(idrossimetil)-1,3-propandiolo)

TRIS (2-ammino-2-(idrossimetil)-1,3-propandiolo, (NH₂C(CH₂OH)₃), standard primario (121.14 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 0.15 g e 0.25 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 lavarlo 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 10-15 gocce (senza eccedere) di indicatore misto (soluzione idroalcolica 0.1% (v/v) di rosso metile e 0.1% (v/v) verde di bromocresolo in rapporto 2:3 (v/v)). La soluzione assumerà una colorazione verde. Collocare un foglio di carta bianca sotto la beuta.
- 8) Lavare e condizionare la buretta con la soluzione di HCl 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 HCl fino a comparsa di una colorazione grigia-rosa percettibile e persistente per almeno 30 secondi. Si raccomanda di non eccedere con la colorazione in quanto per ulteriore aggiunta di titolante la soluzione passerebbe subito a rosa che indica di aver oltrepassato il punto di arresto della titolazione.



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

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

p = massa di sale pesata

Il risultato è da **riportare con SOLO 4 cifre significative**. Es: 0,05123 M

Ripetere le suddette operazioni altre due volte avendo cura di controllare, volta per volta, il titolo della soluzione di HCl; 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

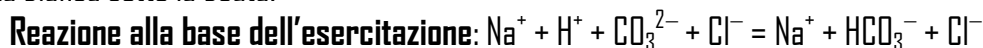
Concentrazione media C_T e deviazione massima dalla media:

$C_T =$ _____ \pm _____

Determinazione della concentrazione di bicarbonato (HCO_3^-) e di carbonato (CO_3^{2-}) in un campione di acqua

A) Determinazione della concentrazione di CO_3^{2-} nella soluzione incognita

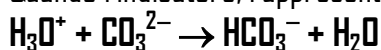
- 1) Pesare alla bilancia analitica, servendosi di un collarino di carta, un contenitore di vetro pulito e asciutto con relativo tappo e annotarne il peso (**riportare la pesata con 4 cifre decimali**).
- 2) Togliere il contenitore di vetro dal piatto della bilancia, sempre con il collarino di carta e pesare, servendosi di una pipetta Pasteur, 1.0–1.5 g del campione di acqua (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 cm^3 .
- 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 cm^3 . Agitare bene per omogenizzare la soluzione.
- 6) Aggiungere 10–15 gocce (senza eccedere) di indicatore timolftaleina (soluzione idroalcolica 0.1% (v/v)) e agitare: la soluzione assumerà una colorazione blu intensa. Collocare un foglio di carta bianca sotto la beuta.
- 7) Lavare e condizionare la buretta con la soluzione di HCl 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 HCl fino a scomparsa della colorazione blu (soluzione incolore) che sarà maggiormente esaltata per la presenza del foglio di carta bianca sotto la beuta.



- 9) Annotare il volume di HCl consumato per il viraggio dell'indicatore (V_{Tl} , cm^3), con **due cifre decimali** (Esempio: 21.50 oppure 23.55 cm^3).

Alla fine della titolazione NON GETTARE la soluzione contenuta nella beuta e non azzerare la buretta!!!!

Quando l'indicatore, rappresentato dalla timolftaleina, vira dal blu intenso all'incolore è avvenuta la reazione:



Dalla reazione, bilanciata, si osserva che:

$$n(\text{H}_3\text{O}^+) = [M(\text{HCl}) \times V_{\text{Tl}}(\text{HCl})] = n(\text{CO}_3^{2-}) = n(\text{HCO}_3^-)$$

La concentrazione di CO_3^{2-} (mg/dm^3) si ottiene in accordo alla formula:

$$C_{\text{CO}_3} = C_{\text{T}} \times V_{\text{Tl}} \times 1000 \times [P.M.(\text{CO}_3^{2-})/p]$$

p = massa (volume) di soluzione pesata

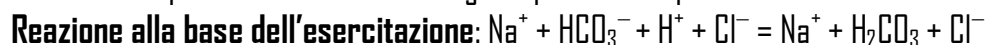
$$P.M.(\text{CO}_3^{2-}) = 60.01 \text{ u.m.a.}$$

Il risultato è da **riportare con SOLO 4 cifre significative**. Es: 1,123 mg/dm^3

B) Determinazione della concentrazione di HCO_3^- nella soluzione incognita

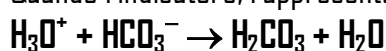
1) Alla soluzione del punto A, aggiungere 10–15 gocce (senza eccedere) di indicatore verde di bromocresolo (soluzione idroalcolica 0.1% (v/v)) e agitare: la soluzione assumerà una colorazione blu intensa. Collocare un foglio di carta bianca sotto la beuta.

