

LABORATORIO DI CHIMICA INORGANICA SPERIMENTALE

Anno accademico 2007/2008

Nome Cognome

N.ro Matricola

nome.cognome@studio.unibo.it

Esperienza condotta il GG.MM.AAAA alle HH:MM

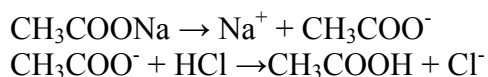
Relazione sull'esercitazione n° 3

TITOLAZIONE ACIDO-BASE MEDIANTE INDICATORE E pH-METRO

Scopo dell'esercitazione è quello di misurare la massa percentuale di acetato di sodio presente in una miscela composta da acetato di sodio e cloruro di sodio.

Principi teorici

La quantità di acetato viene determinata titolando con acido cloridrico la miscela disciolta in acqua. Le reazioni da considerare sono le seguenti:



Al punto equivalente, quando cioè la base acetato è stata completamente trasformata in acido acetico, si verifica la maggiore variazione di pH, che può essere misurato con il pH-metro.

Al punto equivalente avviene anche il viraggio dell'indicatore.

Infatti, inizialmente la soluzione è basica (anche se debolmente in quanto la K_b dell'acetato è circa 10^{-10}); la soluzione diventerà acida man mano che l'acetato è titolato, anche se lentamente poiché si forma un tampone ed il pH diminuisce nell'intervallo:

$$pK_a - 1 < \text{pH} < pK_a + 1$$

dove, per l'acido acetico (coniugato alla base acetato), $pK_a = -\log 3.5 \cdot 10^{-4} = 4.42$.

Pertanto, il pH diminuisce passando da 5.42 subito dopo le prime aggiunte di acido fino ad arrivare a 3.42 appena prima della completa titolazione. A questo pH l'indicatore metilarancio è ancora giallo, anche se comincia a diventare rosso (la mescolanza produrrà una colorazione arancione). Solo quando tutto l'acetato si sarà trasformato in acido acetico il pH sarà sufficientemente acido ($\text{pH} < 1.5$) da determinare una colorazione rosa o rossa dell'indicatore (a seconda della sua diluizione). Il viraggio del colore della soluzione da giallo/arancione a rosa, mette in luce il raggiungimento del punto equivalente, ovvero individua il volume per il quale il tampone che si forma durante la titolazione acido- base, può definirsi "rotto".

Esecuzione dell'esperienza:

Il procedimento dell'esperienza può essere suddiviso in due parti, la prima consistente nelle operazioni di taratura del pH-metro e la seconda nella vera e propria titolazione.

Le operazioni iniziali riguardano esclusivamente lo strumento e consistono nella pulizia dell'elettrodo, che si trova immerso in una soluzione di stoccaggio a base di KCl (3M), con funzione di stabilizzazione della membrana costituente l'elettrodo. La pulizia deve essere eseguita con acqua distillata e tamponamento con carta assorbente, evitando di strofinare la membrana per non causare sovratensioni.

La taratura è un'operazione obbligatoria in quanto il pH-metro non misura il pH, bensì il potenziale elettrico, che è direttamente proporzionale al pH mediante l'equazione della retta di calibrazione:

$$\text{pH} = \text{Slope} \cdot V + \text{Offset}$$

dove *Slope* rappresenta la pendenza della retta, *V* il potenziale ed *Offset* è l'intercetta della retta sull'asse delle ordinate.

Lo strumento può essere tarato solo nell'intervallo di interesse, in quanto non è possibile calibrarlo con accuratezza per tutti i valori di pH. Per questo motivo sono indicati due intervalli di pH per la taratura, che sono 4-7 oppure 7-10. Per quanto concerne l'esperienza di laboratorio l'intervallo da considerare è quello 4-7, in quanto la soluzione sarà acida alla fine della titolazione.

La taratura è stata effettuata ponendo dapprima l'elettrodo nella soluzione con pH 7 e impostando la lettura come primo valore di taratura. Solo dopo una nuova pulizia, l'elettrodo è stato posto nella soluzione a pH 4. Quest'ultima lettura è stata impostata come secondo valore di taratura e lo strumento ha così memorizzato due termini noti attraverso i quali può "costruirsi" la retta di taratura, che sfrutterà inseguito per tutte le rilevazioni di pH attraverso operazioni di estrapolazione di dati.

Sono stati pesati esattamente 2 g di miscela:

$$m(\text{navicella vuota}) = 5.328 \cdot 10^{-1} \text{ g}$$

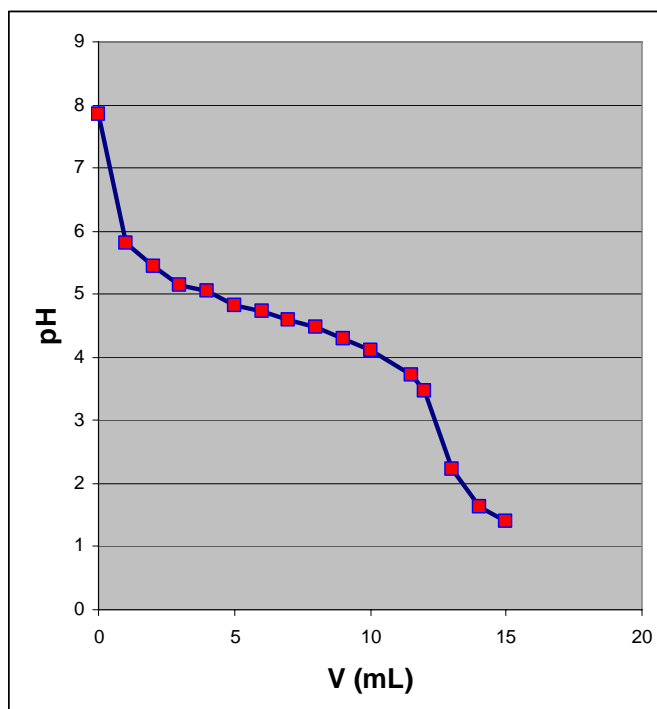
$$m(\text{navicella} + \text{miscela}) = 2.5951 \text{ g}$$

