

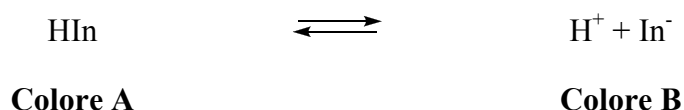
ESPERIENZA 1

ANALISI VOLUMETRICA (TITRIMETRICA)

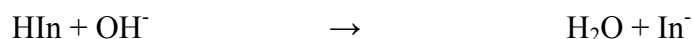
E' un'analisi quantitativa che ha l'obiettivo di determinare la concentrazione (titolo) di una sostanza **A** nota in una soluzione. Perché l'analisi possa essere eseguita, è necessario:

- Un reattivo standard, a concentrazione nota detto anche titolante. Tale reattivo deve dar luogo, con la sostanza **A**, ad una reazione rapida e completa
- Un indicatore, cioè un qualsiasi sistema capace di rilevare il “**punto equivalente**” inteso come situazione nella quale gli equivalenti di titolante sono uguali a quelli della sostanza da titolare (nel nostro caso **A**)

Le reazioni acido-base, rapide e complete, si prestano particolarmente bene per questo tipo di analisi. Indicatori adatti ad evidenziare il punto equivalente sono acidi organici deboli che hanno la proprietà di assumere nella forma protonata colorazione differente dalla forma deprotonata (Vedere tabella in fondo). Esempi di comuni indicatori acido-base sono:



La fenolftaleina assume colorazione incolore in acido e viola acceso in soluzione alcalina. Se si esegue la titolazione di un acido debole (ad es. CH_3COOH) con una base forte (es. NaOH), la soluzione di acido iniziale rimane **incolore** dopo l'aggiunta di un paio di gocce di **fenolftaleina**. La titolazione consiste nell'aggiungere volumi noti di soluzione standard (in questo caso NaOH 0.1M) ad una soluzione ottenuta diluendo in un **beker** con H_2O un volume noto (V_2) della sostanza contenente acido debole, nel nostro caso $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOH}$ (AO). Le aggiunte di volumi noti vengono effettuate mediante una **buretta** graduata. L'idrossido di sodio gradualmente aggiunto dalla buretta nel beker, trova in soluzione due acidi: $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COOH}$ (di cui si deve determinare il titolo) ed HIn (l'indicatore). In prima istanza reagirà con l'acido più forte, dunque con la pK_a maggiore AO ($\text{pK}_a \approx 5$). Solo dopo aver esaurito l'acido forte, NaOH reagirà con HIn. Questo evidenzierà il punto equivalente grazie al “viraggio” (cambio della colorazione).



Il **punto di viraggio** è il momento in cui l'indicatore si trova per il 50% nella sua forma protonata e per il 50% nella sua forma deprotonata; tale condizione si realizza quando il pH della soluzione coincide col pK_a dell'indicatore. L'intervallo di viraggio è l'intervallo di pH all'interno del quale il 90% circa delle molecole di indicatore cambia colore.

$\text{pH} = \text{pK}_a - \log \frac{[\text{HIn}]}{[\text{In}^-]}$. L'occhio umano percepisce la colorazione rossa della soluzione sin quando il rapporto $\frac{[\text{HIn}]}{[\text{In}^-]} > 10$ mentre percepisce la colorazione gialla quando il rapporto $\frac{[\text{HIn}]}{[\text{In}^-]} < 0,1$. L'intervallo di viraggio è pertanto $\text{pK}_a \pm 1$

Punto equivalente e punto di viraggio non sono mai esattamente coincidenti, una scelta opportuna dell'indicatore consente comunque di considerare la differenza trascurabile. Posto che il viraggio coincida col punto equivalente (confrontare con la tabella il pK_a degli indicatori), è fondamentale per il buon esito dell'esperienza, valutare con esattezza il volume V_1 di titolante necessario per ottenere il viraggio (vedi "Calcoli").

ESPERIENZA

MATERIALE USATO

1. Vetreria:

Buretta, bicchiere (beker), (micro)pipetta, bacchetta

2. Reattivi:

- a) Soluzione "standard" di NaOH (agente titolante a titolo noto)
- b) Soluzione incognita nella quale determinare la concentrazione di un acido debole (es. olio d'oliva)
- c) Un indicatore acido-base con pK_a superiore a 7 (il brusco cambio di pH avviene da una soluzione debolmente acida con $\text{pH} \approx 5.5$ ad un eccesso di base forte che, se pur piccolo, porta a livelli di $\text{pH} > 10$); la fenolftaleina è ideale per avere il punto di viraggio sostanzialmente coincidente con il punto equivalente ad un $\text{pH} \approx 9$

