

Esperienza 2
DETERMINAZIONE COMPLESSOMETRICA DELLA DUREZZA DI VARIE
ACQUE.
VERIFICA DELLA FORZA DI UN TAMPONE NH₃/NH₄⁺.

Strumentazione: buretta, sostegno con pinza, beuta, becher, cilindro graduato, occhiali di sicurezza, barretta magnetica, agitatore magnetico.

Soluzioni: a) soluzione standard del sale bisodico dell'acido etilendiamminotetraacetico con concentrazione 0.01000 N, (EDTA me = mm = 372.24); b) tampone ammoniacale pH = 10.0; c) indicatore metallocromico: nero di eriocromo T (NET), varie acque, HCl.

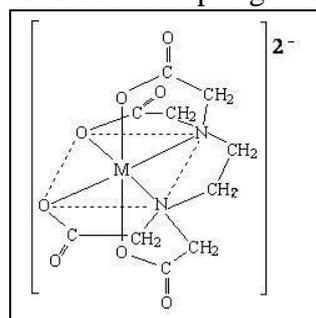
- 1) Servendosi di un imbuto, svinare e riempire una buretta con la soluzione di EDTA 0.01000 N già pronta.
- 2) Mettere in una beuta pulita 50.0 ml dell' H₂O da analizzare che si preleva dalle burette già predisposte.
Si tratta a) di acqua di rubinetto e b) acqua di rubinetto bollita.
- 3) Sotto la cappa, aggiungere nella beuta 5.0 mL di tampone ammoniacale NH₃/NH₄⁺ a pH 10.0 servendosi di un cilindro graduato. (**ATTENZIONE** irritante per gli occhi e per le vie respiratorie).
- 4) Sotto la cappa, aggiungere 2 - 3 gocce dell'indicatore Nero Eriocromo T (NET): la soluzione assume colorazione rossa perché si forma il complesso tra Mg²⁺ e l'indicatore.
- 5) Mettere sotto la beuta un foglio di carta bianca per apprezzare meglio il viraggio.
- 6) Titolare con la soluzione del sale bisodico dell'EDTA: quando ci si accorge che la soluzione comincia a cambiare colore, aggiungere il titolante goccia a goccia e fermarsi quando la soluzione assume colore blu netto.
- 7) Ripetere la titolazione e fare la media tra le due.
- 8) Titolare allo stesso modo anche il campione di acqua bollita.
- 9) Provare anche su acqua distillata nel modo seguente: versare col cilindro graduato 50 mL di acqua distillata nella beuta, aggiungere 5 mL di tampone ammoniacale e 2 gocce di NET. La soluzione assume colore blu a dimostrazione che nell'acqua distillata non sono presenti ioni Ca²⁺ e Mg²⁺ in quantità rilevabili in queste condizioni sperimentali.
- 10) Calcolare la durezza totale, temporanea e permanente dell' H₂O espressa in mg di CaCO₃ / L (ppm) ed in °F.

OSSERVAZIONI:

La durezza totale delle acque si riferisce alle concentrazioni di Ca²⁺ e Mg²⁺ che eccedono di gran lunga quelle degli altri ioni metallici presenti. In questa esperienza si titolano Ca²⁺ + Mg²⁺ senza differenziarli.

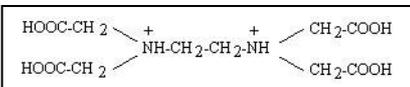
La durezza si esprime di solito in mg di CaCO₃ / L (ppm) o talora in gradi francesi (1 °F = 10 mg di CaCO₃ / L).

L'indicatore NET è un chelante che si lega preferenzialmente col Mg²⁺ e col Ca²⁺ dando una colorazione rossa quando è legato e blu quando è libero. La K di formazione del complesso ione-EDTA è più grande di quella ione-indicatore. Quando all'inizio si mette l'indicatore in



soluzione, si forma il complesso colorato in rosso ione-indicatore ma man mano che si aggiunge l' EDTA questi sottrae lo ione all'indicatore. Al punto di titolazione l'indicatore resta senza ione e si colora di blu.

EDTA



Struttura schematica dello ione Mⁿ⁺ legato ad una molecola di EDTA.

ESEMPIO DI CALCOLO DELLA DUREZZA DI UN'

ACQUA

1) Determinare la durezza totale di un'acqua in mg / L di carbonato di calcio (ppm) ed in gradi francesi (°F), se 50.0 mL di essa sono titolati da 12.6 ml di una soluzione di EDTA 0.01 M. In 50 mL sono presenti dunque $0.01 \times 12.6 = 0.126$ milliequivalenti (mequiv) di $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$: in questo caso mequiv = mmoli.

Per determinare la durezza si finge che siano tutti mmoli di CaCO_3 : (mm = 100.09)

mg CaCO_3 = mmoli x mm = $0.126 \times 100.09 = 12.6$ mg in 50 ml.

In 1 L sono pertanto contenuti: $12.6 : 50 = X : 1000$ $X = 252$ mg
pari a 252 ppm o 25.2 °F.

2) Dopo aver fatto bollire la soluzione precedente, la si filtra su carta per eliminare il carbonato di calcio CaCO_3 precipitato.

La titolazione di 40 mL di tale soluzione richiede 7.5 mL di EDTA 0.01 M.

Determinare la durezza permanente e quella temporanea dell'acqua in analisi.

Eseguito calcoli analoghi ai precedenti, si ottiene per l'acqua dopo ebollizione:

durezza permanente = 188 ppm pari a 18.8 °F.

durezza temporanea = $252 \text{ ppm} - 188 \text{ ppm} = 64 \text{ ppm} = 6.4 \text{ °F}$.

VERIFICA DELLA CAPACITÀ TAMPONANTE PER IL TAMPONE $\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$

a) Mettere in un becher 2.0 mL del tampone $\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$ prelevati con una pipetta doppia tacca con capacità 2.0 mL.

b) Immergervi una barretta magnetica e l'elettrodo per pH.

c) Diluire con acqua fino a quando risulta completamente immerso il setto poroso dell'elettrodo combinato a vetro.

d) Accendere l'agitatore magnetico e leggere il pH.

e) Aggiungere 1.0 mL di HCl 0.1 M servendosi di una pipetta doppia tacca con capacità 1.0 mL e leggere il nuovo pH.

f) Lavare accuratamente l'elettrodo ed immergerlo in becher contenente la barretta magnetica ed acqua distillata fino a coprire il setto poroso dell'elettrodo combinato a vetro.

g) Misurare il pH prima e dopo l'aggiunta di 1 mL di HCl 0.1 M

h) Fare una tabella del seguente tipo:

	pH prima dell'aggiunta	pH dopo l'aggiunta	variazione di pH
Tampone ammoniacale			
H ₂ O pura			

Confrontare e commentare i risultati ottenuti.