

**Laboratorio di Chimica**  
**Esperienza 1a: Solubilità e miscibilità**

La seguente esperienza si articola in tre parti:

- A. Prove di solubilità.
- B. Prove di miscibilità.
- C. Solubilità e miscibilità.

**PARTE A – Prove di solubilità**

Verifica della solubilità dei seguenti composti (soluti) nei diversi solventi indicati.

<b>Solido</b>	<b>Solvente</b>
a. solfato di rame idrato	a. acqua
b. zucchero	b. metanolo
c. acido benzoico	c. diclorometano
d. cloruro di sodio	d. etere di petrolio

Per effettuare le prove di solubilità procedere nel modo indicato di seguito:

- a) in una provetta pulita ed asciutta versare una punta di spatola del solido e aggiungere circa 2 mL del solvente;
- b) agitare ripetutamente e con decisione la provetta, verificare la solubilità e segnare sulla tabella i risultati.

	Acqua	Diclorometano	Metanolo	Etere di Petrolio
Solfato di rame				
Zucchero				
Acido benzoico				
Cloruro di sodio				

### **PARTE B – Prove di miscibilità**

Verificare la miscibilità reciproca dei solventi utilizzati nella parte A. Procedere verificando la miscibilità di tutte le possibili coppie di solventi: versare 2 mL di ogni solvente in provetta e agitare.

	Acqua	Diclorometano	Metanolo	Etere di petrolio
Acqua				
Diclorometano				
Metanolo				
Etere di petrolio				

### **PARTE C – Solubilità e miscibilità**

Procedere nel modo seguente:

- a) versare 5 mL di diclorometano nel provettone. Aggiungere 5 mL di acqua;
- b) aggiungere una spatolata di solfato di rame. Agitare ripetutamente e con decisione la provetta.
- c) Aggiungere lentamente 10 mL di etere di petrolio. Agitare come al punto b.

## ***Esperienza 1b: Reazioni Chimiche in Soluzione***

### **REAZIONI IN SOLUZIONE**

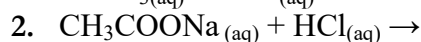
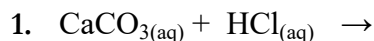
Alcuni tipi di reazioni ioniche, che non implicano processi di ossido-riduzione, possono essere previste sulla base di considerazioni molto semplici. Si avrà una reazione se in soluzione ci sono degli ioni che possono dar luogo ad un sale insolubile, ad un elettrolita debole (o ad un non-elettrolita) o infine ad un gas. Questa esperienza si prefigge almeno due obiettivi:

1. Prevedere e riconoscere alcune reazioni di scambio.
2. Acquistare familiarità con alcune sostanze chimiche di uso comune. Osservarne lo stato fisico, il colore e le caratteristiche cristalline (grandezza dei grani, lucentezza, etc.).

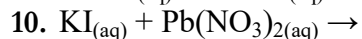
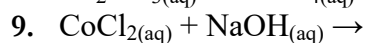
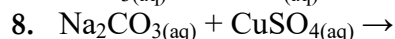
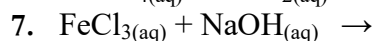
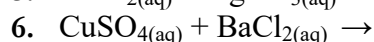
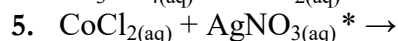
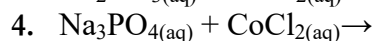
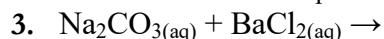
### **PARTE SPERIMENTALE**

Per ognuna delle reazioni elencate procedi come segue:

- A. Prepara, in una provetta, una soluzione di 2 mL (con acqua distillata) per ogni reagente. Per preparare la soluzione è sufficiente usare una punta di spatola di sostanza.
- B. Mescola cautamente i due reagenti in una provetta ed osserva che cosa avviene. Se lo ritieni utile ripeti la prova.



**Test:** odore di acido acetico prima e dopo il mescolamento.



\* Per quanto riguarda il nitrato d'argento, è consigliabile usarne solo poche gocce da bottigliette provviste di contagocce.