2) Continuare con l'aggiunta, alla soluzione contenuta nella beuta, goccia a goccia, e sotto agitazione, la soluzione di HCl fino a comparsa di una colorazione gialla persistente per almeno 30 secondi.



3) Annotare il volume di HCl consumato per il viraggio dell'indicatore (V_{T2} , cm^3), con **due cifre decimali** (Esempio: 21.50 oppure 23.55 cm^3).

Quando l'indicatore, rappresentato dal verde di bromocresolo, vira dal blu al giallo è avvenuta la reazione:



Dalla reazione, bilanciata, si osserva che:

$$n(\text{H}_3\text{O}^+) = M(\text{HCl}) \times [V_{T2}(\text{HCl}) - V_{T1}(\text{HCl})] = n(\text{HCO}_3^-)_{\text{TOT}}$$

dove $n(\text{HCO}_3^-)_{\text{TOT}} = n(\text{HCO}_3^-) + n(\text{CO}_3^{2-})$ da cui si ha:

$$n(\text{HCO}_3^-) = M(\text{HCl}) \times [V_{T2}(\text{HCl}) - V_{T1}(\text{HCl})] - M(\text{HCl}) \times V_{T1}(\text{HCl}) = M(\text{HCl}) \times [V_{T2}(\text{HCl}) - 2V_{T1}(\text{HCl})]$$

La concentrazione di HCO_3^- (mg/dm^3) si ottiene in accordo alla formula:

$$C_{\text{HCO}_3} = C_T \times (V_{T2} - 2V_{T1}) \times 1000 \times [\text{P.M.}(\text{HCO}_3^-) / \rho]$$

ρ = massa (volume) di soluzione pesata

$$\text{P.M.}(\text{HCO}_3^-) = 61.02 \text{ u.m.a.}$$

Il risultato è da **riportare con SOLO 4 cifre significative**. Es: 1.123 mg/dm^3

Ripetere la titolazione del carbonato (CO_3^{2-}) (parte A) e del bicarbonato (HCO_3^-) (parte B) altre due volte avendo cura di controllare, volta per volta, la concentrazione di CO_3^{2-} e di HCO_3^- del campione di acqua; valutare e confrontare i risultati. Se la deviazione massima dalla media superasse 1%, ripetere qualche titolazione.

Esempio 1: Risultati di 3 titolazioni: C_T : 1.103 mg/dm^3 , 1.120 mg/dm^3 , 1.125 mg/dm^3


$$\text{Valore medio: } C_T = (1.116 \pm 0.012) \text{ mg}/\text{dm}^3$$

Errore: 1.1% **Ripetere una titolazione !!!!!**

Esempio 2: Risultati di 3 titolazioni: C_T : 1.099 mg/dm^3 , 1.096 mg/dm^3 , 1.098 mg/dm^3

$$\text{Valore medio: } C_T = (1.098 \pm 0.002) \text{ M}$$

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

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_{T1} _____ cm^3	V_{T1} _____ cm^3	V_{T1} _____ cm^3
V_{T2} _____ cm^3	V_{T2} _____ cm^3	V_{T2} _____ cm^3
C_{CO_3} _____ mol/g	C_{CO_3} _____ mol/g	C_{CO_3} _____ mol/g
C_{HCO_3} _____ mol/g	C_{HCO_3} _____ mol/g	C_{HCO_3} _____ mol/g
C_{CO_3} _____ mg/dm ³	C_{CO_3} _____ mg/dm ³	C_{CO_3} _____ mg/dm ³
C_{HCO_3} _____ mg/dm ³	C_{HCO_3} _____ mg/dm ³	C_{HCO_3} _____ mg/dm ³

Risultati finali

Concentrazione media C_{HCO_3} e deviazione massima dalla media:

$$C_{\text{HCO}_3} = \text{_____} \pm \text{_____}$$

Concentrazione media C_{CO_3} e deviazione massima dalla media:

$$C_{\text{CO}_3} = \text{_____} \pm \text{_____}$$