

CHIMICA: ARTE, SCIENZA, DIVERTIMENTO



Prova Pratica Esperimenti

18 LUGLIO 2007
MOSCOW, RUSSIA

Istruzioni

- **Regole di sicurezza:** seguile come descritto nei Problemi Preparatori, non è permesso di mangiare o bere in laboratorio
- **Violazioni delle regole di sicurezza:** se le violi una prima volta sei ripreso, se le violi ancora vieni espulso.
- Il fascicolo dei problemi è di 13 pagine (inclusa la copertina e la Tavola Periodica) con 2 problemi. Comincia con il problema Numero 1.
- **Tempo** 5 ore; a 30 min dalla fine c'è un avvertimento.
- **Scheda Risposte:** 5 pagine (inclusa la copertina).
- **Scrivi il tuo nome e codice studente** su **ogni** foglio della Scheda Risposte.
- **Le risposte vanno** solo negli spazi appropriati della Scheda Risposte nient'altro sarà valutato. Devi riportare anche i calcoli più importanti.
- **Usa solo la penna e il calcolatore che ti hanno dato**
- **Risultati:** il numero di cifre significative nelle risposte numeriche deve essere conforme alle regole di valutazione degli errori sperimentali. Eventuali errori possono essere causa di penalità anche se la tecnica sperimentale è buona.
- **Burette:** fai le letture con la maggiore accuratezza possibile.
- **Ti servono altri reagenti?** Chiedili al tuo assistente di laboratorio . Nessuna penalità per questo.
- **Hai bisogno di un campione extra da analizzare o hai rotto la colonna?** Te li danno con una penalità di 10 punti.
- **Domande:** riguardanti la sicurezza, gli strumenti, le sostanze chimiche, l'organizzazione e l'intervallo per la toilette: **chiedi al tuo assistente di laboratorio**
- **Rifiuti chimici:** mettili nei contenitori appositi..
- **E' disponibile una versione ufficiale in inglese del testo degli esercizi** che puoi avere su richiesta gratuita **solo per eventuali dubbi**. Chiedila all'assistente di laboratorio .
- **Dopo il segnale di stop:** poni il tuo blocco risposte e gli spettri nella busta (non chiuderla!), dalla al tuo assistente di laboratorio . Tieniti il fascicolo domande insieme alla penna e al calcolatore.
- **Devi interrompere il tuo lavoro non appena il segnale di stop è stato dato. Un ritardo di 5 minuti ti costa uno zero nella prova.**
- **Nella prova pratica, alcuni pezzi di vetreria o di plastica sono comuni a più persone. Puliscili attentamente.**

Lista dei composti chimici e delle soluzioni

Reagente	Quantità	Situato in	Etichetta
Task 1			
Eluente 1	100 mL	Bocchetta vetro ambrata*	Eluent 1
Eluente 1	1 mL	Microprovette di plastica	Eluent 1
Eluente 2	50 mL	Bocchetta vetro ambrata *	Eluent 2
Eluente 2	1 mL	Microprovette di plastica	Eluent 2
Eluente 3	50 mL	Bocchetta vetro ambrata *	Eluent 3
Eluente 3	1 mL	Microprovette di plastica	Eluent 3
0,5 M Tampone Carbonato, soluzione, pH 9,5	10 mL	Bocchetta di vetro	NaHCO ₃
0,5 M Tampone Tris-HCl, soluzione, pH 8,5	10 mL	Bocchetta di vetro	Tris-HCl
Miscela di amminoacidi da analizzare**	1,2 mL	Microprovette di plastica	Un numero tra 301 e 600
Reagente di Ellmann: soluzione di tampone fosfato 0,2 M contenente 10 mM EDTA and 3 mM 5,5'-Dithiobis(2-nitrobenzoic acid), pH 7,0	10 mL	Bocchetta di vetro	DTNB
Reagente di Pauli: soluzione di sodio 4-diazonio-benzenesolfonato in 0,1 M HCl acquoso	1 ml	Microprovette di plastica	Pauli
Sodio idrossido, soluzione acquosa al 10%	10 mL	Bocchetta di vetro	NaOH 10%
8-idrossichinolina, soluzione 5,2 mM in miscela etanolo/n-butanolo (9:1)	5 ml	Bocchetta di vetro	8-HQ
Sodio ipobromito, soluzione 0,24 M in NaOH acquoso al 10%	1.2 ml	Microprovette di plastica	NaBrO
Acido 2,4,6-Trinitrobenzensolfonico, 3,4 mM in soluzione acquosa	1 mL	Microprovette di plastica	TNBS
8 M Urea in soluzione acquosa	1 mL	Microprovette di plastica	Urea
Task 2			
HCl, soluzione standard, ~1 M (vedi il valore esatto sull'etichetta)	40 mL	Bocchetta di vetro ambrato	HCl (di concentrazione esatta)
NaOH (da standardizzare)	200 mL	Bocchetta di vetro ambrato	NaOH
Campione in polvere da analizzare**	0,5 – 1 g	150 mL beaker coperto con vetro di orologio	<numero del posto di lavoro>
H ₂ O distillata	400 mL	Bottiglia di plastica per lavaggi	H ₂ O
H ₂ O distillata (in comune a due studenti)	30 mL	Bocchetta di vetro dosatrice	H ₂ O
H ₂ O distillata (di uso comune)	5 L	Tanica con tubo e pinza in alto nel banco	H ₂ O
NaH ₂ PO ₄ , soluzione 15% (in comune a due studenti)	20 mL	bocchetta	NaH ₂ PO ₄ 15%
Verde Bromocresolo, soluzione 0,5% in 20% etanolo (in comune a 3 – 4 studenti vicini)	30 mL	bocchetta	Bromocresol green
Timolftaleina, soluzione 0,5% in etanolo (in comune a 3 – 4 studenti nello stesso banco)	30 mL	bocchetta	Thymolphtalein
K ₂ C ₂ O ₄ , soluzione 15% (in comune a due studenti)	50 mL	Bocchetta ambrata	K ₂ C ₂ O ₄ 15%

