



Corso Luigi Einaudi, 55 - Torino

Appunti universitari

Tesi di laurea

Cartoleria e cancelleria

Stampa file e fotocopie

Print on demand

Rilegature

NUMERO: 1549A -

ANNO: 2015

A P P U N T I

STUDENTE: Kolisnichenko

MATERIA: Diario di Chimica Sperimentale. Prof. Penazzi

Il presente lavoro nasce dall'impegno dell'autore ed è distribuito in accordo con il Centro Appunti.

Tutti i diritti sono riservati. È vietata qualsiasi riproduzione, copia totale o parziale, dei contenuti inseriti nel presente volume, ivi inclusa la memorizzazione, rielaborazione, diffusione o distribuzione dei contenuti stessi mediante qualunque supporto magnetico o cartaceo, piattaforma tecnologica o rete telematica, senza previa autorizzazione scritta dell'autore.

**ATTENZIONE: QUESTI APPUNTI SONO FATTI DA STUDENTIE NON SONO STATI VISIONATI DAL DOCENTE.
IL NOME DEL PROFESSORE, SERVE SOLO PER IDENTIFICARE IL CORSO.**

CHIMICA SPERIMENTALE PER INGEGNERIA

A.A. 2013-2014

KOLISNICHENKO ARTEM S201102

SQUADRA 1 (mercoledì)

SQ1-3

DIARIO - PARTE 1

A

Il diario ha una importanza fondamentale in questo corso: serve per ripassare il contenuto delle esperienze, inoltre lo si deve presentare all'esame: un diario con delle gravi mancanze od errori rende la parte orale problematica.

La relazione di ogni esperienza è divisa in 3 parti che devono essere riportate sul diario in tempi diversi:

I parte:

- va fatta a casa prima dell'esperienza
- deve contenere:
 - la data e il titolo dell'esperienza
 - una fase che descriva l'oggetto dell'esperienza
 - l'elenco dei reagenti con la formula
 - proprietà fisiche e quelle relative alla sicurezza
 - descrizione degli strumenti.

II parte:

- deve essere riportata durante lo svolgimento della prova:
 - descrizione degli azioni che hanno portato al risultato;
 - registrazione degli eventuali fatti anomali o imprevisti che sono avvenuti
 - va registrato ogni dato
 - tabelle con i dati ottenuti sperimentalmente
 - impressioni personali.

III parte:

- va riempita a casa dopo aver fatto eventuali calcoli aggiuntivi e aver riflettuto sui risultati:
 - tabelle con i dati ottenuti dai calcoli aggiuntivi e analisi dell'errore
 - discussione dei dati ottenuti alla luce delle ipotesi di partenza
 - osservazioni conclusive sull'esito dell'esperienza

Reagenti e materiali utilizzati:

- soluzione di acido cloridrico HCl; (acido)
- soluzione di idrossido di sodio NaOH; (base)
- ~~ft~~ indicatore: fenoftaleina in soluzione alcolica (a $\text{pH} < 8$ è incolore, mentre a $\text{pH} > 10$ è di colore porpaso perché gli ossidrilici perdono i loro idrogeni);
- buretta (attenzione a utilizzarla, costa troppo!);
- beuta; - cilindro

Procedimento: (determinare il V incognito di HCl con titolante NaOH)

- con un cilindro da 100 cm^3 , si misurano 10 cm^3 di soluzione di HCl $0,1 \text{ M}$ e si trasferiscono nella beuta;
- introdurre nella beuta stessa si mettono due gocce di fenoftaleina in alcool etilico;
- si introduce nella buretta un volume di 10 cm^3 di soluzione di NaOH $0,1 \text{ M}$.
- si titola l'acido facendo cadere lentamente la soluzione di NaOH, goccia a goccia, agitando la beuta, fino a comparsa di colorazione rosa
- si legge il V di NaOH impiegato
- si lavano con acqua gli strumenti:

- HCl - acido cloridrico $\text{H}-\overline{\text{Cl}}$
 - densità = $1,187 \text{ g/cm}^3$ a 20°C
 - $K_a = 10^{-7} \rightarrow$ acido forte
 - solubilità in $\text{H}_2\text{O} = 82,3 \text{ g/100}$ (H_2O a 0°C)
 - $t^\circ\text{C}$ di fusione = $-114,22^\circ\text{C}$
 - $t^\circ\text{C}$ di ebollizione = $-85,05^\circ\text{C}$
 - punto critico = $51,4^\circ\text{C}$
 - punto triplo = $158,9 \text{ K}$ ($-114,25^\circ\text{C}$)
 - CAS [7647-01-0]
 - EINECS [231-595-7]

Parte 3

	V_{NaOH}	ΔV_{NaOH}	$\frac{\Delta V}{V} \cdot 100$	V'_{NaOH} teorico	$\bar{V}_{NaOH} \pm \sigma_{NaOH}$
	ml	ml			ml
1	3,60	0,05	1,4%	0,4 ml	3,63 ± 0,05
2	3,70	0,05	1,3%		
3	3,60	0,05	1,4%		

valore teorico:

$$V'_{NaOH} \cdot M_{NaOH} = V_{HCl} \cdot M_{HCl}$$

$$V'_{NaOH} \cdot 0,1M = 40 \text{ cm}^3 \cdot 0,01M$$

$$V'_{NaOH} = 0,4 \text{ ml}$$

valore sperimentale:

$$\bar{V}_{NaOH} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = 3,63 \text{ ml}$$

$$\sigma = 0,05$$

La buretta è uno strumento molto preciso perché ha una sensibilità di 0,05 ml. Quindi per una misura di 4,00 ml errore relativo corrispondente è circa 1,25%.

Discussione dei dati ottenuti:

Lo scopo dell'esperienza era quello di verificare la molarità di una soluzione di un acido forte titolandola con una base forte. La molarità di HCl era 0,01M e titolandola con i 40 ml di essa con NaOH 0,1M si aspettava di ottenere un valore di volume di NaOH $\approx 4,00$ ml. Nella nostra esperienza abbiamo ottenuto $\bar{V}_{NaOH} = (3,63 \pm 0,05) \text{ ml}$ che il ciò vuol dire che $M_{HCl} = 0,009 \text{ M}$. Il valore ottenuto è accettabile entro i margini d'errore. Il ciò può essere caratterizzato dagli errori sistematici o casuali oppure previsti. Gli assistenti del laboratorio ~~hanno~~ ^{non sono stati} ~~stabiliti~~ ^{stabiliti} con le concentrazioni quando preparavano le soluzioni.