ESECUZIONE

- a) Aggiungere 30 mL di Alcol Etilico e 60 ml di Etere dietilico (questo rende l'ambiente idrofilo e dunque assimilabile alla soluzione acquosa)
- b) Aggiungere 1-2 gocce di fenolftaleina
- c) Aggiungere progressivamente pochi volumi della soluzione standard (NaOH 0.1M) dalla buretta nel beker sino ad osservare il viraggio: questa titolazione preliminare serve a neutralizzare (eliminare) l'acidità proveniente dall'ambiente etanolic/eterico in modo da non compiere un errore in eccesso dovuta all'inclusione di questo valore nella successiva analisi
- d) Pesare $\approx 5\text{g}$ di olio d'oliva nella beuta di analisi e versare nella stessa la soluzione precedente
- e) Aggiungere progressivamente volumi noti della soluzione standard (NaOH 0.1M) dalla buretta nel beker sino ad osservare il viraggio
- f) Ripetere per 5 volte e prendere nota dei valori per una analisi statistica dei risultati

ESPERIENZA 1:

CALCOLI

Al viraggio (punto equivalente): $V_1 \cdot M_1$ (n° moli di titolante, NaOH) = $V_2 \cdot M_2$ (n° moli sostanza da titolare, $C_{17}H_{33}COOH$) $\rightarrow M_2 = \frac{V_1 M_1}{V_2}$

Ma la concentrazione in olio (densità $\approx 0.9 \text{ gr/cm}^3$) dell'acido oleico potrebbe essere un parametro non costante perché dipendente dalla densità, più propriamente si misura la percentuale in peso, dunque

$\%_{AO} = 100 \cdot \text{mg}_{(AO)} / \text{mg}_{(\text{olio})} \rightarrow \text{mg}_{(AO)} = \%_{AO} \cdot \text{mg}_{(\text{olio})} / 100$ (1); dato che

$V_1 \cdot M_1 = \text{millimoli}_{(AO)} = \text{mg}_{(AO)} / PM_{(AO)}$, sostituendo a $\text{mg}_{(AO)}$ la espressione

(1) ho $V_1 \cdot M_1 = \%_{AO} \cdot \text{mg}_{(\text{olio})} / (100 \cdot PM_{(AO)})$

$$\% \text{ Acido oleico} = \frac{V_1 \cdot M_1 \cdot PM_{C_{17}H_{33}COOH} \cdot 100}{P_2}$$

PM indica il peso molecolare (dell'acido oleico = 282), V_1 è il volume di titolante (in mL) e P_2 è il peso complessivo dell'olio (in mg), M_1 è la concentrazione di NaOH (in M); titolando con NaOH 0.1 M

$$\% \text{ Acido oleico} = 100 \cdot \frac{V_1 \cdot 10^{-1} \cdot 282}{P_2}$$

Tabella Indicatori

Indicatore	Colore forma acida	Colore forma basica	Intervallo di viraggio	pK_{in}
Blu timolo	Rosso	Giallo	1.2-2.8	1.65
Giallo metile	Rosso	Giallo	2.9-4.0	3.2
Metilarancio	Rosso	Giallo-arancio	3.1-4.4	3.1
Blu bromofenolo	Giallo	Porpora	3.0-4.6	4.1
Verde bromocresolo	Giallo	Blu	3.8-5.4	4.9
Rosso metile	Rosso	Giallo	4.2-6.2	5.0
Rosso clorofenolo	Giallo	Rosso	4.8-6.4	6.25
Blu bromotimolo	Giallo	Blu	6.0-7.6	7.30
Rosso fenolo	Giallo	Rosso	6.4-8.0	8.0
Fenolftaleina	Incolore	Rosa	8.5-10.5	9.5
Blu timolo	Giallo	Blu	8.0-9.6	–
Giallo alizarina	Giallo	Viola	10.1-12.0	–



Fig.1 Occorrente da sinistra a destra :Buretta (con NaOH 0,1N), due beute di cui una in cui si pesa olio d'oliva (circa 5g), cilindro graduato per misurare 30 mL di EtOH e 60ML di etere dietilico (totale 90 mL)



Fig 2. Versare etere e etanolo nella beuta a collo grande

2.



Fig. 3 Piazzare due gocce di indicatore fenolftaleina (incolore); successivamente si mette qualche goccia di NaOH dalla buretta sino a colorazione rosa pallido della soluzione (eliminazione dell'acidità residua dei solventi etere e etanolo)



Fig 4. Versare il contenuto della beuta a collo grande in beuta a collo piccolo con olio dentro e leggere il volume della buretta. Solo dopo, aggiungere volumi (leggibili per differenza) dalla beuta sino al viraggio al colore della beuta di sinistra (rosso mattone) ben diverso dal colore di destra di un qualsiasi olio non titolato