*Fissata in alto (non spollarla), con tubi collegati e pinza di chiusura

**10 punti di penalità per ogni quantità extra

Componenti degli Eluenti da 1 a 3

Eluente 1: 0,1 M sodio citrato acquoso, 50 mM cloruro di sodio, 40 mM tiodiglicole, 1 mM acido caprilico, 0,1% Brij-35; pH 4.9.

Eluente 2: 0,2 M sodio fosfato acquoso, 0,1% Brij-35; pH 7,0.

Eluente 3: 0,2 M sodio idrossido acquoso.

Apparecchiature e strumenti di lavoro

Denominazioni	Quantità
portaprovette	1
sostegno	1
Colonna cromatografica con resina a scambio ionico	1
Sostegno con copertura bianca	1
Doppia pinza per buretta	1
Anello per imbuto	1
25 mL Burette	1
100 mL recipiente marcato rifiuti ("Waste")	1
100 mL matraccio	2
100 mL beuta	2
Siringa da iniezioni con ago	1
Provette graduate per la raccolta delle frazioni e la preparazione delle miscele	50
Piastra porta provettine (96)	1
Micropipetta con volume fisso di prelievo di 0,1 mL	1
Puntali usa e getta (in un bicchiere blu di plastica)	20
Cuvette per spettrometria marcate "A1", "B1", "A2", "B2", "A3", "B3" nel porta cuvette	6
10 mL pipette graduate di plastica	3
10 mL pipette graduate di vetro	1
Riempì pipette di plastica	1
3-palle per pipette (propipetta o palle di peleo)	1
Bacchetta di vetro	1
Imbuto per filtrare	1
Imbutino piccolo	1
60 mL contenitore ambrato per raccolta delle frazioni riunite marcato picchi (peaks)	3
10 mL cilindro di misura marcato " $K_2C_2O_4$ 15%" (condiviso tra 2 studenti)	1
10 mL cilindro di misura (condiviso tra 2 studenti)	1
50 mL cilindro di misura	1
100 mL cilindro di misura marcato " H_2O " (condiviso tra 3-4 studenti nello stesso banco)	1
Piatto di plastica con filtri *** (comune a 3-4 studenti nello stesso banco)	3 filtri per studente
Piastra riscaldante (sotto cappa in uso comune)	6 per cappa
'Rubber protection tips' (per uso comune sotto cappa)	6 paia per cappa
Spettrofotometro (condiviso da un gruppo di studenti; vedi il numero dello spettrofotometro in uso al tuo banco "SP____")	
penna	1
pennarello	1
Blocco di Carta	1

***se necessario, chiedi filtri extra al tuo assistente di laboratorio.

Regole di Sicurezza, S-frasi, R-frasi

Disodium hydrogen phosphate	R:36/37/38 S:26-36
Ethylenediaminetetraacetic acid, disodium salt	R:36/37/38 S:26-36/37/39
Tris-HCl	R:36/37/38 S:26-36
Arginine	R:36 S:26
Cysteine	R:22
Histidine	S:22-24/25
Hydrochloric acid	R:34-37 S:26-36-45
Sodium 4-diazoniumbenzenesulfonate	R:1-37/37 S:26-36
Sodium hydroxide	R:34-35 S:26-36-37/39-45
8-Hydroxyquinoline	R:22-36/37/38 S:26-36/37
Ethanol	R:11 S:7-16
Butanol-1	R:10-22-37/38-41-67 S:7/9-13-26-37/39-46
Sodium hypobromite	R31-34 S:26-36-45
5,5'-Dithiobis(2-nitrobenzoic acid)	R:36/37/38 S:26-36
2,4,6-Trinitrobenzene sulfonic acid	R: 1-22-36/38-43 S: 26-36/37
Sodium chloride	R:36 S:26
Thiodiglycol	R:36 S:26
Caprylic acid	R:34 S:26-27-45-36/37/39
Brij-35	R:36/37/38 S:26-36
Sodium dihydrogen phosphate	S:22-24/25
Sodium carbonate	R:36 S:22-26
Calcium carbonate	R:41-37/38 S:26-39
Bromocresol Green	S:22-24/25
Thymolphthalein	S:22-24/25
Potassium oxalate	R:34 S:26-27-36/37/39