## TABELLA A

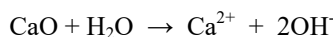
### REGOLE DI SOLUBILITÀ DEI SALI ED IDROSSIDI PIÙ COMUNI

#### SONO SOLUBILI:

1. I sali dei **METALLI ALCALINI** e dello **IONE AMMONIO** ( $\text{NH}_4^+$ ).
2. I **NITRITI** ( $\text{NO}_2^-$ ), **NITRATI** ( $\text{NO}_3^-$ ), **CLORATI** ( $\text{ClO}_3^-$ ), **PERCLORATI** ( $\text{ClO}_4^-$ ) ed **ACETATI** ( $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ).  
(L'acetato di  $\text{Ag}^+$  ed il perclorato di  $\text{K}^+$  sono moderatamente solubili).
3. Gli **ALOGENURI** ( $\text{F}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ), con eccezione dei sali di  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$  ed  $\text{Hg}_2^{2+}$ ;  $\text{PbCl}_2$  é debolmente solubile.
4. I **SOLFATI** ( $\text{SO}_4^{2-}$ ):  
i solfati di  $\text{Ca}^{2+}$  ed  $\text{Ag}^+$  sono moderatamente solubili;  
i solfati di  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ , ed  $\text{Hg}_2^{2+}$  sono insolubili.

#### SONO INSOLUBILI (Eccetto i sali del precedente punto 1):

1. I **CARBONATI** ( $\text{CO}_3^{2-}$ ), **CROMATI** ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) e **FOSFATI** ( $\text{PO}_4^{3-}$ ).
2. I **SOLFURI** ( $\text{S}^{2-}$ ); tranne i sali dei metalli alcalini e alcalino-terrosi.
3. Gli **IDROSSIDI** sono generalmente insolubili eccetto quelli dei metalli alcalini che sono solubili. Gli idrossidi di  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  e  $\text{Ba}^{2+}$  sono moderatamente solubili.
4. Tutti gli **OSSIDI** dei metalli eccetto quelli dei metalli alcalini e di  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  e  $\text{Ba}^{2+}$  sono insolubili. Gli ossidi dei metalli, quando si sciolgono, reagiscono con l'acqua per formare idrossidi, per esempio:



## TABELLA B

#### ELETTROLITI FORTI:

**ACIDI FORTI** es.  $\text{HCl}$ ,  $\text{HBr}$ ,  $\text{HI}$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HClO}_4$ .

**BASI FORTI** es. gli idrossidi alcalini ed alcalino terrosi.

**SALI** la maggior parte dei sali inorganici ed organici.

#### ELETTROLITI DEBOLI

La grande maggioranza di **ACIDI E BASI INORGANICI ED ORGANICI**.

Gli alogenuri e i cianuri di metalli pesanti, per es.  $\text{Pb}$  ed  $\text{Hg}$ , sono spesso elettroliti deboli

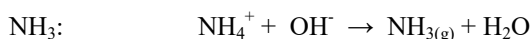
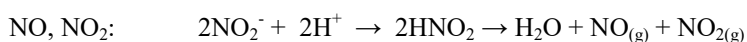
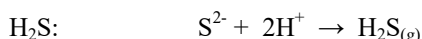
#### NON-ELETTROLITI

**ACQUA**.

La grande maggioranza dei **COMPOSTI ORGANICI**.

## TABELLA C

### GAS E SOLUZIONI ACQUOSE



## ***Laboratorio di Chimica***

### ***Esperienza 2a: Preparazione di soluzioni a titolo noto, misura pH***

#### **Preparazioni di soluzioni a concentrazione nota partendo da reagenti solidi.**

Per preparare le soluzioni si pesa la quantità necessaria del solido, e quindi si porta a volume in un matraccio tarato.

- a) Preparare **100 mL** di una soluzione di NaCl 0.05 M
- b) Preparare **100 mL** di una soluzione di Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.1 M
- c) preparare **100 mL** di una soluzione di NH<sub>4</sub>Cl 0.4 M

Calcolare l'errore sulla concentrazione per tutte le soluzioni preparate:

$$\Delta M/M = \Delta g/g + \Delta V/V$$

Il pH di una soluzione può essere misurato: a) tramite la cartina tornasole, una speciale carta imbevuta di una serie di sostanze che cambia colore a seconda dell'acidità o della basicità della soluzione in cui è immersa

b) tramite uno strumento chiamato pHmetro che fornisce direttamente il valore del pH della soluzione.