Procedimento:

- determinazione del volume di $KMnO_4$
- con un cilindro da 100 cm^3 si misurano 10 cm^3 di soluzione di $KMnO_4$ $0,1\text{ N}$ e trasferirlo nella beuta di titolazione;
- nella beuta stessa introdurre 50 cm^3 di H_2O distillata per diluire il colore intenso e prelevare 20 cm^3 di H_2SO_4 1 M e introdurre nella stessa beuta;
- si introduce nella buretta la soluzione di $FeSO_4$ $0,2\text{ N}$
- si titola la soluzione di $KMnO_4$ fino a scomparsa della colorazione violetta di $KMnO_4$;
- si legge il V impiegato sulla buretta;
- si lavano almeno 3 volte tutti gli standardi con H_2O dist.
- determinazione del volume di $FeSO_4$
- con un cilindro da 100 cm^3 , misurare 20 cm^3 di $FeSO_4$ $0,05\text{ N}$ e trasferirlo nella beuta. Introdurre 50 cm^3 di H_2O distillata;
- introdurre nella buretta 15 cm^3 di $KMnO_4$ $0,1\text{ N}$
- si titola con il solito procedimento la soluzione di $FeSO_4$ facendo cadere, goccia goccia, agitando la beuta, fino a scomparsa della colorazione violetta della soluzione di permanganato.
- leggere il V sulla buretta
- lavare gli strumenti almeno 3 volte con H_2O dist.

Descrizione dei reagenti:

- $KMnO_4$ - permanganato di potassio - solido cristallino violetto.
 - densità = $2,70\text{ g/cm}^3$ a 20°C
 - solubilità in H_2O = 64 g/l a 20°C
 - $t^\circ\text{C}$ di fusione $> 240^\circ\text{C}$ con decomposizione
 - CAS [7722-64-7] • frasi H 272-302-410
 - EINECS [231-760-3] • consigli P 210-273
- H_2SO_4 - acido solforico
 - densità = $1,84\text{ g/cm}^3$ a 20°C • frasi H 314-290
 - $K_a = 10^5$ acido forte • consigli P 280
 - $t^\circ\text{C}$ fusione = -15°C / $t^\circ\text{C}$ ebollizione = 310°C

Parte 3

n	V FeSO ₄	ΔV FeSO ₄	$\frac{\Delta V}{V} \cdot 100$	V _{teor.} FeSO ₄	\bar{V} FeSO ₄	σ FeSO ₄	N	V KMnO ₄	ΔV KMnO ₄
/	ml	ml	/	ml	ml	ml	10 N	ml	ml
1	3,50	0,05	1,43%	5,0	3,60	0,10	0,072	7,2	0,2
2	3,70	0,05	1,35%	/	/	/	/	/	/
3	3,60	0,05	1,39%	/	/	/	/	/	/

$$V_{\text{teor. FeSO}_4} \cdot N_{\text{FeSO}_4} = V_{\text{KMnO}_4} \cdot N_{\text{KMnO}_4}$$

$$V_{\text{teor. FeSO}_4} = \frac{10 \text{ cm}^3 \cdot 0,1 \text{ N}}{0,2 \text{ N}} = 5,0 \text{ ml}$$

$$\bar{V}_{\text{FeSO}_4} = \frac{(3,50 + 3,70 + 3,60) \text{ ml}}{3} = 3,60 \text{ ml}$$

$$N_{\text{KMnO}_4} = 0,072 \text{ N}; \quad V_{\text{KMnO}_4} = \frac{3,60 \text{ ml} \cdot 0,2 \text{ N}}{0,1 \text{ N}} = 7,2 \text{ cm}^3 = 7,2 \text{ ml}$$

Non era necessario, in questa esperienza, utilizzare l'indicatore perché gli ioni di transizione presentano colori diversi $\text{Mn}^{+7} = \text{viola} \rightarrow \text{Mn}^{+2} = \text{giallo-bruno}$.

Lo scopo dell'esperienza era determinare il volume di KMnO₄, il risultato ottenuto sperimentalmente è $V_{\text{KMnO}_4} = (7,2 \pm 0,2) \text{ ml}$. Questo valore è completamente

fuori dal range del valore teorico $V = 10 \text{ ml}$. Sicuramente il motivo non è causato dagli errori casuali e quelli del tipo sistematico perché gli strumenti con cui i reagenti sono stati prelevati sono precisi e soprattutto la buretta che per ogni misura effettuata ha un errore relativo di $\Delta V = \pm 0,05 \text{ ml}$. Un motivo può essere spiegato in seguente modo: gli assistenti del laboratorio non sono stati precisi 11

30/04/2014 **Esperimento serie**

L'esperimento si divide in due parti, nella prima si valuta la tendenza di un metallo a ridursi su un altro, nella seconda si valuta il potere ossidante di un acido.

La serie elettrochimica riporta i potenziali di elettrodo degli elementi calcolati in condizioni normali. Il potere di elettrodo di un elemento misura la sua tendenza a ridursi. Maggiore è il valore di potenziale maggiore sarà la tendenza dell'elemento a ridursi.

Procedimento:

- prima parte - coppie $\text{Cu}-\text{FeSO}_4$ e $\text{Fe}-\text{CuSO}_4$
- si versa in un becker la soluzione di FeSO_4 0,1M e si pone la lamina di Cu a contatto;
- si versa in un becker la soluzione di CuSO_4 0,1M e si pone la lamina di Fe a contatto con la soluzione.
- Seconda parte - lamine e acidi - **SOTTO CAPPAA**
- si pone la lamina di Cu a contatto con le due soluzioni dei diversi acidi H_2SO_4 e HNO_3 ;
- si pone la lamina di Fe nelle stesse soluzioni.

Materiali, reagenti e strumenti utilizzati:

- soluzione di solfato ferroso (FeSO_4);
- " " solfato rameico (CuSO_4);
- " " acido solforico (H_2SO_4);
- " " acido nitrico (HNO_3);
- lamine di ferro (Fe) e di rame (Cu);
- becker;
- cappa aspirante.

La seconda parte di esperienza si deve eseguire sotto la cappa aspirante perché si producono dei gas pericolosi (per la salute).

Parte 2

- parte A coppia Cu-Fe

- nel becher contenente rame con FeSO_4 non avviene alcuna reazione perché il potenziale di riduzione standard di $E^\circ(\text{Fe}) = -0,447\text{V}$, mentre quello di rame $E^\circ(\text{Cu}) = 0,337\text{V}$. Quindi il ferro Fe non è in grado di ossidare il rame Cu e farlo acquistare 2 elettroni $\text{Cu} \rightarrow \text{Cu}^{2+} + 2\text{e}^-$.
 $E^\circ(\text{Fe}) = -0,447\text{V} < E^\circ(\text{Cu}) = 0,337\text{V}$.

- nel becher con Fe e CuSO_4 si ha la formazione di un deposito di rame sul ferro. Ovvero la reazione avviene.

- parte B coppa rame e acidi

- ponendo a contatto il Cu con l'acido nitrico si osserva che avviene una reazione esotermica con sviluppo di gas, secondo la reazione:

$$3\text{Cu} + 8\text{HNO}_3 \rightarrow 3\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 + 2\text{NO} + 4\text{H}_2\text{O}$$
- in acido solforico il rame non si ossida ovvero non avviene alcuna reazione
- Si osserva che la lamina di Fe reagisce con entrambi gli acidi: il Fe va in soluzione ossidandosi, mentre gli ioni H^+ della soluzione si riducono a H_2 .