Frasi di rischio (R)

Indicazioni di Rischi Particolari

- | | |
|--|---|
| R1: Explosive when dry | 35: Causes severe burns |
| 10: Flammable | 36: Irritating to the eyes |
| 22: Harmful if swallowed | 37: Irritating to the respiratory system |
| 31: Contact with acids liberates toxic gas | 41: Risk of serious damage to eyes |
| 34: Causes burns | 43: May cause sensitization by skin contact |
| | 67: Vapors may cause drowsiness and dizziness |

Rischi combinati particolari

- R24/25: Toxic in contact with skin and if swallowed
 36/37/38: Irritating to eyes, respiratory system and skin
 36/38: Irritating to eyes and skin
 37/38: Irritating to respiratory system and skin

Consigli di prudenza (S)

Indicazioni di comportamenti di prudenza

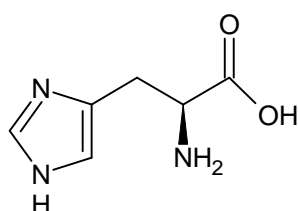
- | | |
|--|--|
| S13: Keep away from food, drink and animal feeding stuffs | 39: Wear eye/face protection |
| 22: Do not breathe dust | 45: In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show label where possible) |
| 26: In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice | 46: If swallowed, seek medical advice immediately and show this container or label |
| 27: Take off immediately all contaminated clothing | |
| 36: Wear suitable protective clothing | |

Precauzioni di prudenza combinati

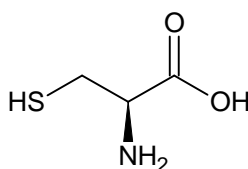
- | | |
|---|---|
| 7/9: Keep container tightly closed and in a well-ventilated place | 24/25: Avoid contact with skin and eyes |
| | 36/37/39: Wear suitable protective clothing, gloves and eye/face protection |
| | 37/39: Wear suitable gloves and eye/face protection |

Esperimento 1. Cromatografia a scambio ionico di amino acidi

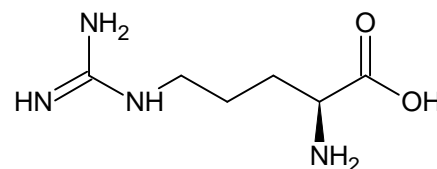
La cromatografia a scambio-ionico è un importante metodo analitico e preparativo che permette il frazionamento di miscele di sostanze dotate di carica con una colonna. Le interazioni dei gruppi ionici di tali sostanze con ioni di segno opposto legati alla resina è alla base del metodo. In questa prova viene data una miscela di tre amminoacidi e prima si devono separare gli amino acidi e poi si devono determinare quantitativamente i tre amminoacidi eluiti dalla colonna usando specifiche reazioni che generano colore. Poichè sono possibili code agli strumenti, **noi ti raccomandiamo caldamente** di iniziare la prova con il **Problema 1**.



