

Protocollo delle Esercitazioni del Corso di Chimica Generale ed Inorganica e Laboratorio

Durante la permanenza in laboratorio, gli studenti sono rigorosamente tenuti ad adottare un comportamento idoneo all'ambiente di laboratorio.

Le concentrazioni di tutti i reattivi adoperati nel corso delle Esercitazioni del Corso di Chimica Generale ed Inorganica e Laboratorio sono sempre sufficientemente basse da non costituire fonte di rischio.

Gli studenti dovranno:

- indossare il camice di laboratorio
- non inspirare, non bere, non ingoiare, non assaggiare, non toccare direttamente alcuna sostanza chimica
- non correre
- non parlare al cellulare
- non distrarsi
- leggere con attenzione e completamente la ricetta *prima* di iniziare il lavoro sperimentale
- in caso di dubbi sulla corretta esecuzione di una certa operazione chiedere spiegazioni al docente
- rivolgersi al docente per qualunque difficoltà
- lavarsi le mani non appena si abbandona il laboratorio.

Esercitazione n.1

Lo scopo di questa prima esercitazione è quello di imparare ad utilizzare alcuni strumenti (bilancia e piastra agitante e riscaldante), e ad eseguire alcune semplici operazioni di laboratorio (preparazione di soluzioni, diluizione e cristallizzazione).

Descrizione dell'esercitazione

A) purificazione, mediante la tecnica della cristallizzazione, di un campione di KNO_3 impuro per la presenza di solfato di rame pentaidrato (circa il 2% in peso di $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

B) determinazione della densità di sistemi liquidi: acqua e soluzioni acquose di NaCl .

Entrambi i punti A e B richiederanno l'utilizzo di una bilancia

Procedura generale per effettuare una pesata

AZZERAMENTO:

Lo strumento utilizzato è una bilancia semianalitica digitale a lettura diretta con portata massima di 500 g, con la quale è possibile apprezzare fino a una massa di 0.001 g.

La prima operazione consiste nell'azzeramento della bilancia: a piattello scarico si preme il tasto "TARA", e il *display* deve segnare il valore 0.000 (**NOTA: è possibile che ci sia oscillazione sull'ultima cifra decimale!**).

TARA:

Si posa sul piatto della bilancia il contenitore da usare (navicella in plastica, becker, beuta, matraccio, ecc..) vuoto ed asciutto, e si ripreme il tasto "TARA"; il *display* dovrà di nuovo corrispondere a 0.000 g. Nel contenitore appena tarato, andrà aggiunta la sostanza da pesare.



A. Purificazione, mediante cristallizzazione, di un campione di KNO_3 impuro per CuSO_4

A. Cecchi

- Pesare circa 5 g di sale in una navicella di plastica con il sistema della tara e riportare sul quaderno di laboratorio il valore della pesata con tutte le cifre segnate dal display: l'oscillazione rappresenta l'incertezza della misura.
- Trasferire quantitativamente il sale in un beaker da 25 mL e aggiungere 10 mL di acqua distillata preventivamente misurati con un cilindro da 10 mL.



- Questo beaker, nel quale è stata inserita una barretta magnetica (detta anche ancorotta), viene posto su una piastra agitante e riscaldante per favorire la dissoluzione del solido. L'agitazione del sistema si ottiene aumentando lentamente, con l'apposita manopola, la velocità di rotazione dell'ancoretta, in modo da evitare che la soluzione schizzi fuori dal recipiente. Il riscaldamento si regola con l'apposita manopola (non superare il valore indicativo tra i 40 e i 50 °C).
- Sospendere il riscaldamento e l'agitazione del sistema quando tutto il solido bianco si è sciolto.

- Lasciare raffreddare la soluzione, ponendo il beaker sul banco ed evitando di spostarlo ulteriormente.

Osservazioni:

Perché la soluzione è colorata?

Quale composto cristallizza e perché?

Perché la soluzione madre rimane colorata?