Determinare il valore del pH con i due metodi proposti, delle soluzioni preparate e riportare i valori nella seguente tabella:

Prodotto	pH cartina tornasole	pHmetro
NaCl		
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>		
NH <sub>4</sub> Cl		

## Esperienza 2b: Preparazione di soluzioni a titolo noto, misura pH

### Preparazioni di soluzioni a concentrazione nota per diluizione.

Per preparare le soluzioni si preleva una quantità nota del reagente più concentrato e quindi si porta a volume in un matraccio tarato.

-a partire da una soluzione di HCl **0.1 M**, preparare:

- a) 100 mL di una soluzione di HCl **0.01 M**
- b) 100 mL di una soluzione di HCl **0.001 M**

Ricordando che  $M_i \cdot V_i = M_f \cdot V_f$ , si calcoli il volume  $V_i$  di HCl 0.1M che occorre prelevare. Si prelevi con una pipetta tarata il volume calcolato  $V_i$  e lo si porti al volume finale  $V_f$  con acqua distillata nel matraccio.

CALCOLARE IL PH TEORICO DELLE SOLUZIONI PREPARATE ( $\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$ )

Per ogni soluzione si calcoli l'errore commesso nella preparazione.

$$\Delta M_f/M_f = \Delta M_i/M_i + \Delta V_i/V_i + \Delta V_f/V_f$$

Per semplicità si consideri la concentrazione della soluzione 0.1 M priva di errore, ovvero  $\Delta M_i/M_i = 0$

Il pH di una soluzione può essere misurato: a) tramite la cartina tornasole, una speciale carta imbevuta di una serie di sostanze che cambia colore a seconda dell'acidità o della basicità della soluzione in cui è immersa

b) tramite uno strumento chiamato pHmetro che fornisce direttamente il valore del pH della soluzione. (errore ammesso rispetto al pH teorico:  $\pm 0.15$  unità di pH).

Determinare il valore del pH con i due metodi proposti, delle soluzioni preparate e riportare i valori nella seguente tabella:

Prodotto	pH teorico	pHmetro	pH cartina tornasole
HCl 0.01 M			
HCl 0.001 M			

## **Laboratorio di Chimica**

### **Esperienza 3a: Titolazione Acido forte-Base forte**

Una titolazione è un'analisi che consiste nel determinare sperimentalmente la quantità di una sostanza presente in soluzione, per mezzo di una soluzione a concentrazione nota di un adatto reagente.

Scopo della presente esperienza è l'esecuzione di una titolazione acido/base. In questo caso si determinerà il titolo (ovvero la concentrazione) di una soluzione di HCl mediante una soluzione di NaOH 0.1M, secondo la reazione:



Poiché HCl è un acido forte e NaOH una base forte, tale reazione è quantitativa. Pertanto, nota la concentrazione della base, è possibile risalire alla concentrazione dell'acido dal volume di base impiegato. Si definisce **punto di equivalenza** lo stadio in cui la quantità di titolante aggiunto è stechiometricamente equivalente alla quantità di analita presente nella soluzione da titolare. Per una reazione acido/base in **rapporto stechiometrico 1:1**, questa condizione si verifica quando è stato aggiunto un **numero di moli di titolante pari al numero di moli presenti nella soluzione da titolare**. Per una reazione acido forte/base forte, si verifica un'elevata variazione di pH in corrispondenza del punto di equivalenza. Pertanto è possibile impiegare un indicatore di pH per evidenziare il raggiungimento del punto di equivalenza, purché l'intervallo di viraggio dell'indicatore (generalmente  $\text{pK}_{\text{Ind}} \pm 1$ ) risulti interamente compreso all'interno dell'intervallo di variazione di pH corrispondente al raggiungimento del punto di equivalenza. Per una titolazione come quella in esame possono impiegarsi i seguenti indicatori:

Fenolftaleina: intervallo di viraggio pH 8-10; incolore in soluzione acida e rosa in soluzione basica

Blu di bromotimolo: intervallo di viraggio pH 6-7.8; giallo in soluzione acida e blu in soluzione basica

#### **Procedimento:**

**avvinare** la buretta e riempirla con la soluzione di NaOH a titolo noto. **Azzerare poi la buretta controllando che non vi siano bolle d'aria.**

Prelevare con una pipetta 20/25 ml di una soluzione di HCl con titolo approssimato 0.1M, deporli in un becker/beuta e aggiungere 3-4 gocce di indicatore alla soluzione. Tenendo la soluzione sotto agitazione, aggiungere goccia a goccia la soluzione di base fino a viraggio dell'indicatore. **Prendere nota del volume aggiunto**, e ripetere la titolazione altre 3 volte (totale 4 titolazioni: 2 con la fenolftaleina e 2 con il blu di bromotimolo).