His



Cys



Arg

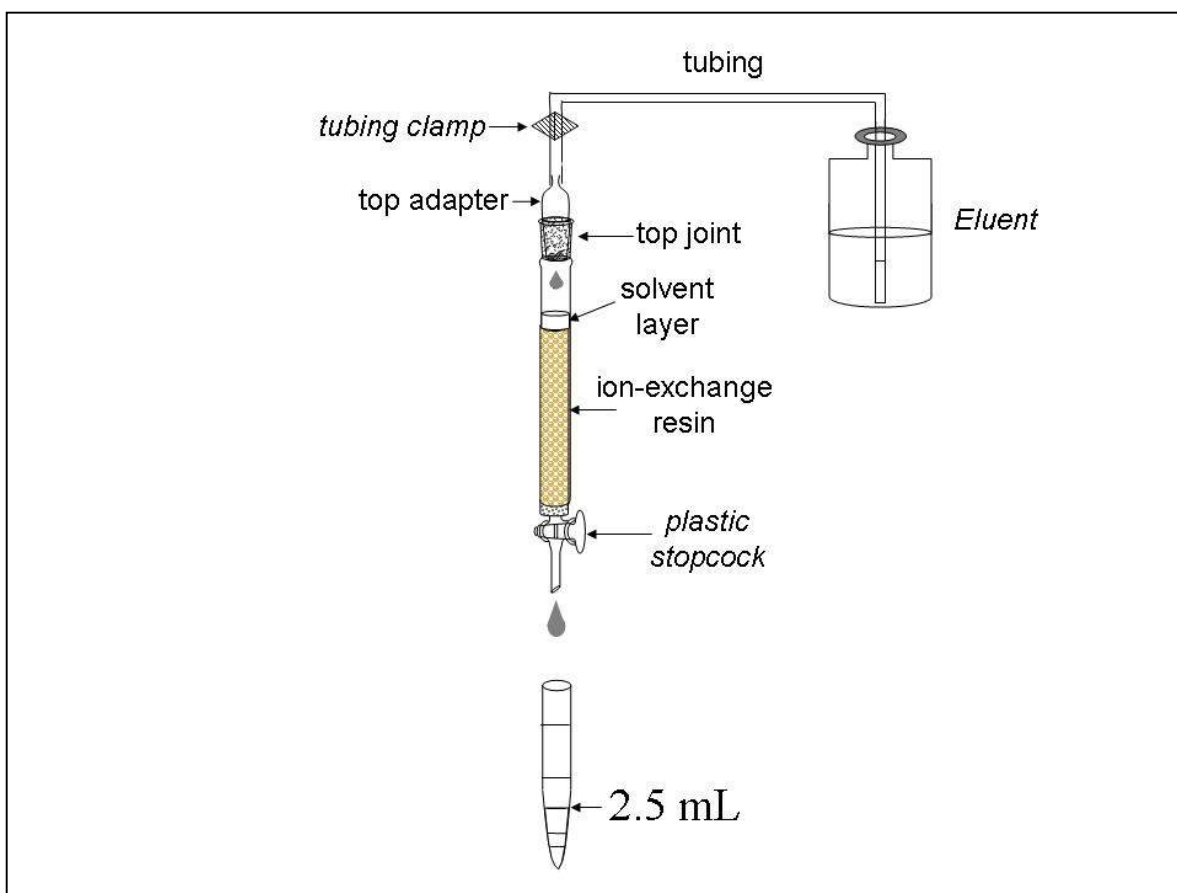
I tre amino acidi presenti nella miscela hanno la struttura sopra riportata. Essi sono l'istidina (histidine), la cisteina (cysteine), e l'arginina (arginine). Come resina a scambio ionico si usa Polistirene solfonato e reticolato (vedi la figura del sistema di separazione riportata di seguito). All'inizio della prova, la colonna è già equilibrata con il primo eleuente, *Eluent 1* (pH 4,9).

Procedura

Cromatografia. Stadio 1

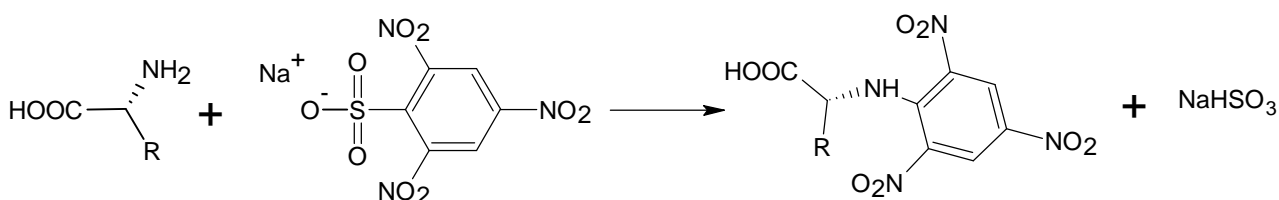
Carica in colonna la soluzione contenente la miscela dei tre amino acidi. Come prima cosa, apri il rubinetto in basso (detto stopcock) per permettere al solvente presente nella colonna di scendere nella beuta marcata rifiuti "Waste", così che il livello del solvente (solvent layer) sia allo stesso livello della resina, stando attento che la resina non vada a secco. Ora chiudi il rubinetto e, servendoti della siringa, aggiungi con cura la soluzione da separare sulla parte della colonna vicina alla resina. Apri quindi lo stopcock e lascia che la soluzione penetri nel gel (sotto raccogli il solvente nella beuta detta "Waste"). Chiudi ora il rubinetto sotto (stopcock) e aggiungi ad occhio (tieni conto che esso corrisponde a ~ 1 cm di liquido in colonna) 1 mL di *Eluent 1*, fai ciò aprendo con molta attenzione la pinza che chiude il tubo dell'eluente 1 relativo. Connetti in modo che non si stacchi lo stesso tubo alimentatore alla colonna tenendo la colonna con una mano e l'adattatore con l'altra (fai attenzione che il tubo sia connesso senza perdere). Sostituisci la beuta degli scarti "Waste" con le provette di raccolta del portaprovette. Ora, apri il 'tubing clamp' e il rubinetto in basso 'stopcock' per permettere all'eluente di scendere nella colonna. Procedi quindi all'eluizione (ricordandoti sempre di aprire lo stopcock per far scendere l'eluente attraverso la colonna e di chiuderlo per arrestarlo).