B. Determinazione della densità dell'acqua e della densità di due soluzioni acquose di NaCl aventi differenti concentrazioni

Determinazione della densità dell'acqua

- Pesare un *matraccio* tarato da 25 mL, perfettamente pulito e asciutto; annotare la massa riportando tutte le cifre segnate sul display (Riportare il valore in Tabella 1).
- Riempire il matraccio appena pesato con acqua distillata. L'operazione va condotta usando la spruzzetta, effettuando piccole aggiunte, facendo attenzione a non superare la tacca di calibrazione. Quindi usando una pipetta pasteur, si aggiunge ancora acqua fino a portare a volume, cioè finché il fondo del menisco risulti tangente alla tacca di calibrazione.
- Pesare il matraccio pieno e annotare il valore (riportare il valore in Tabella 1).



Determinazione della densità di soluzioni acquose di NaCl

A) Preparare 100 mL di una soluzione di NaCl 2.00 M

- Calcolare la massa di NaCl necessaria per preparare 100 mL di una soluzione 2.00 M.

$$C(M) = \frac{n(\text{mol})}{V(L)}$$

- Pesare la quantità di NaCl in una navicella di plastica, utilizzando il sistema della tara.
- Pesare un matraccio tarato da 100 mL, perfettamente pulito e asciutto; annotare la massa, riportando tutte le cifre segnate sul display (riportare il valore in Tabella 1).

- Servendosi di un imbuto, trasferire il sale dalla navicella nel matraccio da 100 mL appena pesato; mediante aggiunte successive di piccoli volumi di acqua distillata **sciogliere perfettamente** il sale (mantenere il livello del liquido abbondantemente al di sotto della tacca di calibrazione!!). Quindi usando una pipetta, aggiungere ancora acqua fino a portare a volume.
- Pesare il matraccio contenente la soluzione 2.00 M di NaCl appena preparata e prendere nota della massa (riportare il valore in Tabella 1).

B) Preparare 10.0 mL di una soluzione di NaCl 0.500 M a partire dalla soluzione 2.00 M.

- Trasferire la soluzione 2.00 M in una bottiglia di plastica, accertandosi che sia pulita e asciutta.
- Calcolare il volume di soluzione 2.00 M necessario per preparare i 10 mL di soluzione 0.500 M.

$$C_1(M) \times V_1(L) = C_2(M) \times V_2(L)$$



- Pesare un matraccio tarato da 10.0 mL, perfettamente pulito e asciutto, e prendere nota della massa (riportare il valore in Tabella 1).
- Prelevare con la *pipetta automatica* il volume calcolato di soluzione 2.00 M e trasferirlo nel matraccio da 10 mL appena pesato. Portare a volume con acqua distillata.
- Pesare il matraccio contenente la soluzione 0.500 M di NaCl e prendere nota della massa (riportare il valore in Tabella 1).

Trattamento dei dati sperimentali

Sapendo che $d = \frac{m(g)}{V(mL)}$, ricavare la densità dei tre sistemi preparati.

Riportare i dati sperimentali e i risultati con il corretto numero di cifre significative.

Tabella 1

Soluzione	Concentrazione del sale	Volume del matraccio	Massa del matraccio vuoto	Massa del matraccio pieno	Massa della soluzione	Densità
(Acqua)						
NaCl 2.00 M						
NaCl 0.500 M						

Paragonare i tre valori ottenuti e fare delle valutazioni.

Esercitazione n. 2

Nel corso di questa esperienza, produrrete alcune reazioni tipiche dello ione Cu^{2+} ed eseguirete alcune fondamentali operazioni di laboratorio quali dissoluzione, precipitazione, decantazione e filtrazione. Le reazioni che farete avvenire hanno come punto di partenza una soluzione diluita (1% in massa) di solfato di rame pentaidrato $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Questo composto è un solido ionico, ovvero un aggregato di ioni Cu^{2+} e ioni SO_4^{2-} . Il solfato di rame è un composto adoperato anche in agricoltura biologica come concime e fungicida. Il solfato di rame, disciolto in acqua, si dissocia negli ioni costituenti. Osserverete che la soluzione contenente ioni Cu^{2+} è colorata in azzurro. Il colore azzurro è dovuto alla specie idratata di formula $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$.

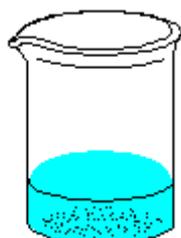
Vi saranno consegnati circa 20 cm³ di soluzione di solfato di rame in una provetta. Da questa provetta preleverete via, via, piccoli volumi di soluzione di cui vi servirete per tutte le reazioni descritte di seguito.