Calcolare la molarità dell'acido titolato.

### Esperienza 3b: Determinazione dell'acidità del succo di limone

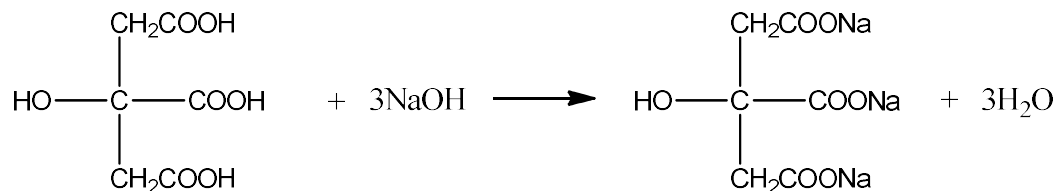
#### Procedimento:

spremere completamente un limone e filtrare il succo su un filtro di carta, prelevare con pipetta graduata 2 mL e versarli in beaker o beuta da 250 mL; aggiungere circa 100 mL di acqua distillata e 3/4 gocce di fenolftaleina come indicatore.

**Avvinare** la buretta e riempirla con la soluzione di NaOH 0.1 M. **Azzerare poi la buretta controllando che non vi siano bolle d'aria.**

Tenendo la soluzione di succo di limone sotto agitazione, aggiungere goccia a goccia la soluzione di NaOH fino a viraggio dell'indicatore. Prendere nota del volume aggiunto, e **ripetere la titolazione altre due volte.**

A questo punto tutto l'acido citrico presente nel succo di limone è stato neutralizzato dall'idrossido di sodio con la seguente reazione:



Per neutralizzare 1 mole di acido citrico sono necessarie 3 moli di idrossido di sodio, per cui il numero di moli presenti nella quantità di NaOH sgocciolata è 3 volte il numero di moli di acido citrico presenti nei 2 mL di succo di limone.

Nel caso in cui siano stati utilizzati, per es 20 mL di idrossido di sodio, i calcoli saranno i seguenti:

$$\text{moli di idrossido presenti in 20 mL: } n_{\text{moli}} = M \times V_L = 0.1 \times 0.02 = 0.002$$

Il valore ricavato corrisponde al numero di moli presenti in 20 mL di idrossido di sodio 0.1 M, per cui il numero di moli di acido citrico presenti in 2 mL di succo di limone è 1/3 di tale valore, cioè  $n_{\text{moli}} = 0.00066$ .

Da questo valore si può ricavare la molarità dell'acido citrico del succo di limone:

$$0.00066 : 2 = x : 1000 \quad x = 1000 \times 0.00066 / 2 = 0.33 \text{ M}$$

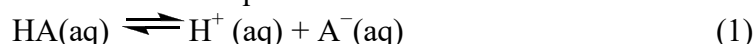
## Laboratorio di Chimica

### Esperienza 4. Determinazione della costante di dissociazione di un acido debole, proprietà di un tampone.

#### A) Determinazione della costante di dissociazione di un acido debole.

Gli acidi e le basi forti in acqua subiscono una ionizzazione completa, mentre gli acidi e le basi deboli subiscono una ionizzazione parziale (spesso solo 1% in soluzioni 0.1M). L'acido cloridrico HCl e il sodio idrossido NaOH sono tipici esempi di acido forte e base forte. L'acido acetico CH<sub>3</sub>COOH e l'ammoniaca NH<sub>3</sub> sono tipici esempi di acido debole e base debole.

Un acido debole si ionizza secondo l'equilibrio:



All'equilibrio,

$$\frac{[\text{H}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]} = K_a \quad (2)$$

$K_a$  è una costante caratteristica dell'acido HA; nelle soluzioni contenenti HA il prodotto delle concentrazioni nell'equazione (2) rimane costante all'equilibrio indipendentemente dal modo in cui la soluzione è stata preparata. Una relazione simile può essere scritta nel caso di una base debole.