Raccogli le frazioni nelle provette fino ad un volume di 2,5 mL (vedi la Figura). Numerale con il pennarello. Dopo aver raccolto un numero di frazioni (da 4 a 8) interrompi l'eluizione e fai l'analisi qualitativa delle frazioni raccolte.



Analisi Qualitativa dei campioni

L'analisi qualitativa degli amino acidi è basata sulla reazione del loro gruppo amminico con il 2,4,6-trinitrobenzen solfonato di sodio (TNBS):



Devi effettuare il test nei pozzetti di una piastra di polistirene dove in ciascun pozzetto testerai una ben definita provetta. Prima di iniziare il test, mescola 1 mL di soluzione di TNBS con 10 mL di tampone carbonato e poni 0,1 mL della soluzione risultante in metà dei pozzetti della piastra (da A1 a H5). Quindi aggiungi ciascuna delle frazioni da analizzare (0,1 mL) in un pozzetto. Inizia con il pozzetto A1 e continua con B1, C1, etc (spostati dall'alto in basso e poi da sinistra a destra). Quando nella frazione analizzata è presente un amino acido, nel pozzetto corrispondente si sviluppa un'intensa colorazione gialla, nel giro di 3 min. Utilizza la colorazione del pozzetto della prima frazione come bianco di riferimento. Per valutare in modo corretto la colorazione poni la piastra sul foglio bianco di carta.

Nota: tutte le aliquote da 0.1 mL dovrebbero essere aggiunte con la micropipetta. Noi ci aspettiamo che tu usi un puntale per tutte le frazioni eluite con lo stesso eluente che si presume abbiano un unico picco.

1.1a *Traccia il profilo (qualitativamente) dell'intensità di colore sulla piastra riportata nel Fascicolo Risposte. Usa la seguente scala convenzionale : (-) – nessuna colorazione; 1 – debole colorazione, 2 – moderata colorazione e 3 – intensa colorazione . Traccia il profilo durante l'intero processo cromatografico .*

Continua a raccogliere frazioni e ad analizzarle finchè non trovi **almeno due pozzetti con la stessa colorazione del pozzetto A1**, il che indicherà che il primo amino acido è stato eluito completamente (fine del primo picco).

Cromatografia. Stadio 2

Appena finito di raccogliere il primo picco, passa al secondo eluente: **Eluent 2**. Per fare ciò, chiudi il rubinetto basso, 'stopcock', fissa la pinza in alto 'tubing clamp' (**Importante!**), stacca il tubo che porta alla colonna **Eluent 1**, connetti il tubo che proviene dalla bottiglia con **Eluent 2**. Collega ermeticamente il giunto in alto.

1.1b *Annota quando cambi l'eluente tracciando una linea tra i pozzetti sulla piastra e riportala nel disegno della Scheda Risposte.*

Continua ad eluire, raccogliendo gruppi di frazioni ed effettuando analisi qualitative delle frazioni come descritto sopra.

Cromatografia. Stadio 3

Appena finito di raccogliere il secondo picco, passa al terzo eluente: **Eluent 3** come descritto sopra per lo stadio 2. Continua la separazione cromatografica finchè il terzo amino acido ha lasciato completamente la colonna.

Quando termini la cromatografia chiudi il rubinetto e fissa la pinza in alto 'clamp'. Sulla base dei risultati qualitativi scegli le frazioni che contengono i rispettivi amino acidi.

1.1c *Riporta nel fascicolo delle risposte i nomi dei pozzetti corrispondenti alle frazioni scelte.*

1.2 *Riunisci le frazioni di ciascun picco e misura il volume delle frazioni riunite usando un cilindro di misura. Riporta i volumi delle frazioni riunite ignorando le quantità usate per l'analisi qualitativa. Riporta i risultati nel fascicolo delle risposte.*

Versa le frazioni riunite rispettivamente nei boccettini scuri etichettati come "Peak 1", "Peak 2", "Peak 3". Prepara i campioni per le analisi quantitative come descritto sotto.

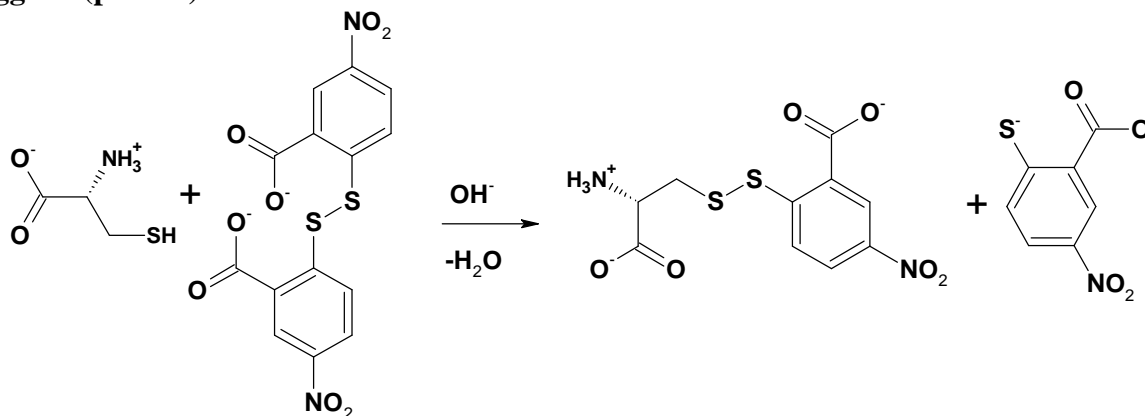
Alla fine della prova pratica, chiudi le provette e lasciale sul banco. Le frazioni raccolte dovranno essere dopo analizzate dallo staff del laboratorio.