1- Reazione redox

Versate in una provetta 4-5 cm³ della vostra soluzione di solfato di rame, aggiungetevi zinco in granuli (3-4 granuli). Lasciate da parte per almeno un'ora. Ogni tanto agitate e osservate ciò che accade. Annotate sul quaderno la reazione che avviene. Torneremo a questa reazione al punto 8 di questa ricetta.



2- Ottenimento dell'idrossido di rame $\text{Cu}(\text{OH})_2$



(vi servirete, tra le altre cose, della cartina indicatrice di acidità)

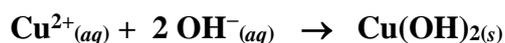
Versate circa 5 cm³ della vostra soluzione azzurra di solfato di rame in un beaker da 100 cm³ ed aggiungete acqua distillata fino a riempire il beaker per circa un quinto del suo volume (cioè fino ad un volume totale di circa 20 cm³).

Prelevate da una bottiglia di plastica, con una pipetta pasteur, alcuni cm³ di soluzione acquosa di idrossido di sodio (NaOH) 0.5 M, e versateli goccia a goccia nel vostro beaker.

Immergete nella soluzione contenuta nel vostro beaker la punta di una bacchetta di vetro e, con questa, toccate un piccolo pezzetto di cartina indicatrice (tagliatelo dalla striscetta che vi è stata fornita). Il colore **blu scuro** che la cartina assume indica che la **soluzione** è **alcalina**; la cartina indica cioè che la soluzione è ricca di ioni idrossido (OH^-). Se il colore della cartina non è blu scuro, aggiungete ancora qualche goccia di soluzione di NaOH. Notate che nella soluzione si sta formando un corpo gelatinoso e azzurro: il **precipitato**. Esso è costituito da idrossido di rame(II) $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (di colore azzurro) che, essendo un composto poco solubile in acqua, **precipita**.



La reazione che avviene è:



3- Trasformazione dell'idrossido di Cu(II) in ossido di Cu(II)

ATTENZIONE: -qui userete la piastra elettrica riscaldante- non ustionarsi!! ATTENZIONE: il filo di alimentazione della piastra elettrica non deve avvicinarsi alla piastra elettrica calda

Aggiungete ancora nel beaker, in cui è iniziata la precipitazione di $\text{Cu}(\text{OH})_2$, alcune altre gocce di soluzione di NaOH , avendo cura di agitare con una bacchetta la soluzione contenuta nel vostro beaker e saggiandola di tanto in tanto con porzioni sempre nuove di cartina indicatrice, come detto sopra. Quando la cartina si colora di blu, sospendete l'aggiunta di soluzione alcalina e ponete il beaker a riscaldare su una piastra riscaldante (impostata ad una *temperatura moderata di 50-60°C*).

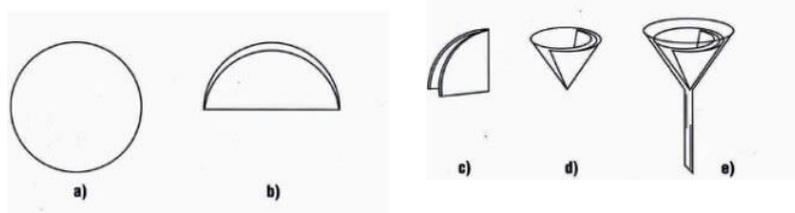
Lasciate riscaldare la soluzione agitando di tanto in tanto con la bacchetta. Via, via che la soluzione si riscalda, il precipitato diventa sempre più scuro fino a diventare quasi nero. Quando tutto il precipitato si è colorato di nero, togliete il beaker dalla piastra (**Attenti a non scottarvi**: usate della carta strofinaccio per sollevare il beaker) e portatelo sul banco. Il precipitato nero è costituito da ossido di rame (II) ovvero ossido rameico, CuO . Durante il riscaldamento è avvenuta la reazione:



Poiché anche l'ossido di rame(II) è praticamente insolubile in acqua, lo si trova separato come solido.

4- Filtrazione

Ora dovete *filtrare* operando nel seguente modo: prendete un **disco di carta da filtro**, piegatelo prima "in due" e poi "in quattro" e, aprendolo a forma di cono, poggiate lo nell'imbuto di vetro.



