

DETERMINAZIONE DELLA DUREZZA DELL'ACQUA

Le acque contengono disciolti un gran numero di sali e quindi sono presenti molti cationi metallici, tra cui quelli polivalenti che conferiscono all'acqua una certa "durezza". I principali responsabili della durezza di un'acqua sono i sali di calcio e magnesio, quali cloruri, solfati, bicarbonati ma contribuiscono anche tutti gli eventuali sali solubili di cationi polivalenti, quali ferro, alluminio, rame, manganese ecc. Si distinguono vari tipi di durezza:

- Durezza totale: esprime il contenuto totale di cationi polivalenti presenti nell'acqua;
- Durezza permanente: esprime il contenuto di cationi polivalenti rimasti in soluzione dopo ebollizione prolungata dell'acqua;
- Durezza temporanea: si ottiene per differenza tra la durezza totale e la durezza permanente ed esprime il contenuto di bicarbonati di Ca^{2+} e Mg^{2+} che per ebollizione prolungata si decompongono secondo la reazione:



dando luogo a carbonati poco solubili e facilmente eliminabili dall'acqua.

La determinazione della durezza viene effettuata tramite titolazione complessometrica con una soluzione di EDTA, operando a $\text{pH} = 10$ in presenza di Nero Eriocromo T (NET) come indicatore. NET è in grado di legarsi a Ca^{2+} e Mg^{2+} formando complessi meno stabili (K_f minore) rispetto a quello con EDTA. Esso agisce da indicatore per la reazione di titolazione complessometrica perché la forma legata ai cationi ha un colore diverso da quella della forma libera.

I risultati della titolazione vengono espressi supponendo che tutti i cationi polivalenti presenti nel campione d'acqua siano in realtà Ca^{2+} . La durezza viene solitamente espressa come la quantità di CaCO_3 presente nell'acqua secondo le seguenti unità di misura:

- Gradi Francesi: $1^\circ\text{F} = 1\text{g}$ di CaCO_3 in 100L di acqua.
- Parti per milione: $1\text{ppm} = 1\text{mg}$ CaCO_3 in 1L di acqua.

Procedura

Preparate una soluzione $\sim 0.02\text{ M}$ di $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in un matraccio tarato da 250 mL. Registrate il peso esatto di sale pesato, in maniera da calcolare l'esatta molarità della soluzione.

Preparate una soluzione a $\text{pH} = 10$ usando NH_4Cl e NH_3 5M in un matraccio tarato da 100 mL. Fate in modo che la concentrazione del sale sia 0.05 M.

Preparate una soluzione $\sim 0.02\text{M}$ di Mg^{2+} a partire da $\text{MgSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ in un matraccio da 50 mL. Registrate il peso esatto di sale pesato, in maniera da calcolare l'esatta molarità della soluzione.

Avvinate un paio di volte la buretta, cioè eliminate eventuali impurezze, con 5-10 ml di soluzione di EDTA per volta. Con la soluzione di EDTA riempite una buretta da 25 ml, facendo attenzione che la punta della buretta sia piena di liquido (e non si veda la bolla d'aria).

La buretta va inizialmente riempita oltre la tacca corrispondente al volume di 0 ml: facendo poi gocciolare in un becker (non quello contenente la soluzione di aceto), portate il livello del liquido alla tacca 0 ml. A questo punto la buretta è pronta per essere usata.

Fate massima attenzione ad utilizzare sempre lo stesso volume di soluzione di NET in ogni titolazione!!!

Determinazione della durezza totale

Prelevate 100 mL di acqua di rubinetto, travasateli in un becker da 250 mL ed aggiungere 10mL della soluzione tampone e 0.5mL della soluzione di indicatore NET. Fate in modo di avere una colorazione rossa abbastanza intensa. Azzerate la buretta e titolate con la soluzione di EDTA fintanto che la soluzione è completamente virata al blu, senza traccia di riflessi rosso/violetti.

Registrate il volume di EDTA consumato e calcolate la durezza totale dell'acqua.

Determinazione della durezza permanente

Prelevate 100 mL di acqua di rubinetto, precedentemente fatta bollire e filtrata, travasateli in un becker da 250 mL ed aggiungere 10mL della soluzione tampone e 0.5mL della soluzione di indicatore NET. Fate in modo di avere una colorazione rossa abbastanza intensa. Azzerate la buretta e titolate con la soluzione di EDTA fintanto che la soluzione è completamente virata al blu, senza traccia di riflessi rosso/violetti.

Registrate il volume di EDTA consumato. Calcolate la durezza permanente e quella temporanea dell'acqua.

Determinazione della concentrazione di Ni^{2+} in un campione incognito

Vi sarà consegnato un certo volume di una soluzione di Ni^{2+} a titolo incognito. Trasferite la soluzione in un becker da 250 mL, diluite a circa 100 mL con acqua distillata ed aggiungete 10 mL del tampone a $pH = 10$. A questo punto, azzerate la buretta ed aggiungete esattamente 25.00 mL di EDTA $\sim 0.02M$. A questo punto, svuotate la buretta (non nel becker contenente il vostro campione!!!), lavatela accuratamente con acqua distillata ed avvinate la con la soluzione di Mg^{2+} (attenzione a non adoperare più di 5 mL per volta per questa operazione).

Aggiungete 0.5mL della soluzione di indicatore NET ottenendo una soluzione blu. A questo punto, retrotitolate l'eccesso di EDTA con la soluzione di Mg^{2+} fermandovi alla prima goccia che dà una colorazione rosa persistente in tutta la soluzione.

Siccome durante la retrotitolazione si consuma Mg^{2+} che si lega all'indicatore invece che a EDTA, è necessario valutare il volume di soluzione di Mg^{2+} necessario per titolare il solo NET. Per fare ciò, mettete sempre nel becker da 250 mL, 100 mL di acqua distillata, 10 mL di tampone a $pH = 10$ e 0.5mL della soluzione di indicatore NET. Titolate questo con la soluzione di Mg^{2+} . **Attenzione: vi serviranno poche gocce di soluzione!!!**

Registrate il volume di Mg^{2+} consumato per la titolazione dell'EDTA in eccesso in presenza di NET e quelli impiegati per titolare il solo NET. Calcolate quindi la quantità di Ni contenuta nel volume di soluzione incognita (espressa in mg).

Calcoli

$$M_Y = \frac{m_{\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}}}{PM_{\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}}} * \frac{1}{V_{\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}}}$$

$$\text{°F} = \frac{mL_Y * M_Y * PM_{\text{CaCO}_3}}{L_{\text{acqua}}} * 100$$

$$mL_{\text{Mg}} = mL_{\text{Mg}(Y+\text{NET})} - mL_{\text{Mg}(\text{NET})}$$

$$mg_{\text{Ni}} = (mL_Y * M_Y - mL_{\text{Mg}} * M_{\text{Mg}}) * PA_{\text{Ni}}$$

Reattivi

1. $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$
2. NH_4Cl
3. NH_3 5M
4. $\text{MgSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Vetreteria / strumenti

1. bilancia
2. spatole
3. occhiali
4. guanti latex
5. bekers da 50-100-250 ml
6. burette da 25 ml
7. sostegni e pinze ragno
8. pipette da 5 ml
9. propipette
10. pasteur + tettarelle
11. matracci da 100 ml
12. bacchette di vetro
13. cartine per pesata
14. spruzzette
15. imbutini

Operazioni unitarie da svolgere

- Preparazione di soluzioni
- Titolazione