

MISURE DIRETTE DI pH E TITOLAZIONI pH-METRICHE

1. Misure dirette

Le misure pH-metriche verranno effettuate usando come elettrodo di misura l'elettrodo a vetro, come elettrodo di riferimento l'elettrodo a calomelano saturo (in cui la soluzione interna fa anche da ponte salino, oppure un elettrodo a vetro "combinato" [cioè comprendente su unico supporto l'elettrodo a vetro e l'elettrodo di riferimento (Ag/AgCl in soluzione concentrata di KCl, che funge anche da ponte salino)] e un pH-metro di routine AMEL

Fra una misura e l'altra sciacquate bene gli elettrodi. Immergete gli elettrodi nel prelievo, agitate per un minuto circa (attenzione a non far prendere colpi alla membrana di vetro, che si può danneggiare irreparabilmente!), poi escludete l'agitazione e rilevate la f.e.m. o il pH quando è costante.

Eseguite le misure in due modi:

- rilevando direttamente il pH della soluzione incognita previa taratura con i due standard (**pHmetro vecchio modello**: prima con quello a pH 7 e manopola STANDARDIZE, poi con quello a pH 4 e manopola SLOPE; **pHmetro nuovo modello**: mettersi in modalità SETUP, selezionare l'opzione "2 tamponi" con pH del secondo tampone = 4.00; calibrare manualmente nel modo seguente: inserire prima il tampone a pH 7.00 e correggere eventualmente con i tasti freccia la lettura effettuata premendo il tasto STD, poi il tampone a pH 4.00 e correggere eventualmente con i tasti freccia la lettura effettuata premendo il tasto SLOPE). L'apparecchio dopo taratura fornisce direttamente i valori di pH desumibili dal metodo della forcina degli standard.*
- rilevando la f.e.m. di cella (con precisione di ± 0.0001 V) con i due standard a pH 4 ed a pH 7 e con la soluzione a pH incognito; calcolate pH_x utilizzando (1) l'equazione per il metodo a forcina (2) l'equazione per un solo standard, usando lo standard a pH 7 ed il valore teorico della pendenza nernstiana. Queste procedure sono quelle che dovrete applicare nel caso in cui non disponete di un pH-metro, ma solo di un elettrometro.*

Si riportino i calcoli e i risultati in un foglio Excel

Tampone "....."	pH =
-----------------	------

Misurate anche il pH:

- dell'acqua deionizzata;
- dell'acqua di rete

e giustificate i valori trovati

Acqua deionizzata	pH =	perchè...
Acqua di rete	pH =	perchè..

2. Titolazioni pH-metriche

1) **Curve di titolazione di acidi forti e deboli.**

N.B. Il campione da titolare serve anche per la prova di titolazione conduttimetrica, quindi se svolgete prima l'esperienza di pH-metria conservatelo con cura fino al giorno successivo

Con la soluzione di NaOH 0.1 M predisposta titolate 10 cm³ precisi di un campione incognito. Tale campione può contenere: una soluzione acquosa di HCl, o una di CH₃COOH, o una di HCl+CH₃COOH.

Utilizzate il foglio elettronico per l'elaborazione della curva di titolazione, applicando il metodo della derivata prima (è opzionale applicare anche quello della derivata seconda).

Assegnate ad ogni campione la propria curva di titolazione e calcolate la concentrazione di ciascun acido in soluzione.

Giustificate l'assegnazione delle curve di titolazione spiegandone la forma.

Nel file Excel dove avete elaborato le curve relative al vostro campione aggiungete a scopo di confronto i fogli con le elaborazioni relative ai campioni degli altri due gruppi.

Quando avrete svolto sia l'esperienza di conduttimetria che quella di pH-metria confrontate, discutendole, le curve di titolazioni conduttimetriche con le corrispondenti curve di titolazione pH-metriche

2) **Riconoscimento di un amminoacido incognito.**

Una titolazione pH-metrica è un mezzo semplice e affidabile per riconoscere un amminoacido incognito. Infatti:

- (si vedano le dispense) nella titolazione pH-metrica di un acido debole il pH nel punti di semititolazione corrisponde approssimativamente al pK_a dell'amminoacido (naturalmente quindi in questa esperienza BISOGNA TARARE IL pH-METRO anche se non è una misura diretta);
- il peso del campione diviso per le moli di OH⁻ titolante al (primo) punto di equivalenza fornisce il peso molecolare dell'amminoacido.

Tarate il pH-metro. Pesate con precisione su bilancia analitica in un bicchiere da 100 cm³ un quantitativo di uno degli amminoacidi incogniti compreso tra 0.2 e 0.3 grammi. Scioglietelo nel minimo possibile di acqua (20-30 cm³).

Titolate pH-metricamente con NaOH 0.1 M.

Riconoscete l'amminoacido in base ai risultati della titolazione (elaborata con il foglio elettronico), con l'aiuto della seguente tabella:

Amminoacido	Peso molecolare	pK _a	
Alanina	89.1	9.69	
Asparagina	150	8.80	
Acido aspartico	133.1	3.65	9.60
Cistina	240.3	8.02	8.71
Acido glutammico	147	4.25	9.67
Glicina	75.1	9.60	
Istidina	155.2	8.97	
Leucina	131.2	9.60	
Metionina	149.2	9.21	
Fenilalanina	166.2	9.13	
Prolina	115.1	10.60	
Taurina	125.2	8.74	
Tirosina	181.2	9.11	10.07
Valina	117.2	9.62	

Stampate dati e grafici ed accludeteli alle dispense insieme con queste pagine di indicazioni pratiche.