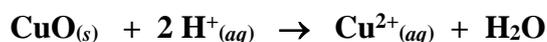
Versate adesso un po' di acqua distillata sul filtro, in modo da farlo aderire alla parete interna dell'imbuto. Sistemate ora una provetta (inserita nel porta-provette) sotto l'imbuto, e versate poi sul filtro il precipitato di CuO e il liquido in cui esso si è formato, facendo scivolare il tutto lungo una bacchetta di vetro ed evitando di riempire l'imbuto fino all'orlo.



Lavate infine una volta con poca acqua distillata il precipitato che avete trasferito sul filtro.

5- Dissoluzione del precipitato di CuO

Trasferite l'imbuto su un'altra provetta pulita e sciogliete il precipitato rimasto sul filtro, versandovi sopra, goccia a goccia, una soluzione acquosa di acido cloridrico, HCl , a concentrazione 0.5 M. Avviene la reazione:

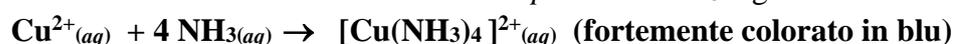


La colorazione azzurra della soluzione raccolta indica che è presente lo ione Cu^{2+} idratato. Saggiate l'acidità della soluzione con la cartina indicatrice. Il colore rosso della cartina indica che la soluzione è **acida** per la presenza di ioni H^+ in eccesso.

Colore della cartina indicatrice		Ioni presenti	
Colore della soluzione		Ioni presenti	

6- Formazione di complessi

Mettete ora un paio di cm^3 di soluzione approntata al punto 5 in una provetta pulita, e aggiungetevi goccia a goccia una soluzione di ammoniaca, NH_3 (rivolgetevi al docente). La soluzione diventerà intensamente colorata di blu a causa della formazione di un *complesso* fra NH_3 e gli ioni Cu^{2+} .



7- Precipitazione e dissoluzione di altri precipitati

Versate in una provetta circa 1 cm^3 della soluzione di solfato di rame di partenza e aggiungetevi, poco a poco, del carbonato di sodio, Na_2CO_3 , solido. Noterete la formazione di un precipitato di colore turchese costituito da carbonato rameico basico. È avvenuta la reazione (da bilanciare):



Il biossido di carbonio, CO_2 , che si sviluppa, fa schiumare la soluzione. Saggiate l'acidità della soluzione con la cartina indicatrice e annotatene il colore.

Colore della cartina	
Acidità della soluzione	

8- Reazione redox (riprendiamo il sistema del punto 1)

Riprendete (dopo che è trascorsa almeno un'ora) la provetta con la soluzione di CuSO_4 e i granuli di zinco. Osserverete che la soluzione è diventata incolore, perché sono scomparsi gli ioni Cu^{2+} , colorati, sostituiti dagli ioni Zn^{2+} , incolore. È avvenuta la reazione:



Esercitazione n.3

Nel corso di questa esperienza determinerete il 'titolo', ovvero la concentrazione, di una soluzione acquosa dell'acido forte HCl. La titolazione verrà eseguita utilizzando una soluzione acquosa a concentrazione nota della base forte NaOH ([NaOH] circa 0.1 M, il valore esatto verrà comunicato dal tecnico in laboratorio ed annotato dagli studenti per la successiva elaborazione)

Lavate una buretta (a destra) due volte con acqua distillata contenuta nella spruzzetta in dotazione.¹ *Ambientate*² quindi la buretta con circa 10 mL di soluzione di HCl.

Dopo averla ambientata, riempite quasi tutta la buretta con la soluzione di HCl e *azzerate* la buretta stessa. L'*azzeramento* consiste nell'individuare precisamente il livello iniziale del liquido (non deve



coincidere necessariamente con lo zero della buretta, basta che leggiate il punto esatto sulla scala graduata facendo uso dell'effetto ottico mostrato nella figura a sinistra. In questo caso il valore è 42.3 mL).³ Fate fluire l'eventuale eccesso di soluzione nel beaker a vostra disposizione.⁴

Etichettate questa prima buretta per distinguerla da quella che conterrà la soluzione di NaOH.⁵

Lavate ora la seconda buretta con acqua distillata. Ambientatela, riempitela quasi tutta con la soluzione di NaOH a concentrazione nota, e *azzeratela*. Etichettatela.⁵

Prelevate un **volume noto**, compreso tra 20 e 25 mL, della soluzione di HCl a titolo incognito, facendolo fluire dalla buretta in una beuta pulita. Annotate con esattezza tale volume (apprezzando il decimo di millilitro) nella Tabella riportata di seguito. Per esempio se il livello di partenza è 7.6 mL e quello di arrivo 28.2 mL, annotate $28.2 - 7.6 = 20.6$ mL.