Parte 3

- parte A coppia Cu-Fe

- $\text{Cu} + \text{FeSO}_4 \rightarrow$ non avviene alcuna reazione perché il potenziale di riduzione standard di $E^\circ(\text{Fe}) = -0,447$, mentre quello di $E^\circ(\text{Cu}) = 0,337\text{V}$, ovvero il Fe non è in grado di ossidare il Cu e fargli passare da Cu^0 a Cu^{2+} .
- $\text{Fe} + \text{CuSO}_4 \rightarrow \text{Cu} + \text{FeSO}_4$ la reazione avviene in cui il Cu passa dalla soluzione alla lamina perché ha un potenziale d'elettrodo maggiore rispetto a quello di Fe. $E^\circ(\text{Cu}) = +0,337\text{V}$ 15

07/05/2014 Determinazione del metallo costituente un carbonato.

Scopo: determinare metallo alcalino che costituisce il carbonato

Viene fornita una certa quantità di X_2CO_3 dove X può essere Li , Na o K , bisogna determinare il metallo. L'esperienza si divide in tre metodi:

Primo metodo: calcoli stechiometrici

Materiale necessario

- 2 g di campione
- becker 50 ml
- HNO_3 8 M
- bilancia analitica

Si tratta il carbonato con una quantità nota di HNO_3 8 M 20ml



Il carbonato reagisce totalmente perde HNO_3 e' in eccesso e quindi scompare dal sistema come CO_2 gassosa.

Con:

- massa di X_2CO_3
- massa soluzione HNO_3
- variazione di massa dovuta allo sviluppo di CO_2
- n moli di CO_2 , ricavate dal punto precedente

Si può trovare

- n moli di X_2CO_3
- PM di X_2CO_3
- PA di X

Secondo metodo: titolazione

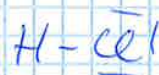
Materiale occorrente:

- 1 buretta;
- 1 becker da 150 ml;
- bilancia
- HNO_3 1 M;
- 1 becker da 100 ml;
- analitica
- 1 g di campione;
- metilarancio;

Si utilizza la reazione (1) come reazione base di una titolazione. Una soluzione di X_2CO_3 è leggermente basica, la si titola con HNO_3 (a bassa conc.) con indicatore metilarancio.

Il colore: da giallo a rosso

- HCl - acido cloridrico



- densità = 1,187 g/cm³ a 20°C
- $K_a = 10^{-7} \rightarrow$ acido forte
- solubilità in H₂O = 82,3 g/100 (H₂O a 0°C)
- t°C di fusione = -114,22°C
- t°C di ebollizione = -85,05°C
- CAS 7647-01-0
- frasi H 280-314-531
- consigli P 261-280-305+351+378-510

- metil arancio C₁₄H₁₄N₃NaO₃S

- solubilità in H₂O ~ 5 g/l a 20°C
- frasi H 301
- consigli P 301+310
- CAS 547-58-0

Parte 2

Secondo metodo:

Dalla reazione (1) si nota che in moli necessari per neutralizzare X₂CO₃ sono gli stessi di HNO₃. Per cui il rapporto sarà 1:1. $\Rightarrow M_{\text{HNO}_3} \cdot V_{\text{HNO}_3} = M_{\text{X}_2\text{CO}_3} \cdot V_{\text{X}_2\text{CO}_3}$
 Conoscendo il molo di volume di HNO₃ necessario per neutralizzare la soluzione si può risalire alla M di X₂CO₃ e poi in seguito a MM di X₂CO₃. Dunque anche alla massa molare di X. Il che permette di determinare il metallo di cui ci si tratta.

$$V_{\text{HNO}_3} = (11,90 \pm 0,05) \text{ ml}$$

Durante la titolazione non sono stati verificati alcuni fenomeni anomali, la soluzione ha virato ~~normalmente~~ dal ~~rosso~~ ^{giallo} al ~~giallo~~ rosso.

Terzo metodo:

Sono stati rispettati tutti i punti del procedimento. Si è verificato un cambiamento di colorazione: nella prima fase il colore era giallo molto vivo e dopo qualche secondo è diventato rosso molto porpora (che sarebbe il risultato)

07/05/2014 Durezza delle acque

Scopo: determinare e controllare se e in quale quantità sono presenti sali solubili di calcio e magnesio. Il motivo per cui bisogna fare questo è perché i sali di Ca e Mg sono quelli presenti in maggiore quantità e inoltre sono anche quelli che possono dare origine agli inconvenienti più gravi.

Durezza di un'acqua viene definita come il quantitativo di sali di calcio e magnesio in essa disciolti. Si misura in gradi francesi (°f) per esempio: un'acqua ha un grado francese di durezza quando la quantità di sali di Ca e Mg contenuta in 100L di acqua corrisponde a 0,01 moli di CaCO_3 .

L'esperienza si esegue in seguenti passi:

- determinare la durezza totale di 100 ml di acqua del rubinetto;
- scaldare l'acqua per eliminare la durezza temporanea;
- determinare la durezza permanente.

Durezza permanente è quella parte della durezza totale che rimane quando la durezza temporanea è stata eliminata.

Procedimenti ed alcuni chiarimenti:

1. Determinazione della durezza totale:

- si esegue la titolazione congiunta con V_t (volume titolante (EDTA)) e M_t (molarità titolante = 0,01).
- Il prodotto $V_t \cdot M_t$ è pari alla somma di moli di ioni di Ca^{2+} e di Mg^{2+} presenti;
- prelevare dal campione 100,00 ml che è stato trasferito nel recipiente di titolazione;
- si aggiunge ~ 5 ml di tampone ammoniacale a pH ~ 10 (con cilindro graduato) e punta di spatola di NET (miscela solida all'1% in NaCl);
- si titola con EDTA 0,010M e la soluzione cambia colore dal rosso all'azzurro.

Parte 2

n	V	ΔV	\bar{V}	σ_v	D_t	ΔD_t
/	ml	ml	ml	ml	°f	°f
1	14,60	0,05	14,17	0,42	14,17	0,42
2	13,60	0,05	/	/	/	/
3	14,30	0,05	/	/	/	/

$V_t = 0,010 = \text{Moles EDTA} = \text{Moles Ca}^{2+} \text{ e Mg}^{2+} \text{ in } 100 \text{ ml} = 0,0001417 \frac{\text{moles}}{\text{ml}}$

$1 : 0,01 = \text{°f} : 11 \times 1000$

$\text{°f} = \frac{11 \times 1000}{1000} \cdot 14,17$

n	V	ΔV	D_p	ΔD_p
/	ml	ml	°f	°f
1	15,60	0,05	15,60	0,05

Nella parte di determinazione della durezza totale il campione è stato titolato per 3 volte, quindi sono stati registrati ben 3 volumi di EDTA. Con quest'ultimi si è potuto calcolare $D_t =$ ~~permanente~~ durezza totale e il suo errore assoluto.