Il valore della  $K_a$  per un acido debole può essere trovato sperimentalmente in vari modi. Una procedura molto semplice prevede pochi calcoli, è accurata e non richiede la conoscenza della molarità dell'acido. Un campione di acido debole HA viene disciolto in acqua. La soluzione viene divisa in due parti uguali. Una parte della soluzione viene titolata fino al punto di viraggio della fenolftaleina con NaOH e l'acido viene convertito in A<sup>-</sup> secondo la reazione:



Il numero di moli di A<sup>-</sup> prodotte è uguale al numero di moli di HA nel secondo campione. Le due soluzioni vengono mischiate e viene determinato il pH della soluzione ottenuta. In questa soluzione è chiaro che [HA] è uguale a [A<sup>-</sup>], così che secondo l'equazione (2),

$$[\text{H}^+] = K_a \quad (4)$$

Usando questo metodo la [H<sup>+</sup>] ottenuta dalla misura del pH è uguale al valore della costante di ionizzazione dell'acido.

#### Procedura.

Vi verrà consegnato un campione di un acido incognito (circa 100mL). Misurate 100 mL di acqua distillata in una beuta/beaker da 250 mL e aggiungete 20 mL del vostro campione di acido. Titolate la soluzione così preparata con NaOH 0.2 M utilizzando la fenolftaleina come indicatore (colorazione rosa). Segnate il volume utilizzato e ripetete la titolazione altre 2 volte. Determinate il titolo dell'acido.

Prelevate 20 mL della soluzione di acido e versateli in un beaker/beuta da 250 mL contenente 100 mL di acqua distillata. Versate metà della soluzione in un'altra beuta/beaker da 250 mL. Usate il livello delle soluzioni nei due recipienti per stabilire quando il volume delle due soluzioni è uguale. Titolate l'acido in una delle due beute/beaker fino al punto finale della fenolftaleina usando NaOH 0.2 M (colorazione rosa).

Mischiate la soluzione titolata con la soluzione dell'acido della seconda beuta/beaker e misurate il pH della soluzione. Dai valori osservati di pH calcolate la  $K_a$  dell'acido incognito.

**B) Proprietà di un tampone.** La soluzione che avete preparato precedentemente è un tampone contenente un acido debole HA e la sua base coniugata  $A^-$  in uguale concentrazione. Questa soluzione è più resistente ai cambiamenti di pH rispetto ad una semplice soluzione acquosa perchè l'acido presente HA può reagire con gli ioni  $OH^-$  che vengono aggiunti sottoforma di base, e l'anione  $A^-$  può reagire con gli ioni  $H^+$  che vengono aggiunti sottoforma di acido.

**Procedura.**

A 25mL della soluzione tampone che avete ottenuto aggiungete 5 gocce di HCl 0.1 M e agitate la soluzione con una bacchetta di vetro. Misurate il pH della soluzione risultante. Poi aggiungete 5 gocce di HCl 0.1M a 25mL di acqua distillata e misurate il pH.

Ad altri 25 mL di soluzione tampone aggiungete 5 gocce di NaOH 0.1M. Agitate la soluzione e misurate il pH. Poi aggiungete 5 gocce di NaOH 0.1 M a 25 mL di acqua distillata e misurate il pH. Scrivete la reazione che mostra perchè la soluzione tampone resiste ai cambiamenti di pH quando vengono aggiunti ioni  $H^+$ . Scrivete una seconda equazione che mostra come la soluzione tampone resiste ai cambiamenti di pH quando vengono aggiunti ioni  $OH^-$ . Scrivete la reazione che spieghi il pH osservato quando HCl 0.1 M o NaOH 0.1 M vengono aggiunti ad una soluzione acquosa.

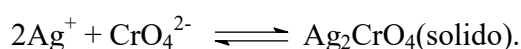
Soluzione	Tampone	Tampone + HCl	Tampone + NaOH	H <sub>2</sub> O dist.	H <sub>2</sub> O dist. + HCl	H <sub>2</sub> O dist. + NaOH
pH						

## ***Laboratorio di Chimica***

### ***Esperienza 5a: Determinazione dei cloruri in un campione di acqua secondo il metodo di Mohr***

Le reazioni che producono la separazione di solidi da fasi liquide sono alla base di metodiche analitiche dette titolazioni per precipitazione. La maggior parte di questo tipo di titolazioni utilizza il nitrato d'argento ( $\text{AgNO}_3$ ) come reattivo precipitante. L'argentometria sfrutta la reazione fra gli ioni argento e ioni con i quali essi formano sali poco solubili:  $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{AgCl}(\text{solido})$

