

Esercitazione 1b: Titolazione spettrofotometrica del rame(II)

Principio del metodo

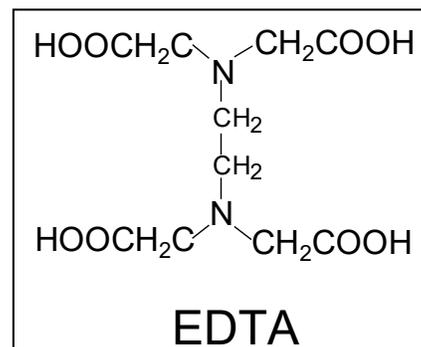
L'esperienza consiste nell'effettuare una titolazione complessometrica del rame(II), inizialmente complessato con ammoniaca, mediante EDTA:



Alla lunghezza d'onda di lavoro, **600 nm**, risulta:

	$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	EDTA^{4-}	$[\text{Cu}(\text{EDTA})]^{2-}$	NH_3
ϵ	> 0	0	> 0	0

inoltre: $\epsilon_{[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}} > \epsilon_{[\text{Cu}(\text{EDTA})]^{2-}}$



Strumentazione

Spettrocolorimetro E1009 Metrohm, dotato di un alloggiamento cilindrico per l'introduzione di un beaker che funge contemporaneamente da contenitore della soluzione del titolando e da cuvetta.

Reagenti (già disponibili)

Soluzione tampone a pH 10: 17.5 g di cloruro di ammonio sciolti in un volume di 250 mL costituito da acqua deionizzata e ammoniaca concentrata (142 mL).

Soluzione titolante di EDTA bisodico 0.0250 M in acqua deionizzata.

Procedura

All'inizio dell'esercitazione lo spettrocolorimetro sarà già acceso, per favorirne una più rapida stabilizzazione, ma andrà controllato l'azzeramento della scala dell'assorbanza.

Riempire con acqua deionizzata, fino alla tacca segnata con penna vetrografica, il beaker da 100 mL che fungerà da cella di titolazione dello spettrofotometro, introducendolo successivamente nell'apposito scompartimento. Allineare il beccuccio del beaker con la tacca segnata, con tratto bianco, sul bordo dell'alloggiamento della cella di titolazione.

Controllare che la lunghezza d'onda di lavoro sia fissata a **600 nm** (può essere eventualmente variata usando la manopola posta sulla fiancata destra dello strumento). Portare l'ago della scala analogica al 100 % di trasmittanza (scala superiore) operando con le manopole **coarse** (che andrà fissata sull'ultima posizione disponibile) e **fine**. Attendere per alcuni minuti e verificare che l'ago non si sia spostato dalla posizione precedentemente impostata (a causa di fluttuazioni della sorgente o del rivelatore). Se ciò accade, riposizionarlo e verificare che non vi siano nuovi spostamenti, o quantomeno che lo spostamento sia al massimo di 2 tacche piccole sulla scala della trasmittanza.

Nell'attesa che si raggiunga la condizione di stabilità, trasferire all'interno della beuta disponibile sul bancone **15 mL della soluzione di Cu(II) da titolare, prelevati accuratamente con una buretta.**

Aggiungere 50 mL di acqua deionizzata, prelevati con un cilindro, e 2 mL di soluzione tampone a pH 10, prelevati, **SOTTO CAPP A SPIRANTE**, con una pipetta in vetro: si formerà il complesso ammoniacale del Cu(II), dal caratteristico colore blu intenso. Agitare la soluzione con la bacchetta in vetro presente sulla postazione.

Rimuovere dallo spettrocolorimetro e svuotare la cella di titolazione, riempiendola successivamente con la soluzione da titolare.

Introdurre la cella nello spettrocolorimetro, avendo cura di posizionarla **ESATTAMENTE** come nella fase di calibrazione della scala, e leggere il valore dell'assorbanza (indicata con la lettera E) sulla scala inferiore rispetto a quella della trasmittanza. **Attendere che il valore sia stabile prima di prenderne nota, senza fretta.**

Attenzione: la scala dell'assorbanza del colorimetro è logaritmica, quindi le sotto-divisioni presenti fra le tacche non sono spaziate in modo uniforme.

In caso di difficoltà si può optare per la lettura dei valori di trasmittanza, che verranno successivamente trasformati nei corrispondenti valori di assorbanza.

Titolare la soluzione di complesso ammoniacale di Cu(II) con la soluzione di **EDTA 0.0250 M** usando una buretta da 50 mL, montata su un sostegno solidale con lo spettrocolorimetro, ed effettuando aggiunte di **0.5 mL** per volta.

NOTA: poiché non occorreranno più di 25 mL di titolante per completare la titolazione, **riempire la buretta fino alla tacca dei 25 mL.** Ciò faciliterà le successive letture dei volumi di titolante aggiunti.

Dopo ogni aggiunta di titolante ruotare sul suo asse il sostegno con la buretta, in modo da liberare spazio in alto rispetto alla cella, e successivamente agitare, con l'aiuto della bacchetta in vetro, la soluzione da titolare **senza muovere la cella di titolazione.**

Al termine della fase di agitazione rimuovere la bacchetta dalla cella e leggere il valore dell'assorbanza soltanto quando esso si sarà ormai stabilizzato, per poi riposizionare correttamente la buretta in vista della successiva aggiunta.

Ripetere la procedura per ciascuna delle successive aggiunte, fermandosi soltanto dopo aver registrato almeno **5 valori** di assorbanza pressoché identici.

Al termine dell'esperienza riportare in grafico i valori di assorbanza, **corretti per il fattore di diluizione, ossia moltiplicati per il fattore $(V_0+V)/V_0$ (dove V_0 è il volume della soluzione di rame da titolare, comprensivo dell'acqua di diluizione e della soluzione tampone, e V quello della soluzione di EDTA aggiunta),** contro il volume aggiunto V .

Dall'intersezione dei due tratti lineari della curva di titolazione ricavare il volume equivalente, con relativa incertezza, e poi calcolare la concentrazione del rame e la relativa incertezza, secondo quanto illustrato a lezione, ricordando che **nel calcolo della concentrazione finale va impiegato il volume di soluzione di rame prelevato (ossia 15 mL), non quello derivante dalle successive aggiunte di acqua e di soluzione tampone a pH 10.**