Dopo aver ~~calcolato~~ eliminato durezza temporanea è stata effettuata una sola volta la titolazione del campione contenente solo la durezza permanente e con quest'ultimo risalire alla D_p e ΔD_p .

Parte 3

$D_{temp} = D_t - D_p = 14,17 - 15,60 = -1,43 \text{ °f}$
 $\Delta D_{temp} = 0,05 + 0,42 = 0,47 \text{ °f}$

Il risultato è assurdo!!! perché la durezza permanente risulta di essere più grande della durezza totale. Infatti la durezza temporanea non può essere minore di 0. Molto probabilmente sono stato fatto una serie di errori nella fase di titolazione [22]

- chiudere i rubinetti
- collegare i due elettrodi con l'alimentatore a corrente continua ed imporre una corrente.
- si osserva uno sviluppo di gas nei tubi di vetro; al catodo dove avviene la riduzione si sviluppa idrogeno e all'anodo (ossidazione) ossigeno:

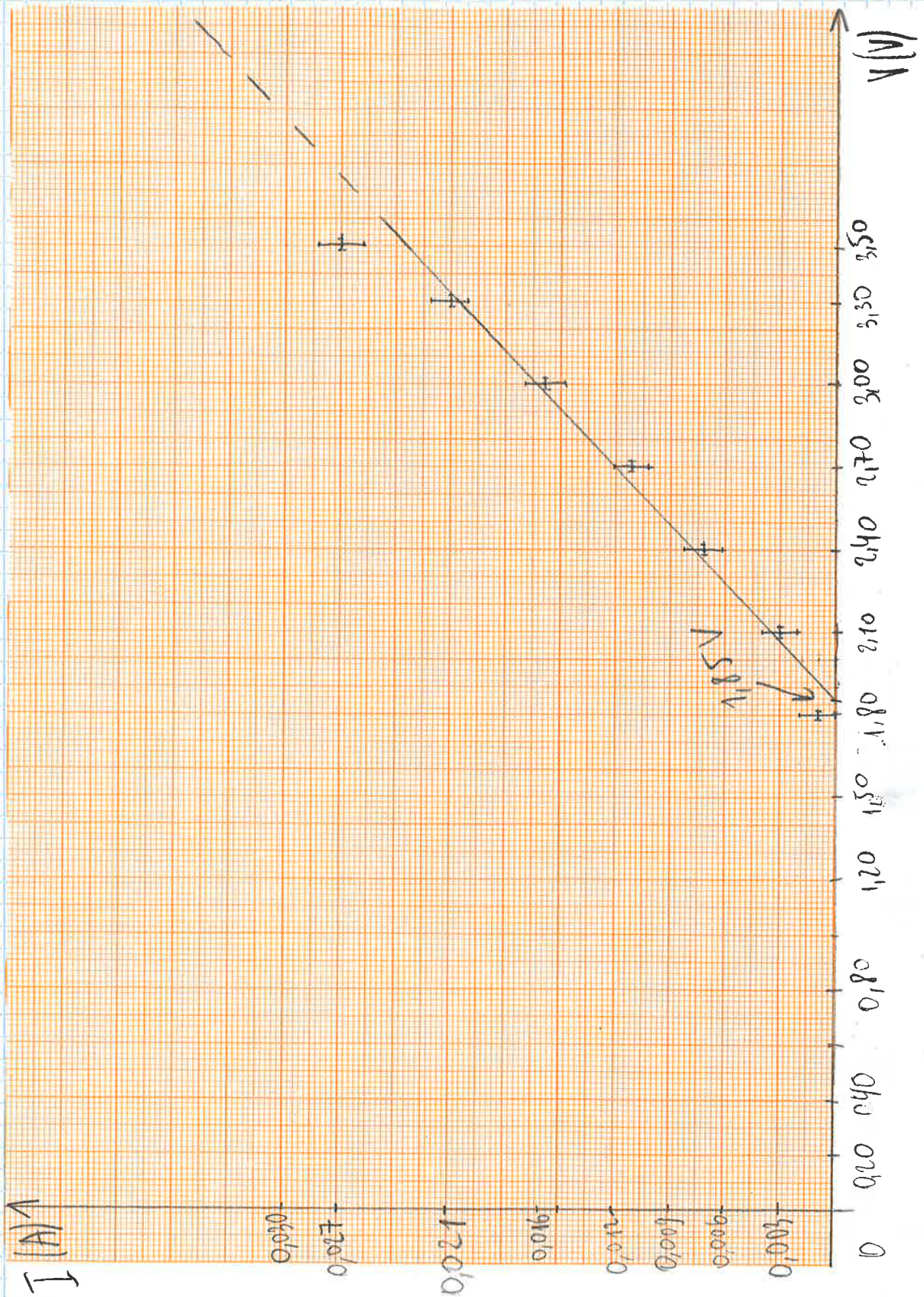


Prima parte: legge di Faraday

- si impone il passaggio di corrente di 0,3 A per 5 min;
- si legge il valore di V e si misura il volume dei due gas tramite le burette e applicando le equazioni opportune, si riporta in una tabella: la corrente, il tempo, il n. eq e n. moli di H_2 e O_2 e i volumi di H_2 e O_2 ; ripetere la misura con una corrente di 1 A. per t diversi.

Seconda parte: determinazione della caratteristica voltammetrica

- si impostano diversi valori di tensione (10 valori da 0 a 3,5 V in ogni modo fino ad una I_{MAX} di 0,5 A) e per ogni valore si aspetta che si stabilizzi la corrente. Fare tabella con i dati ottenuti e tracciare il grafico $V(I)$ con una retta per i valori di I non nulli, si dovrebbe ottenere il valore della tensione di decomposizione per la reazione.



14/05/2014 Preparazione del solfato di rame CuSO_4 .
 La sintesi del composto di solfato di rame, che si presenta solido in cristalli blu, consiste fondamentalmente nell'ossidazione del rame metallico ad opera dell'acido nitrico, in presenza dell'acido solforico. Lo ione nitrato funziona da ossidante, mentre l'acido solforico mantiene l'ambiente acido, e fornisce l'anione solfato al rame ossidato.