Il metodo di Mohr consiste nella titolazione dello ione cloruro con nitrato d'argento impiegando come indicatore il cromato di potassio. Quando si aggiunge goccia a goccia una soluzione di  $\text{AgNO}_3$  ad una soluzione contenente ioni  $\text{Cl}^-$  e ioni  $\text{CrO}_4^{2-}$ , si osserva che ogni goccia di nitrato d'argento produce una macchia rosso mattone di  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  che scompare rapidamente agitando, mentre precipita il cloruro d'argento bianco, la cui solubilità è minore di quella del cromato d'argento. E' evidente che quando tutti gli ioni cloruro saranno precipitati sotto forma di  $\text{AgCl}$ , la prima goccia di  $\text{AgNO}_3$  in eccesso impartirà alla soluzione un colore rosso mattone per la precipitazione del cromato d'argento, perciò al punto equivalente si avrà:



Il prodotto di solubilità del cloruro d'argento a temperatura ambiente risulta  $1.2 \times 10^{-10}$ , quello del cromato d'argento  $1.2 \times 10^{-12}$ .

#### **Procedimento.**

Prelevare con una buretta automatica 50 mL di acqua, aggiungere una pipettata di indicatore  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  e titolare con  $\text{AgNO}_3$  0.01 M. Il punto equivalente sarà raggiunto quando la soluzione si colorerà di rosso mattone. Ripetere la titolazione altre 2 volte. Determinare i mg/L di ioni cloruro.

Determinare i mg/L di ioni cloruro anche nell'acqua di rubinetto utilizzando la stessa procedura, prelevando i 50 mL di acqua con una pipetta tarata.

Calcoli:

$$\text{mg/L Cl}^- = a \cdot M \cdot 35.45 \cdot 1000/V$$

a = volume di nitrato d'argento in mL

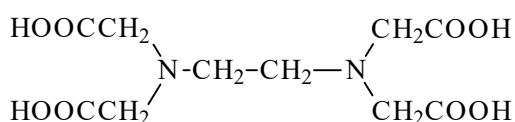
M = molarità del nitrato d'argento

V = volume del campione in mL

## Esperienza 5b: Determinazioni complessometriche

La durezza di un'acqua è la quantità di ioni metallici in essa presenti. Nelle acque naturali, ad eccezione di quelle marine, il calcio e il magnesio sono i cationi presenti in concentrazione più alta, in particolare sotto forma di carbonati, bicarbonati e solfati. L'unità di misura più usata della durezza sono i gradi francesi.

La determinazione della durezza totale si effettua mediante una titolazione chelometrica, basata cioè sulla formazione quantitativa di un complesso fra i cationi metallici ed un opportuno legante. Per la determinazione degli ioni  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$  si adopera come legante l'EDTA (acido etilendiamminotetracetico,  $\text{H}_4\text{Y}$ ).



L'EDTA ha il maggior potere chelante nella forma completamente deprotonata  $\text{Y}^{4-}$ . Pertanto si deve tamponare la soluzione a pH 10.

Per evidenziare il punto di equivalenza della titolazione, si usa un indicatore metallocromico, il

NET (nero eriocromo T). Il NET ha una colorazione blu quando è presente in soluzione non legato al  $\text{Mg}^{2+}$ , mentre ha una colorazione rosso vinaccia quando è presente  $\text{Mg}^{2+}$  in soluzione. La colorazione rossa è dovuta al complesso che il NET forma con lo ione  $\text{Mg}^{2+}$ .

Durante la titolazione, poiché la costante di formazione del complesso fra  $\text{Ca}^{2+}$  ed EDTA è maggiore di quella fra  $\text{Mg}^{2+}$  ed EDTA, viene prima titolato lo ione calcio, poi il magnesio, ed il punto finale è indicato dalla variazione del colore dell'indicatore dal rosso vinaccia al blu.

Il calcio può essere determinato effettuando la titolazione con EDTA a pH sufficientemente elevato (pH= 12-13) per allontanare il magnesio, precipitandolo come  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . Inoltre occorre adoperare un indicatore che reagisca solo con il calcio, quale ad esempio il **calcon**.

### Parte sperimentale

#### a) Determinazione dello ione calcio e magnesio (durezza totale di un'acqua)

##### Procedura:

A 50 ml di un campione di acqua prelevati con una buretta automatica aggiungere 2.5 ml di soluzione tampone pH 10 e una punta di spatola di indicatore nero eriocromo T (NET).