Aggiungete 1-2 gocce dell'indicatore fenolftaleina, che è incolore in ambiente acido e assume una colorazione fucsia in ambiente basico.

Regolando opportunamente il rubinetto della buretta, aggiungete lentamente la soluzione di NaOH dalla buretta nel beaker contenente HCl. Agitate continuamente la soluzione nella beuta e non toglietela mai da sotto alla buretta fino al termine della titolazione. Quando osservate il viraggio dell'indicatore (la soluzione deve colorarsi di un rosa pallido persistente), sospendete l'aggiunta di soluzione di NaOH, leggete e annotate nella Tabella il volume di NaOH aggiunto.

Ripetete la titolazione, usando eventualmente volumi diversi (sempre compresi tra 20 e 25 mL) di soluzione di HCl. Due titolazioni sono sufficienti. Effettuate la terza titolazione solo se ritenete di avere commesso errori in una delle precedenti titolazioni.

¹ Il *lavaggio* si effettua introducendo un piccolo volume di acqua distillata nella buretta: ruotando la buretta, posta in posizione all'incirca orizzontale, si fa in modo che l'intera superficie interna sia bagnata per contatto con l'acqua. La punta viene lavata aprendo il rubinetto e scaricando le acque di lavaggio. L'intera operazione va ripetuta due volte.

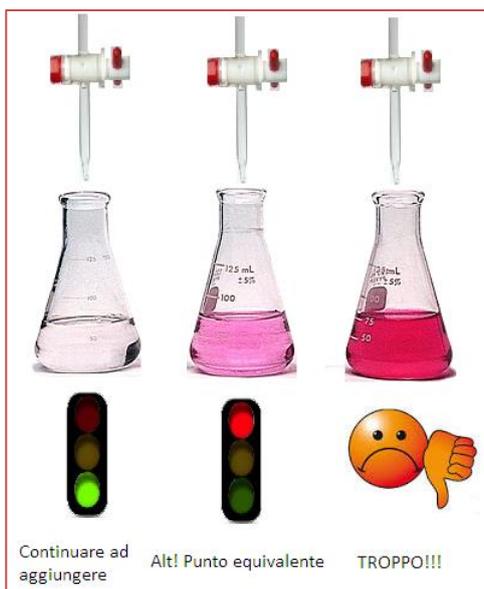
² L'*ambientamento* si effettua come il lavaggio (nota 1), solo che al posto dell'acqua distillata viene impiegata la soluzione destinata al riempimento finale della buretta.

³ Durante l'*azzeramento* fare attenzione alla presenza di bolle d'aria nella punta della buretta: possono falsare la lettura (se non vi riuscisse di eliminare le bolle, rivolgetevi ai docenti).

⁴ **Mai** rimettere nelle bottiglie da cui si prelevano l'acido e la base il **materiale in eccesso**: il recupero delle soluzioni va fatto nel beaker in dotazione e poi versato negli appositi contenitori di recupero-rifiuti.

⁵ *Etichettare* le burette contenenti l'acido e la base per evitare confusioni: se non si è sicuri saggiare con la cartina al tornasole le soluzioni nelle due burette per stabilirne l'acidità prima di iniziare la titolazione.

Calcolate la concentrazione della soluzione acquosa di HCl mediando i risultati ottenuti dalle diverse titolazioni.



titolazione	V _{HCl} (mL) raccolto in beuta	V _{NaOH} (mL) aggiunto per raggiungere il punto equivalente (segnalato dal viraggio dell'indicatore)	condizione di punto equivalente mol NaOH = mol HCl ovvero $C_{NaOH} \times V_{NaOH} = C_{HCl} \times V_{HCl}$ (C_{HCl} è l'unica incognita della equazione)	C _{HCl} (M)
1)				
2)				
media				

C_{NaOH} (M) = _____ (leggere l'etichetta sulla bottiglia – con 4 c.s.)

C_{HCl} (M) = _____ (valore medio con 4 c.s.)