Materiali occorrenti:

- rame Cu scaglie (5g);
- acido solforico H_2SO_4 95% 15ml;
- HNO_3 32% acido nitrico ~~95%~~ 30ml;
- conta gocce;
- scaldino;
- bilancia;
- filtro
- acetone
- bilancia

Procedimento:

- si pesano 5g di Cu in scaglie (78,3 mmol).
 SOTTO CAPPAA, si mette il Cu nel becker di reazione assieme a 200 ml di H_2O , 15ml di acido solforico al 95% (270 mmol ovvero in eccesso) e 30 ml di HNO_3 32,5% (276,3 mmol in eccesso anche giusto);
- aggiungere nel becker H_2SO_4 , HNO_3 e H_2O e poi a poco a poco il rame;
- $8\text{H}^+(\text{aq}) + 3\text{Cu}(\text{s}) + 2\text{NO}_3^-(\text{aq}) \rightarrow 3\text{Cu}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{NO}(\text{g}) + 4\text{H}_2\text{O}(\text{l})$
 avviene questa reazione.
 - NO reagisce con O_2 per dare NO_2 che è tossico di colore bruno;
 - si stabilisce l'equilibrio di $\text{NO}_2(\text{g})$ con $\text{N}_2\text{O}_4(\text{g})$ spostato verso destra

- HNO_3 acido nitrico - liquido da zucchero a goalle
- densità = $1,52 \text{ g/cm}^3$
- solubilità in H_2O = completa
- $t^\circ\text{C}$ di fusione = -42°C
- $t^\circ\text{C}$ di ebollizione = 83°C
- tensione di vapore = 600 Pa a 20°C
- CAS [2697-32-2]
- consigli PA 220 - 260 - 280 - 289 - 305
- frasi H 372 - 311 - 314 - 330

Parte 2

Se questo punto per punto il procedimento non sono stati osservati di fatti anomali e sono stati rilevati sperimentalmente i seguenti dati:

$$\text{peso filtro} = (0,66 \pm 0,01) \text{ g}$$

$$\text{peso filtro + cristalli} = (12,30 \pm 0,01) \text{ g}$$

$$\text{peso cristalli} = (11,64 \pm 0,02) \text{ g}$$

$$m_{\text{Cu}} = (5,00 \pm 0,01) \text{ g}$$

$$n_{\text{Cu}} = 0,07869 \text{ mol} \pm 0,00016 \text{ mol}$$

$$n_{\text{CuSO}_4} = 0,07869 \text{ mol} \pm 0,00016 \text{ mol} \quad (0,24\%)$$

$$m(\text{CuSO}_4) = 12,56 \text{ g} \pm 0,03 \text{ g} = (12,56 \pm 0,03) \text{ g} \checkmark$$

$$\% \text{ resa} = \frac{m_{\text{reale}}}{m_{\text{teorica}}} \cdot 100 = \frac{11,64 \text{ g}}{12,56 \text{ g}} \cdot 100 = 92,68\%$$

Dopo una settimana abbiamo filtrato e lavato con acetone e dopo di ciò pesato e calcolato la resa.

21/05/2014 Cinetica della reazione di ~~idrolisi~~ saponificazione dell'acetato di etile.

Si tratta della reazione di acetato di etile con una base per dare l'alcol etilico e lo ione acetato.



Si osserva come una reazione di spostamento di una base debole ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) da un sale ($\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$) da parte di una base forte (NaOH)

Studio della cinetica di una reazione:



$$\boxed{\ln(1 - \xi/[A]_0) = -kt} ; \xi = [A]_0 - [A]$$

ξ è il numero di moli per litro di soluzione di A che ha reagito al tempo t. Se $t=0 \rightarrow \xi=0$



$$\boxed{\frac{1}{(1 - \xi/[A]_0)^2} = 1 + [A]_0 kt} ; \text{con } 0 < \xi/[A]_0 < 1$$



$$\frac{1}{[B]_0 - [A]_0} \ln \left(\frac{[B]_0/[A]_0 - \xi/[A]_0}{1 - \xi/[A]_0} \right) = kt + \frac{\ln \frac{[B]_0}{[A]_0}}{[B]_0 - [A]_0}$$

vengono definiti gli ordini di reazione come:

- primo ordine ① $v = k[A]$
- secondo ordine ② $v = k[A]^2$
- secondo ordine totale $v = k[A][B]$

Prima prova

- si misura la diminuzione della concentrazione di una specie aggiungendo l'altra in grande eccesso in modo che la sua [C] risulti costante.

$$v = k[\text{OH}]^a [\text{AcEt}]^b \text{ diventa } v = \underbrace{(k[\text{AcEt}]^b)}_{k'} (\text{OH})^a$$

Prima prova (con eccesso di EtAc)

- versare 15 ml di soluzione di NaOH nel cilindro e quindi in una provetta
- lavare cilindro e con esso prelevare 15 ml di EtAc 0,2 M che vanno versati in una provetta
- mettere le provette tappate nelle beccate e le ultime nel bagno termostatico a 35°C
- accendere il conduttimetro, infilare la sonda Couette e asciutta nel cilindro e immergerlo nel bagno termostatico
- accendere per almeno 15 min le provette e sonda devono essere a 35°C.
- miscelare bene i reagenti ed inserire la sonda del conduttimetro e prendere una lettura ogni 15 s per 15 min o fino a quando il valore di $k = \text{cost}$. Il primo valore è k_0 e l'ultimo è k_{∞} .
- tappare la provetta e lasciarla a 35°C nel becher.

Seconda prova (quantità comparabili di reagenti, NaOH reagente limit.)

- versare 15 ml di soluzione di NaOH nel cilindro e quindi nella provetta già usata per NaOH;
- lavare il cilindro e con esso prelevare 15 ml di EtAc 0,05 M che vanno versati in una provetta nuova
- mettere le provette tappate nel becher, nel bagno termostatico
- attendere circa 15 min, provetta e sonda devono essere a 35°C
- miscelare bene e velocemente, inserire la sonda del conduttimetro e prendere una lettura ogni 15 s per 15 min o fino a quando $k = \text{cost}$. Il primo valore è k_0 e l'ultimo k_{∞}
- tappare la provetta e lasciarla a 35°C nel becher.