Analisi Spettrofotometrica

Per ciascuna analisi, devi sottoporre due provette all'operatore. Prepara i tubi di prova come segue.

Importante! Quando le conservi, metti sempre le cuvette nel porta cuvette! Le cuvette hanno 2 superfici per prenderle e due superfici per la lettura verticale. Quando le maneggi non prenderle per la superficie di lettura altrimenti puoi ottenere valori errati di assorbanza.

Saggio 1 (picco 1). La concentrazione della Cisteina è determinata con la reazione di Ellmann:



Provetta A1 (Riferimento bianco). Metti 0.1 mL of Eluente 1 dalla microprovetta di plastica in una provetta che segni come A1 e aggiungi 2,9 mL del reagente di Ellmann (DTNB).

Provetta B1 (Campione). Poni 0,1 mL della soluzione da analizzare in una provetta che segni come B1 e aggiungi 2,9 mL del reagente di Ellmann (DTNB).

Miscela attentamente e separatamente il contenuto di ciascuna provetta e trasferisci accuratamente il contenuto di ciascuna di esse nella corrispondente cuvette marcata come A1 (per il riferimento) e B1 (per il campione).

Saggio 2 (picco 2). Determinazione della concentrazione dell'istidina basata sulla capacità dell'imidazolo di reagire con i sali di diazonio (reazione di Pauli).

Provetta A2 (Riferimento). Poni 2.8 mL del tampone 'buffer solution' Tris-HCl in una provetta che segni come A2, aggiungi 0,1 mL di **Eluent 2** dalla microprovetta di plastica e 0,1 mL di reagente di Pauli.

Provetta B2 (Campione). Poni 2,8 mL di tampone Tris-HCl in una provetta che segni come B2, aggiungi 0,1 mL della soluzione da analizzare e 0,1 mL di reagente di Pauli.

Miscela attentamente e separatamente il contenuto di ciascuna provetta e trasferisci accuratamente il contenuto di ciascuna di esse nella corrispondente cuvette marcata come A2 (per il riferimento) e B2 (per il campione).

Saggio 3 (picco 3). La determinazione della concentrazione di arginina si basa sulla capacità della porzione guanidinica di reagire con alcuni fenoli in condizioni alcaline e ossidative (reazione di Sakaguchi).

Provetta A3 (Riferimento). Poni 0,1 mL di **Eluent 3** in una provetta che marchi con A3, e aggiungi 1,5 mL di una soluzione acquosa di NaOH al 10%, 1 mL di una soluzione di 8-idrossichinolina e 0,5 mL di soluzione di sodio ipobromito.

Provetta B3 (Campione). Poni 0,1 mL della soluzione da analizzare e aggiungi in una provetta, che chiami B3, nell'ordine 1,5 mL di soluzione di NaOH al 10%, 1 mL di soluzione di 8-hydroxyquinoline e 0,5 mL di soluzione di ipobromito di sodio.

Agita le provette vigorosamente per 2 minuti (**Importante!**) e osserva la formazione di un colore arancio. Aggiungi 0,2 mL di soluzione 8 M di urea a ciascuna provetta, miscela i contenuti e trasferisci circa 3 mL di ciascuna miscela alla corrispondente cuvette siglata A3 (per il riferimento) e B3 (per il campione).

Tutte le miscele dovrebbero essere analizzate allo spettrofotometro non prima di 10 minuti e non più tardi di 2 ore dopo la preparazione. Porta il set di 6 cuvette all'operatore dello spettrofotometro. Nel caso di coda allo spettrofotometro, chiedi all'operatore di inserire il tuo codice studente nella lista sul cartello. Sarai chiamato dall'operatore al momento opportuno. Nel frattempo puoi rispondere alle domande teoriche e iniziare a svolgere il Problema 2.

Nel caso che i tuoi campioni non siano stati sottoposti ad analisi entro l'appropriato intervallo di tempo (cosa molto improbabile) riprepara campioni freschi.

Ottieni la stampa con gli spettri dei tuoi campioni e controllala. Firma la copia e falla firmare dall'operatore.

