

# Standardizzazione di una soluzione di EDTA (acido etilendiamminotetraacetico) sale disodico circa 0,1 M e successiva diluizione alla concentrazione 0,01 M



Materiale occorrente:



una bilancia analitica (sensibilità 0,0001 g);  
una navicella;  
una buretta di schellbach da 25 ml (sensibilità 0,05 ml);  
una beuta da 250 ml.

Reattivi:

EDTA ( $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2$ ) sale disodico solido puro per analisi RPE   Indicazioni di pericolo: H332-

373. Consigli di prudenza: P261 - 271-304+340 - 312 - 314;  
carbonato di calcio ( $CaCO_3$ ) solido puro per analisi RPE;

acido cloridrico (HCl)   Indicazioni di pericolo: H290 - 314 - 335. Consigli di prudenza: P280 - 303 + 361 + 353 - 305+351+338 - 310;

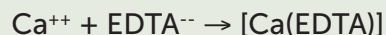
Idrossido di sodio (NaOH)  Indicazioni di pericolo: H290-314. Consigli di prudenza: P280 - 301+330+331 - 305+351+338 - 308+310;  
indicatore acido calconcarbonico o calcon ( $C_{15}H_{12}O$ )  Indicazioni di pericolo: H302 - 319 - 335. Consigli di prudenza: P261 - 305+351+338;  
acqua distillata.

Potenziali pericoli:

vista la pericolosità dei reattivi lavorare sotto cappa, indossando i dispositivi di sicurezza!

## Principio

Il sale disodico dell'acido etilendiamminotetraacetico ( $EDTANa_2$ ) non è uno standard primario (sostanza madre) e deve essere titolato con il carbonato di calcio ( $CaCO_3$ ), che è uno standard primario. La titolazione si basa sulla reazione tra ioni calcio ( $Ca^{++}$ ) e il sale disodico dell'acido etilendiamminotetraacetico ( $EDTA$ ):



Si forma il complesso **calcio EDTA** e si dice che questi ioni ( $Ca^{++}$ ) vengono «sequestrati» dal complessante ( $EDTANa_2$ ). Impiegando a pH fortemente basico un indicatore sensibile alla presenza di ioni calcio ( $Ca^{++}$ ) si può determinare il volume equivalente delle moli di  $EDTANa_2$ . L'acido calconcarbonico a pH fortemente basico in presenza di ioni calcio ( $Ca$ ), in soluzione acquosa, ha una colorazione rosa, mentre quando tutti gli ioni vengono «sequestrati» dall' $EDTA$  manifesta una colorazione blu.

**Preparazione di 500 ml di soluzione circa 0,1 M di EDTA sale disodico diidrato (MM = 372,24 g/mole)**

Si pesano su una bilancia tecnica 18,61 g di  $\text{EDTANa}_2$  sale disodico diidrato; si sciolgono in un becher con il minimo volume di acqua distillata, si trasferiscono in un matraccio da 500 ml e si portano a volume con acqua distillata.



**FIGURA 1** Pesata del carbonato di calcio

**Preparazione di 100 ml di soluzione 2 M di acido cloridrico**

**ATTENZIONE:** versare sempre l'acido concentrato in acqua distillata e mai viceversa!

Si prelevano, con una pipetta graduata da 20 ml, 16 ml di acido cloridrico concentrato (12,4 M). Si ripongono in un matraccio da 100 ml, dove sono già presenti 20 ml circa di acqua distillata, e si porta a volume con acqua distillata.

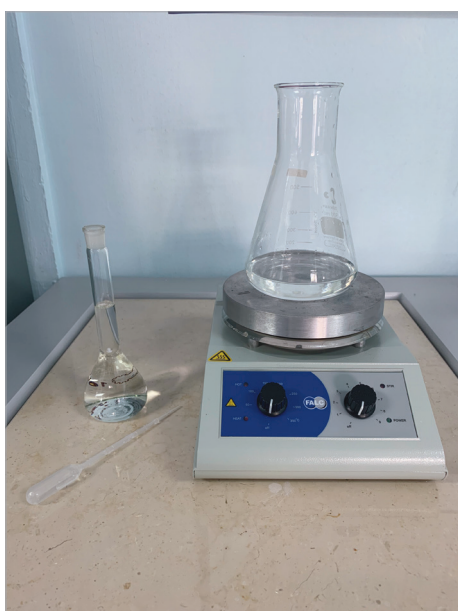
**Preparazione di 100 ml di soluzione 6 M di idrossido di sodio (MM = 39,997 g/mole)**

Pesare su bilancia tecnica 24 g di idrossido di sodio a gocce, riporlo in una bottiglia di propilene graduata da 100 ml e scioglierlo. Poi portare al volume approssimativo di 100 ml con acqua distillata. La reazione è fortemente esotermica, perciò la bottiglia tappata deve essere raffreddata sotto l'acqua del rubinetto.

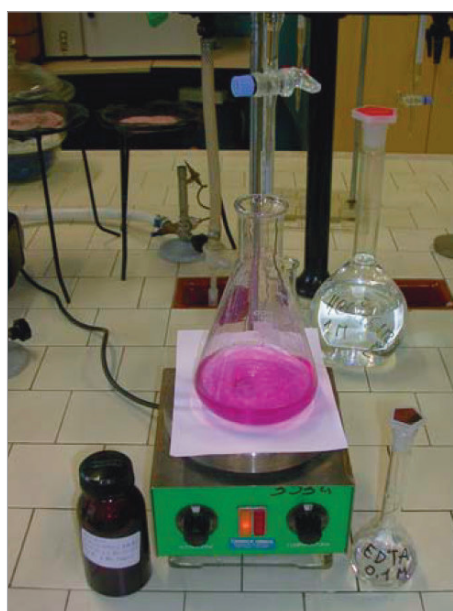
**Metodica**

Si pesano in una navicella, con la bilancia analitica (sensibilità 0,1 mg), esattamente 0,4 grammi di carbonato di calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) puro per analisi precedentemente seccato in stufa per 2 ore a  $110^\circ\text{C}$  e raffreddato in essiccatore (figura 1).