Parte 2

Esperienza 2

K	mpo	$\xi/[\text{OH}^-]$	$\ln(1-\xi/[\text{OH}^-])$	$1/(1-\xi/[\text{OH}^-])$	Y
13,530	15	0,000000000	0	1,000000	30,5430244
13,020	30	0,078160920	-0,08138	1,084788	32,1970602
12,600	45	0,142528736	-0,15377	1,166220	33,7119053
12,210	60	0,202298851	-0,22602	1,253602	35,2643458
11,850	75	0,257471264	-0,29769	1,346749	36,8432612
11,520	90	0,308045977	-0,36824	1,445183	38,4343053
11,250	105	0,349425287	-0,42990	1,537102	39,8544749
10,920	120	0,400000000	-0,51083	1,666667	41,7587656
10,650	135	0,441379310	-0,58228	1,790123	43,4773593
10,410	150	0,478160920	-0,65040	1,916300	45,1467849
10,200	165	0,510344828	-0,71405	2,042254	46,7338403
9,990	180	0,542528736	-0,78204	2,185930	48,4564892
9,810	195	0,570114943	-0,84424	2,326203	50,0565953
9,690	210	0,588505747	-0,88796	2,430168	51,1948498
9,540	225	0,611494253	-0,94545	2,573964	52,7077741
9,390	240	0,634482759	-1,00644	2,735849	54,3326728
9,240	255	0,657471264	-1,07140	2,919463	56,0846222
9,120	270	0,675862069	-1,12659	3,085106	57,5897883
9,010	285	0,692720307	-1,18000	3,254364	59,0606558
8,910	300	0,708045977	-1,23116	3,425197	60,4821867
8,820	315	0,721839080	-1,27956	3,595041	61,8378375
8,700	330	0,740229885	-1,34796	3,849558	63,7713799
8,610	345	0,754022989	-1,40252	4,065421	65,3277163
8,530	360	0,766283525	-1,45365	4,278689	66,79713
8,430	375	0,781609195	-1,52147	4,578947	68,7619138
8,370	390	0,790804598	-1,56449	4,780220	70,0169753
8,280	405	0,804597701	-1,63269	5,117647	72,0204944
8,220	420	0,813793103	-1,68090	5,370370	73,4459481
8,103	435	0,831724138	-1,78215	5,942623	76,4647095
8,043	450	0,840919540	-1,83835	6,286127	78,1536226
7,977	465	0,851034483	-1,90404	6,712963	80,1396187
7,917	480	0,860229885	-1,96776	7,154605	82,0770767
7,960	495	0,853639847	-1,92168	6,832461	80,6750592
7,794	510	0,879080460	-2,11263	8,269962	86,5207839
7,752	525	0,885517241	-2,16733	8,734940	88,2115226
7,713	540	0,891494253	-2,22095	9,216102	89,8752593
7,665	555	0,898850575	-2,29116	9,886364	92,0626053
7,620	570	0,905747126	-2,36177	10,609756	94,2726391
7,575	585	0,912643678	-2,43776	11,447368	96,6609938
7,533	600	0,919080460	-2,51430	12,357955	99,0768871
7,497	615	0,924597701	-2,58492	13,262195	101,314273
7,458	630	0,930574713	-2,66750	14,403974	103,940453
7,428	645	0,935172414	-2,73602	15,425532	106,126657
7,392	660	0,940689655	-2,82497	16,860465	108,973839
7,359	675	0,945747126	-2,91410	18,432203	111,836476
7,329	690	0,950344828	-3,00265	20,138889	114,689505
7,296	705	0,955402299	-3,11007	22,422680	118,161215
7,266	720	0,960000000	-3,21888	25,000000	121,688608
7,245	735	0,963218391	-3,30276	27,187500	124,414922
7,215	750	0,967816092	-3,43629	31,071429	128,766094
7,188	765	0,971954023	-3,57391	35,655738	133,263329
7,161	780	0,976091954	-3,73354	41,826923	138,493945
7,140	795	0,979310345	-3,87812	48,333333	143,242847
7,119	810	0,982528736	-4,04720	57,236842	148,808103
7,095	825	0,986206897	-4,28359	72,500000	156,606835
7,071	840	0,989885057	-4,59374	98,863636	166,864242
7,056	855	0,992183908	-4,85157	127,941176	175,407764
7,035	870	0,995402299	-5,38220	217,500000	193,024147
7,014	885	0,998620690	-6,58617	725,000000	233,085196
7,005	900	1,000000000	non def	non def	1238,07552

Esperienza 1

K	empo (s)	$\xi/[\text{OH}^-]$	$\log(1-\xi/[\text{OH}^-])$	$1/(1-\xi/[\text{OH}^-])$
6,748	15	0,000000000	0,000000000	1,000000000
6,696	30	0,099426386	-0,104723370	1,110403397
6,603	45	0,277246654	-0,324687268	1,383597884
6,513	60	0,449330784	-0,596620984	1,815972222
6,438	75	0,592734226	-0,898289298	2,455399061
6,375	90	0,713193117	-1,248946170	3,486666667
6,333	105	0,793499044	-1,577450237	4,842592593
6,288	120	0,879541109	-2,116446738	8,301587302
6,279	225	0,896749522	-2,270597418	9,685185185
6,273	240	0,908221797	-2,388380453	10,895833330
6,264	255	0,925430210	-2,596019818	13,410256410
6,255	270	0,942638623	-2,858384082	17,433333330
6,249	285	0,954110899	-3,081527634	21,791666670
6,243	300	0,965583174	-3,369209706	29,055555560
6,237	315	0,977055449	-3,774674814	43,583333330
6,234	330	0,982791587	-4,062356887	58,111111110
6,231	345	0,988527725	-4,467821995	87,166666670
6,228	360	0,994263862	-5,160969175	174,333333300
6,225	375	1,000000000	non def	non def

Parte 1: eccesso di EtAc.

I valori di conducibilità hanno un andamento non lineare perché per cui è stato preso un range migliore per ottenere un grafico più accettabile. Il range preso corrisponde a $0 \leq t \leq 360$ s. In excel sono stati tracciati i grafici per primo ordine dipendente da un solo reagente e per secondo ordine sempre dipendente da un reagente ovvero da $[OH^-]$ perché $[EtAc]$ l'abbiamo considerata costante.

$V = k[EtAc][OH^-]$: Reazione del primo ordine $A \rightarrow B$
 da variazione di $[EtAc]$ è minimo per cui essa può essere considerata costante

$$-\frac{d[OH^-]}{[OH^-]_t} = k' dt$$

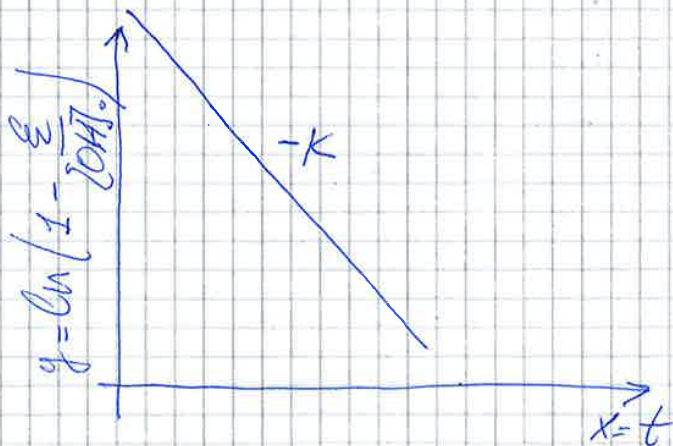
$$\ln [OH^-]_t = -kt + \ln [OH^-]_0$$

$$\ln \frac{[OH^-]_t}{[OH^-]_0} = -kt$$

$$\xi = [OH^-]_0 - [OH^-]_t$$

$$\ln \left(\frac{[OH^-]_0 - \xi}{[OH^-]_0} \right) = -kt$$

$$\ln \left(1 - \frac{\xi}{[OH^-]_0} \right) = -kt$$



Dalla teoria si dimostra che si può misurare la concentrazione di una sostanza tramite la conduttanza della soluzione.

$$\frac{k_0 - k}{k_0 - k_\infty} = \frac{\xi}{[OH^-]_0}$$

$$k_0 = 6,748;$$

$$k_\infty = 6,225;$$

Con dei semplici passaggi matematici si esige al valore delle g del grafico utilizzando i due valori di k_0 e k_∞ .