Titolare con una soluzione 0.01M di EDTA fintanto che il colore della soluzione passa dal rosso vinoso al blu. Ripetere la titolazione altre 2 volte. Dal volume di EDTA addizionato determinare la durezza totale dell'acqua (°F) ossia i mg di calcio e magnesio espressi come mg di  $\text{CaCO}_3$  presenti nel campione.

1 grado francese = 10 mg di  $\text{CaCO}_3$  in un litro di acqua.

#### b) Determinazione dello ione calcio in presenza dello ione magnesio in un campione di acqua

##### Procedura:

A 50 ml di un campione di acqua prelevati con una buretta automatica aggiungere 6 ml di soluzione di NaOH 6M (il pH finale della soluzione deve essere compreso tra 12 e 12.5 in maniera da precipitare completamente il magnesio come idrossido) e una punta di spatola di indicatore calcon.

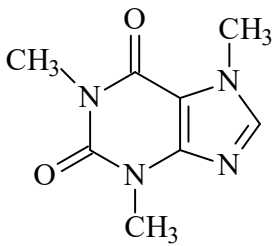
Titolare con una soluzione 0.01M di EDTA fintanto che il colore della soluzione passa dal rosa a blu. Ripetere la titolazione altre 2 volte.

Determinare la quantità di calcio presente nell'acqua ed anche la quantità di magnesio utilizzando i dati della procedura a.

## Laboratorio di Chimica

### Esperienza 6: ESTRAZIONE DELLA CAFFEINA DAL TÈ

Scopo della presente esperienza è acquisire familiarità con i metodi di separazione (filtrazione, estrazione, evaporazione), di purificazione (cristallizzazione) e di caratterizzazione (spettroscopia UV-visibile).



CAFFEINA

La caffeina, ovvero la 1,3,7-trimetilxantina, è una sostanza presente sia nei grani di caffè sia nelle foglie del tè. È un noto stimolatore del sistema nervoso centrale e del sistema respiratorio. È inoltre uno stimolatore cardiaco, provoca il rilassamento dei muscoli lisci e la dilatazione delle coronarie. Per separare la caffeina dalla cellulosa, che è il principale componente delle foglie di tè, le foglie vengono bollite in acqua. La soluzione acquosa alla fine dell'operazione di estrazione contiene, oltre la caffeina, tannini, clorofilla e pigmenti flavonoidi bruni. Durante l'estrazione si aggiunge carbonato di calcio che ha la funzione di formare sali di calcio insolubili delle sostanze acide (tannini) liberando la caffeina che poi verrà estratta in un solvente organico come il cloroformio o il

diclorometano. (la caffeina è circa 9 volte più solubile in tali solventi che in acqua). Poiché anche la clorofilla è solubile in diclorometano, la caffeina grezza presenterà una leggera colorazione verde. Dopo purificazione con acetone, la caffeina pura verrà caratterizzata attraverso spettrofotometria Uv-visibile.

#### **Procedimento**

In un becker porre 3-4 bustine di tè, aggiungere 400 mL di acqua, un cucchiaino di  $\text{CaCO}_3$ , far bollire per 10 minuti agitando la sospensione.

Raffreddare la sospensione e filtrare su carta da filtro in beuta da 500 mL. Lasciar raffreddare la soluzione filtrata fino a temperatura ambiente e quindi trasferirla in un imbuto separatore da 500 mL.

Estrarre 2-3 volte con 50mL di diclorometano (fate attenzione a non agitare troppo vigorosamente in quanto si potrebbe formare un'emulsione difficile da separare) e filtrare la fase organica su cotone e  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anidro (per rimuovere le tracce di acqua). Unire le fasi organiche ottenute e trasferire la soluzione in una capsula; far evaporare il solvente per riscaldamento su piastra scaldante (lavorare sotto cappa). Si ha la formazione di un solido bianco verdastro che costituisce la caffeina grezza.

Ridisciogliere il solido ottenuto in acetone (5mL circa), filtrare la sospensione ottenuta su cotone e portare a secco. Si ottiene un solido bianco che rappresenta la caffeina pura.

Registrare lo spettro Uv.-visibile di una soluzione in diclorometano del solido bianco finale e confrontarlo con lo spettro della caffeina pura.