1.3 *Determina l'assorbanza alle corrispondenti lunghezze d'onda e calcola il contenuto (in mg) di ciascun amminoacido nella miscela che vi è stata data. La lunghezza ottica è 1,0 cm. Completa la Scheda Risposte tenendo conto che sempre una mole di ciascun amminoacido dà una mole del corrispondente prodotto.*

Dati di riferimento:

Valori dei coefficienti di estinzione:	Masse molari degli amminoacidi
Prodotto della reazione di Ellmann: $13600 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ a 410 nm	Cisteina (Cysteine) 121 g/mol
Prodotto della reazione di Pauli: $6400 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ a 470 nm	Istidina (Histidine) 155 g/mol
Prodotto della reazione di Sakaguchi: $7700 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ a 500 nm	Arginina (Arginine) 174 g/mol

1.4. *Disegna tre strutture di risonanza della specie responsabile della colorazione della miscela risultante dalla reazione di Ellmann.*

Esperimento 2. Determinazione di carbonato e idrogeno fosfato in un campione di abrasivo

Na_2CO_3 , CaCO_3 e Na_2HPO_4 sono i principali costituenti di polveri abrasive. In questo esercizio dovrai determinare gli ioni carbonato e idrogeno fosfato in un campione di abrasivo mediante due titolazioni acido-base.

Inizialmente si aggiunge al campione una quantità esattamente conosciuta di acido cloridrico (messa in eccesso). In questo modo, gli ioni idrogeno fosfato sono trasformati in H_3PO_4 , mentre gli ioni carbonato sono trasformati in CO_2 che viene eliminata per successiva ebollizione. Con ciò gli ioni calcio inizialmente presenti nel campione passano in soluzione. Essi, a causa della loro possibile interferenza nella successiva analisi, prima della titolazione, sono precipitati come CaC_2O_4 e filtrati via.

A questo punto, l'acido fosforico formato è sottoposto a due titolazioni con una soluzione pre-standardizzata di NaOH e due differenti indicatori: Verde di Bromocresolo (**BCG**, Bromocresol Green) e Timolftaleina (**TP**, Thymolphthalein).

Per prima cosa, H_3PO_4 (e l'eccesso di HCl) è titolato a ione H_2PO_4^- , con un punto finale che si trova a pH leggermente acido (pH di ~4,5). Questo corrisponde al cambiamento di colore del BCG da giallo a blu.

La seconda titolazione procede sino alla formazione di HPO_4^{2-} . Il punto finale della seconda titolazione corrisponde alla variazione di colore del TP da incolore a blu (soluzione moderatamente alcalina, pH of ~10).

Il contenuto di ioni CO_3^{2-} nel campione è calcolato effettuando la differenza fra:

- la quantità di titolante necessaria per neutralizzare l' HCl (quello aggiunto per sciogliere il campione) e
- la quantità del titolante usato nella seconda titolazione (TP).

Il contenuto di HPO_4^{2-} è calcolato trovando la differenza fra le quantità di titolante usate per ottenere i due viraggi (TP and BCG).

Procedura

Stadio 1. Dissoluzione del campione e rimozione della CO_2

Al campione della polvere abrasiva, posto nel beaker coperto con un vetro d'orologio, aggiungi lentamente 10,00 mL di HCl circa 1 mol/L (vedi l'esatta concentrazione dell'acido sull'etichetta), (misuralo **esattamente, con la pipetta di vetro! Con attenzione, senza togliere il vetro d'orologio ed evitando perdite a causa dello schiumeggiamento!**). Dopo che la fase di intenso schiumeggiamento è finita, scaldi **con attenzione** la soluzione nel beaker (coperto con il vetro d'orologio) su una piastra scaldante sino a che cessa lo sviluppo di gas. Quindi porta la soluzione all'ebollizione e fai bollire con attenzione per 2-3 minuti.

Stadio 2. Precipitazione del calcio

Rimuovi il beaker dalla piastra, lava il vapore condensato sul vetro d'orologio raccogliendolo nel beaker con acqua distillata. Aggiungi, con il cilindro misuratore, 1-2 mL di soluzione al 15% di $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Lascia riposare il beaker sino a quando la maggior parte del precipitato si è formata (usualmente richiede da 10 a 20 minuti). Utilizza questo tempo per la standardizzazione della soluzione titolante di NaOH (vedi la procedura qui sotto).

Stadio 3. Standardizzazione della soluzione di NaOH

Usando la pipetta di vetro, trasferisci 10,00 mL della soluzione di HCl nel matraccio da 100 mL, porta a volume con acqua distillata e quindi agita. Riempi la buretta con la soluzione di NaOH da

standardizzare. Trasferisci quindi in una beuta, usando la pipetta di vetro, 10,00 mL di HCl diluito del matraccio. Aggiungi 1-2 gocce della soluzione di Timolftaleina (Thymolphthalein) e titola con la soluzione di NaOH sino all'apparire di una colorazione blu che persiste dopo agitazione di 5-10 secondi.