Parte 3

Esperienza 1:

Grafico 1 ordine 1 reagente:

- abbiamo considerato $[E+Ac] = \text{cost}$ quindi teoricamente dovremmo dovuto ottenere una retta con pendenza negativa.
- il grafico ottenuto è una curva decrescente e facendo passare una retta che approssima meglio l'andamento di quella curva si ottiene $y = -0,2887x + 0,4707$ con $R^2 = 0,98858$.
- R^2 non viene uguale a uno molto probabilmente perché $[E+Ac]$ durante la reazione non rimane costante per cui dovrebbe essere una reazione di secondo ordine dipendente da due reagenti.

Grafico 2 ordine 1 reagente:

- la retta OH che approssimo meglio l'andamento della curva ottenuta è $y = 1,4556x - 3,1428$ con $R^2 = 0,90382$.
- R^2 è molto lontano da 1 questo ci porta a concludere che la nostra reazione non è sicuramente del secondo ordine dipendente da 1 reagente perché sarebbe stato $v = [OH]^{(2)}$ ovvero il coefficiente stechiometrico di $OH^- = 2$. Nella nostra reazione non lo è per cui l'ordine non è 2 dipendente da 1 reagente.

Esperienza 2:

Grafico 1 ordine 1 reagente

- la retta passante per i punti del grafico è $y = -0,00648x + 0,0259$, con $R^2 = 0,99681$
- costante cinetica di reazione del primo ordine 1 reagente $k = 0,00648$
- $R^2 = 0,99681$ è molto vicino a 1 quindi durante l'esperienza $[E+Ac]$ è il doppio di $[OH^-]$ e la reazione è del primo ordine rispetto a un reagente $v = k[OH^-]^a$ con $a = 1$

(37)

CHIMICA SPERIMENTALE PER L'INGEGNERIA
A.A. 2013-2014

KOLISNICHENKO ARTEM S201102

SQUADRA 1-3 (mercoledì)

SQ 1-3

DIARIO - PARTE 2

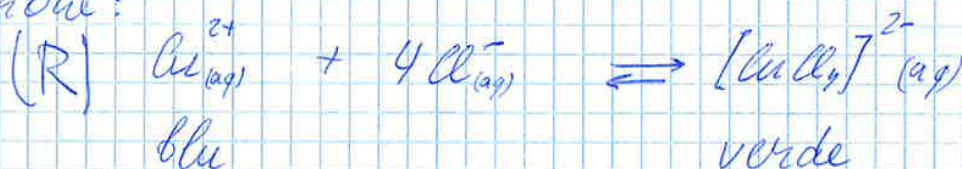
A1

28/05/2014 verifica del principio di Le Chatelier - Brown
nell'equilibrio $\text{CuCl}_2 \leftrightarrow [\text{CuCl}_4]^{2-}$

Parte 1: Principi teorici:

Principio di Le Chatelier - Brown: dato un sistema all'equilibrio, se viene introdotta una modificazione alle condizioni di equilibrio, il sistema evolve in modo da portarsi di nuovo all'equilibrio minimizzando la modificazione introdotta.

In questa esperienza si sfrutta il fatto che gli ioni Cu^{2+} reagiscono con gli ioni alogenuro (Cl^- , Br^- , I^-) per formare ioni complessi e, mentre gli ioni Cu^{2+} in soluzione acquosa sono blu, il risultato prodotto è verde. In base alla colorazione della soluzione si può stabilire dove l'equilibrio si è spostato durante l'esperienza. L'equilibrio stesso è descritto secondo la reazione:



Descrizione dell'esperienza:

Materiali usati:

- 20 mL di una soluzione 0,5 M di CuCl_2

CuCl_2 = cloruro rameico

- densità = 3,386 g/cm³ a 20°C
- solubilità in H₂O 70,6 g/100 mL a 0°C
- t°C di fusione = 100°C
- t°C di ebollizione = 993°C
- sistema cristallino = trigonale distorta
- frasi H 302 - 315 - 319 - 410
- consigli P 260 - 273 - 302 + 352 - 305 + 337 + 373

Parte 2 :

Dopo aver seguito con attenzione ogni punto del procedimento si può osservare che nelle 6 provette la soluzione ha preso diverse colorazioni rispetto alla 1°:

1° blu - azzurro

2° sempre blu - azzurro ma in fondo con una colorazione verde

3° verde chiaro

4° blu più scuro rispetto alla 1°

6° blu scuro di più della provetta 1°

5° sempre blu ma tendente al verde rispetto alla provetta 1°.

Nelle provette 2°-4° la colorazione è cambiata all'istante quando è stata aggiunto il reagente, mentre nella provette 5 e 6 ci voleva un paio di minuti prima che cambi l'equilibrio e dunque la colorazione. perché varia la funzione della T.

Dalla provetta 5 e 6 si nota che scaldando ovvero aggiungendo calore al sistema si osservava che l'equilibrio si era spostato verso i prodotti (colore azzuro-verde), mentre sottraendo calore si è visto che la colorazione è diventata più blu rispetto alla 1°, dunque l'equilibrio era spostato verso i reagenti.

Da queste osservazioni si può dedurre che la reazione (R) $\text{Cu}^{2+} + 4\text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{CuCl}_4^{2-}$ è endotermica ovvero:

$$K_c = \text{cost} e^{-\frac{\Delta E}{RT}}$$

$\Delta E > 0$: T cresce \rightarrow K_c cresce

T diminuisce \rightarrow K_c diminuisce.

Se si decidesse di aggiungere CuSO_4 (solfato di rame) in ogni provetta si otterrebbe un spostamento dell'equilibrio verso i reagenti perché si aggiungerebbero degli Cu^{2+} in più che è uno dei reagenti. Quindi ogni provetta assumerebbe una colorazione più blu rispetto alla fase precedente.