Successivamente si introduce la quantità pesata di sale ( $\text{CaCO}_3$ ) in una beuta da 250 ml aggiungendo goccia a goccia la soluzione di acido cloridrico 2 M fino a completa dissoluzione del sale:



**FIGURA 2** Dissoluzione ed ebollizione della soluzione di carbonato di calcio



**FIGURA 3** L'indicatore (calcon) prima del viraggio

Si aggiunge dell'acqua distillata fino a un volume approssimativo di 100 ml. Si pone la beuta su una piastra riscaldante e si porta all'ebollizione per eliminare dalla soluzione l'anidride carbonica ( $\text{CO}_2$ ) formata (figura 2). Aggiungere eventualmente dell'acqua distillata se il volume del liquido è diminuito.

Si fa poi raffreddare e si aggiungono 5 ml di idrossido di sodio ( $\text{NaOH}$ ) 6 M e una punta di spatola di miscela all'1% di acido calconcarbonico con cloruro sodico ( $\text{NaCl}$ ). Si ottiene così una soluzione di colore rosa (figura 3).

Nel frattempo si prepara la buretta nel seguente modo:

1) si condiziona la buretta sciacquandola tre volte con piccole quantità (5-10 ml alla volta) di soluzione circa 0,1 M di  $\text{EDTANa}_2$  sale disodico diidrato;

- 2) si riempie la buretta col reattivo (**EDTANa<sub>2</sub>**);
- 3) si fa scendere il livello della soluzione all'interno della buretta fino a quando la linea spezzata della riga blu stampata sul retro della buretta Schellbach non è allineata allo zero della scala stampata frontalmente sulla medesima buretta.

Fare attenzione che all'interno della buretta non vi siano bolle d'aria, perché queste produrrebbero un errore nella misura del volume.

**Attenzione:** per evitare l'errore di parallasse allineare gli occhi alla linea spezzata della buretta Schellbach, regolando l'altezza della stessa per mezzo della pinza ragno di supporto!

Alla soluzione alcalina di calcio si aggiunge con la buretta la soluzione 0,1 M di **EDTA** sale disodico. Il volume viene aggiunto con un flusso iniziale massimo di due gocce al secondo, per evitare che aderiscano alle pareti della buretta falsando la misura del volume. Nell'aggiunta dell'**EDTA** si noterà che le gocce, al contatto con l'acqua, producono una colorazione azzurra che scompare quando si sciolgono nel liquido. Quando le gocce dell'**EDTA** sale disodico si decolorano con più difficoltà si procede lentamente goccia a goccia. Quando le moli di **EDTA** sale disodico equivalgono alle moli di ioni calcio (**Ca<sup>++</sup>**) si ha il viraggio dell'indicatore acido calconcarbonico dal rosa al blu (figura 4).



FIGURA 4 L'indicatore (calcon) al punto di viraggio

## Calcoli

A questo punto si legge sulla buretta il volume equivalente (**V<sub>eqEDTA</sub>**) che deve essere **espresso in millilitri**. Il principio dell'equivalenza afferma che:

$$\text{Moli}_{\text{Ca}} = \text{Moli}_{\text{EDTA}}$$

Le moli di calcio sono date dalla relazione:

$$\text{Moli}_{\text{Ca}} = \text{Mg}_{\text{CaCO}_3} / \text{MM}_{\text{CaCO}_3}$$

dove **Mg<sub>CaCO<sub>3</sub></sub>** è la massa (g) di carbonato di calcio (**CaCO<sub>3</sub>**) e **MM<sub>CaCO<sub>3</sub></sub>** è la massa molecolare del carbonato di calcio (100,09 g/mol). Le moli di **EDTA** sono date dalla relazione:

$$\text{Moli}_{\text{EDTANa}_2} = \text{M}_{\text{EDTANa}_2} \cdot (\text{V}_{\text{eqEDTANa}_2} / 1.000 \text{ ml/l})$$

dove **M<sub>EDTANa<sub>2</sub></sub>** è la concentrazione della soluzione di **EDTANa<sub>2</sub>**, **V<sub>eqEDTA</sub>** è il volume equivalente in millilitri e 1.000 ml/l è il fattore di conversione dai millilitri ai litri. Quindi sostituendo si ha:

$$\frac{\text{Mg}_{\text{CaCO}_3}}{\text{MM}_{\text{CaCO}_3}} = \frac{\text{M}_{\text{EDTANa}_2} \cdot \text{V}_{\text{eqEDTANa}_2}}{1000 \text{ ml/l}}$$

La concentrazione analitica (titolo) è data dalla seguente relazione:

$$M_{\text{EDTANa}_2} = \frac{M_{\text{CaCO}_3} \cdot 1000 \text{ ml/l}}{MM_{\text{CaCO}_3} \cdot V_{\text{eqEDTANa}_2}}$$

## Diluizione

Per ottenere 1 litro di soluzione 0,01 M di **EDTA** sale disodico si deve prelevare con una pipetta a 2 tacche da 100 ml la soluzione standardizzata 0,1 M, introdurla poi in un matraccio da 1 litro e infine portarla a volume con acqua distillata. **La soluzione così prodotta si deve travasare in una bottiglia in polipropilene per evitare che assorba dal vetro ioni che falserebbero la sua concentrazione.**