Qui e in seguito. Ripeti la titolazione se necessario. Tieni conto che è conveniente che la differenza tra il valore più alto e quello più basso dei volumi di titolante non deve superare il valore di 0,10 mL. Riporta tutti i valori di volume finale con una accuratezza di 0,01 mL.

2.1a Completa la tabella nella Scheda Risposte (Answer Sheet).

2.1b Calcola la concentrazione della soluzione di NaOH (in mol/L).

Stadio 4. Filtrazione dell'ossalato di calcio

Dopo che la maggior parte del CaC_2O_4 è precipitata, filtra il precipitato raccogliendo la soluzione filtrata in un matraccio da 100 mL. Una leggera torbidità nel filtrato è ammessa, dato che piccole quantità di ossalato di calcio non interferiscono nella titolazione. Lava il filtro con acqua distillata, porta a volume la soluzione con acqua distillata e agita. Metti il filtro usato nel cesto dei rifiuti (waste basket).

Stadio 5. Titolazione del campione usando Verde di Bromocresolo (Bromocresol Green)

Trasferisci con la pipetta di vetro un'aliquota di 10,00 mL della soluzione campione ottenuta nello Stadio 4, dal matraccio a una beuta, e aggiungi 3 gocce della soluzione di BCG. Prepara in un'altra beuta una soluzione di riferimento aggiungendo 3 gocce della soluzione al 15 % di NaH_2PO_4 e 3 gocce della soluzione di BCG a 15-20 mL di acqua distillata. Titola la soluzione campione con la soluzione di NaOH fino a che il colore diviene identico a quello della soluzione di riferimento.

2.2 Completa la tabella nella Scheda Risposte (Answer Sheet).

Stadio 6. Titolazione del campione usando Timolftaleina (thymolphthalein)

Trasferisci con la pipetta di vetro un'aliquota di 10,00 mL della soluzione campione ottenuta nello Stadio 4, dal matraccio a una beuta. Aggiungi 2 gocce della soluzione di TP e titola con la soluzione di NaOH fino alla colorazione blu persistente per 5-10 secondi con agitazione.

2.3 Completa la tabella nella Scheda Risposte (Answer Sheet).

Stadio 7. Calcoli

2.4 Calcola la massa di CO_3^{2-} nel campione.

2.5 Calcola la massa di HPO_4^{2-} nel campione.

Stadio 8. Ulteriori domande sul problema

Rispondi alle ulteriori domande nella Scheda Risposte (Answer Sheets).

2.6a Indica una reazione (scrivi sotto l'equazione) per un processo che interferisce, in presenza di ioni Ca^{2+} , con l'analisi del campione che hai fatto.

2.6b Una lista di possibili errori nei differenti Stadi è data in tabella nella Scheda Risposte.

Indica quale degli errori può portare a errori nella determinazione del contenuto di CO_3^{2-} e/o di HPO_4^{2-} . Usa i seguenti simboli: "0" se nessun errore è previsto, "+" o "-" se il risultato è più alto (errore positivo) o più basso (errore negativo) di quello vero.

Periodic Table of Elements

with atomic masses

1 H 1.01																2 He 4.00	
3 Li 6.94	4 Be 9.01											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.31											13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.07	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.88	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.39	31 Ga 69.72	32 Ge 72.61	33 As 74.92	34 Se 78.96	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.94	43 Tc 98.91	44 Ru 101.07	45 Rh 102.91	46 Pd 106.42	47 Ag 107.87	48 Cd 112.41	49 In 114.82	50 Sn 118.71	51 Sb 121.76	52 Te 127.60	53 I 126.90	54 Xe 131.29
55 Cs 132.91	56 Ba 137.3	57-71	72 Hf 178.49	73 Ta 180.95	74 W 183.84	75 Re 186.21	76 Os 190.23	77 Ir 192.22	78 Pt 195.08	79 Au 196.97	80 Hg 200.59	81 Tl 204.38	82 Pb 207.19	83 Bi 208.98	84 Po 208.98	85 At 209.99	86 Rn 222.02
87 Fr 223	88 Ra 226	89-103	104 Rf 261	105 Db 262	106 Sg 263	107 Bh 264	108 Hs 265	109 Mt 268									

57 La 138.91	58 Ce 140.12	59 Pr 140.91	60 Nd 144.24	61 Pm 144.92	62 Sm 150.36	63 Eu 151.96	64 Gd 157.25	65 Tb 158.93	66 Dy 162.50	67 Ho 164.93	68 Er 167.26	69 Tm 168.93	70 Yb 173.04	71 Lu 174.97
89 Ac 227	90 Th 232	91 Pa 231	92 U 238	93 Np 237	94 Pu 244	95 Am 243	96 Cm 247	97 Bk 247	98 Cf 251	99 Es 252	100 Fm 257	101 Md 258	102 No 259	103 Lr 262