$$m(\text{miscela}) = m(\text{navicella} + \text{miscela}) - m(\text{navicella vuota}) = 2.0623 \text{ g}$$

La miscela è stata disciolta in acqua, velocizzando la dissoluzione attraverso l'uso di un agitatore magnetico, e sono state aggiunte 3 gocce di indicatore metilarancio: la soluzione si presentava di colore giallo.

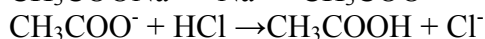
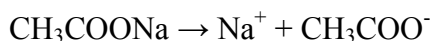
Si è proceduto alla titolazione con acido cloridrico 1 M, utilizzando una buretta graduata da 25 mL, precedentemente avvinata con la stessa soluzione di acido usata per la titolazione; ad ogni millilitro di acido aggiunto è stato annotato il pH della soluzione e riportato nella seguente tabella che è stata usata per costruire il grafico successivo:

V (mL)	pH	Δ pH	Colorazione
0	7,86		Giallo
1	5,81	2,05	Giallo
2	5,45	0,36	Giallo
3	5,15	0,3	Giallo/Arancione
4	5,05	0,1	Giallo/Arancione
5	4,82	0,23	Giallo/Arancione
6	4,74	0,08	Arancione
7	4,59	0,15	Arancione
8	4,47	0,12	Arancione
9	4,3	0,17	Arancione
10	4,11	0,19	Arancione/rosso
11.50	3,73	0,38	Arancione/rosso
12	3,47	0,26	Arancione/rosso
13	2,23	1,24	Rosso
14	1,62	0,61	Rosso
15	1,41	0,21	Rosso



Il viraggio è avvenuto dopo aver aggiunto 12.5 ml di acido, contenente gli stessi equivalenti di HCl pari agli equivalenti di acetato presenti inizialmente nel beaker. Essendo l'acetato una base monoprotica, il numero di equivalenti corrisponde alle moli di sostanza.

Posso quindi andare a calcolare la massa di CH_3COONa :



$$V = 12.5 \text{ ml} = 0.0125 \text{ l} = 1.25 \cdot 10^{-2} \text{ l}$$
$$n(\text{HCl}) = 1 \text{ M} \cdot 1.25 \cdot 10^{-2} \text{ l} = 1.25 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

Dalle equazioni chimiche delle reazioni si può evincere che:

$$n(\text{HCl}) = n(\text{CH}_3\text{COONa})$$

$$m(\text{CH}_3\text{COONa}) = n(\text{CH}_3\text{COONa}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COONa}) = 1.026 \text{ g}$$

$$m(\text{CH}_3\text{COONa}) = n(\text{CH}_3\text{COONa}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COONa}) = 1.026 \text{ g}$$

Avendo pesato 2.0623 g di miscela la massa percentuale di CH_3COONa è:

$$\%(\text{CH}_3\text{COONa}) = \frac{m(\text{CH}_3\text{COONa})}{m(\text{miscela})} \cdot 100 = \underline{49.7\%}$$

Osservazioni

L'esperienza richiede particolare attenzione durante tutta la fase di titolazione, in quanto è necessario controllare tre parametri: volume, pH e viraggio di colore.

Durante la titolazione è stato osservato un cambiamento di colore, dal giallo all'arancio, appena dopo aver aggiunto 7 ml di HCl.

In realtà questo volume non può essere considerato il punto di viraggio poiché, come si vede dal grafico, la variazione maggiore di pH si ha in corrispondenza degli 11.5 ml di titolante aggiunto. Intorno ad un volume impiegato di 7 mL di titolante è stato raggiunto un pH intorno a 5.4, in corrispondenza del quale l'indicatore comincia a virare.

Solo dopo aver raggiunto il vero punto equivalente la soluzione è passata dal colore arancio a un rosso sbiadito; il fatto che non fosse un rosso acceso è spiegabile dalla diluizione dell'indicatore.

Gli accorgimenti principali di cui si deve tener conto sono diversi:

- ☒ non strofinare mai in alcun modo l'elettrodo nella fase di pulizia;
- ☒ non attendere troppo tempo tra le misure di pH delle due soluzioni di taratura;
- ☒ evitare il contatto dell'elettrodo in vetro con l'ancorina magnetica durante l'agitazione;
- ☒ osservare bene la soluzione, ponendo sotto il beaker un foglio bianco, per individuare con esattezza il punto di viraggio;
- ☒ superare il punto equivalente per verificare attraverso il grafico che non vi siano altre brusche variazioni di pH.