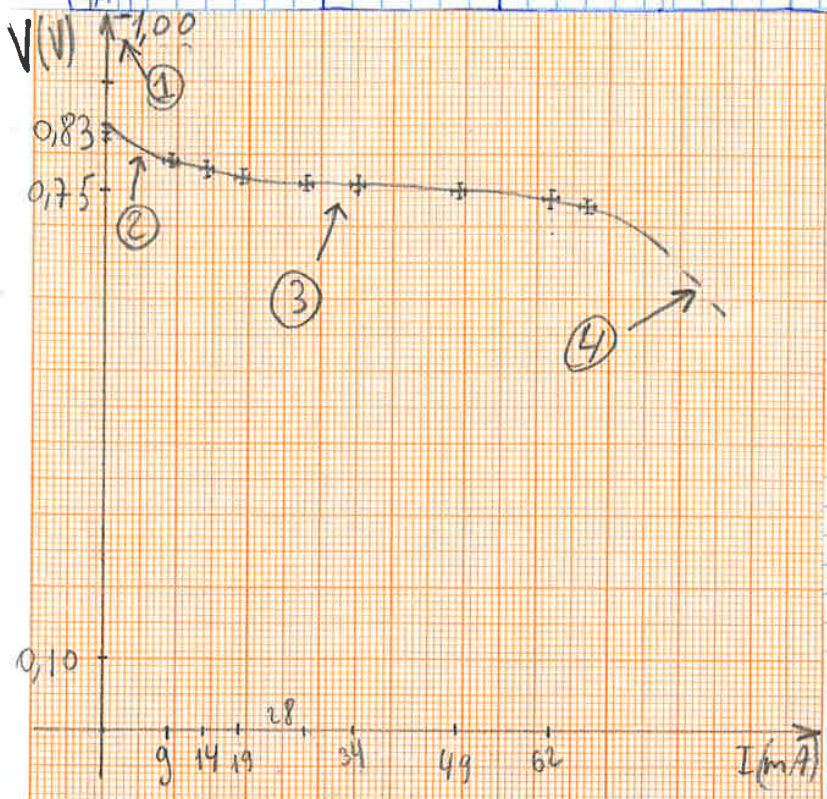
Procedimento:

- si fa fluire una iniziale quantità di reagenti agli elettrodi della pila. Quando il potenziale ai capi della pila arriva ad un valore tipico di 900-980 mV allora la cella a combustibile è attivata e si può cominciare ad eseguire le misurazioni.
- per determinazioni dei valori della curva voltammetrica la pila verrà collegata a varie resistenze sempre più piccole e per ogni resistenza i valori verranno letti sul visore.
- è importante garantire, durante la prova, un opportuno apporto dei due gas agendo sui rubinetti di alimentazione.
- se rimane tempo calcolare resistenza nel tratto (3) della curva.

Parte 2

$fem = 0,83V$

1000	I (A)	0,063	0,062	0,049	0,049	0,034	0,028	0,019	0,019	0,009
1000	V (V)	0,74	0,74	0,75	0,75	0,76	0,76	0,77	0,78	0,79



Con i dati ottenuti sperimentalmente si può tracciare il grafico mettendo in ascisse I in mA e in ordinate V in V. Tale grafico rappresenta la caratteristica voltammetrica di una pila a combustibile del caso di cui si tratta.

04/06/2014 Distillazione.

La distillazione frazionata si basa sulla ridistillazione continua della miscela iniziale per separare tra loro i componenti di una miscela a punto di ebollizione simile. In altre parole si tratta di un processo di separazione di una miscela liquida nei singoli componenti basato sui diversi valori della temperatura di ebollizione. Questo processo si basa sulle seguenti affermazioni:

- in una miscela di liquidi, la fase vapore è più ricca nel componente più volatile della fase liquido;
- esiste una relazione tra tensione di vapore e temperatura di ebollizione (la T a cui la tensione di vapore eguaglia la pressione circostante);
- alla ebollizione la temperatura rimane costante.

In linea pratica avvengono i seguenti passaggi:

- riscaldando la miscela e il vapore generato percolare una colonna refrigerata;
- il vapore comincia a condensare sulle pareti di vetro al fondo della colonna;
- continuando il riscaldamento esso condensa e torna a vaporizzare infinite volte mentre si innalza;
- il liquido ricade nella miscela mentre il vapore arricchito progressivamente nel componente più volatile, continua a salire e quando arriva a condensare nel refrigerante è praticamente il componente puro.



- propanolo - liquido incolore
- densità = $0,80 \text{ g/cm}^3$ a 20°C
- solubilità in H_2O = completa a 20°C
- $t^\circ\text{C}$ di fusione = -127°C
- $t^\circ\text{C}$ di ebollizione = 82°C
- flash point = 22°C
- limiti di esplosione = $2,1 - 13,5 \text{ vol.}$
- $t^\circ\text{C}$ di autoignizione = 405°C
- tensione di vapore = $6,4 \cdot 10^3 \text{ Pa}$

Procedimento:

- si mescolano 70 ml di n-pentano ($T_{\text{eb.}} = 36^\circ\text{C}$) con 70 ml di 2-propanolo ($T_{\text{eb.}} = 82^\circ\text{C}$)
- si versa la miscela nel pallone e si monta il pallone nel distillatore;
- il termometro va posto all'entrata inclinata del pallone
- si inizia a scaldare e si fa scorrere l'acqua nella colonna e nel condensatore, poi si chiude il rubinetto;
- si controlla la fuoriuscita della prima goccia. All'uscita si segna la T in corrispondenza di $v=0$;
- si riprende il valore della temperatura ad ogni 5 ml distillati. Quando il cilindro piccolo è pieno, rapidamente si trasferisce il contenuto nel cilindro grande e si continua la raccolta con il piccolo;
- il riscaldamento deve essere tale da far scendere una goccia al secondo
- Dopo aver distillato 70 ml , se necessario si continua versando il liquido nel becker;
- dopo aver distillato ancora 20 ml si spegne il riscaldatore.

Parte 3

Sperimentalmente si osserva che n-pentano è più volatile rispetto al 2-propanolo infatti teoricamente la tensione di vapore del primo ($5,73 \cdot 10^4 \text{ Pa}$) è più grande del secondo ($4,4 \cdot 10^3 \text{ Pa}$) rispettivamente. Il punto molto importante che permette di effettuare l'esperienza è che quando avviene un passaggio di stato la temperatura non varia. Per cui quando abbiamo raccolto la prima goccia del distillato è circa quella di ebollizione del n-pentano che è più volatile. $\sim 41^\circ\text{C}$. Questa temperatura è costante quasi, perché non meno che si distillava il liquido la frazione molare del n-pentano diminuiva, mentre quella del 2-propanolo aumentava, per cui aumentava progressivamente anche la temperatura.

Quando abbiamo distillato circa 22 ml la temperatura è aumentata notevolmente. Questo significa che nella soluzione è presente circa soltanto 2-propanolo. Infatti la temperatura ha iniziato a salire fino ad arrivare circa al punto di ebollizione del ~~se~~ liquido più volatile. Teoricamente si avrebbe dovuto raccogliere 70 ml di n-pentano, ma cioè non avvenuto perché le parti del distillatore erano collegate male, quindi una parte è stata evaporata nell'atmosfera. Arrivati a 80°C si distillava solo 2-propanolo, infatti la pendenza della curva è diminuita e la temperatura tendeva a rimanere costante = circa 82°C che sarebbe la temperatura di ebollizione del 2-propanolo, perché quando avviene un passaggio di stato la temperatura rimane costante.