

# Esercitazione 1



## **TITOLAZIONE ACIDO ACETICO IN ACETO E PEROSSIDI IN OLIO D'OLIVA**

# Acido acetico in aceto

2

L'esperienza consiste nel misurare il grado di acidità di un aceto.

L'aceto è una soluzione acquosa contenente il 4-6% di acido acetico e altre sostanze organiche e inorganiche presenti in piccole quantità.

Per grado di acidità s'intende il numero di grammi di  $\text{CH}_3\text{COOH}$  contenuto in 100 mL di aceto. Sebbene l'acidità del campione derivi anche dalla presenza di acidi diversi dall'acido acetico (ad esempio negli aceti è normalmente presente anche l'acido tartarico), è tuttavia espressa come acido acetico, che è l'acido principale.

La determinazione del contenuto di acido viene effettuata titolando con NaOH a titolo noto un campione diluito di aceto.

***reagenti:***

**Soluzione al 6% di acido acetico (aceto di vino commerciale)**

**Soluzione di NaOH circa 0.1 M**

**Soluzione allo 0,5 % P/P in etanolo 50% di fenolftaleina**

**Identificazione del rischio:**

**- Aceto di vino commerciale**

**Sostanza o miscela non pericolosa.**

**- NaOH 0.1N**

**Sostanza o preparato non pericoloso, secondo le direttive CE 67/548/CEE o 1999/45/CE.**

**- NaOH**

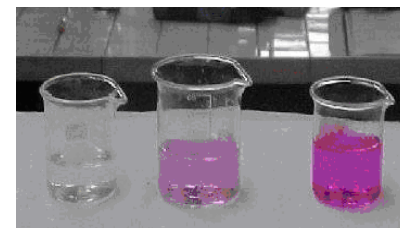
**Provoca gravi ustioni.**

1) Standardizzazione idrossido di sodio (NaOH) con ftalato acido di potassio (indicatore fenolftaleina).

- A. Pesare esattamente 0.1-0.2 g di ftalato acido di potassio ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  PM=204.23) su bilancia analitica;
- B. sciogliere lo ftalato in una beuta contenente circa 50 mL di acqua distillata (recuperando tutto il sale);
- C. aggiungere 3-4 gocce di indicatore (fenolftaleina);
- D. caricare la buretta con l'NaOH da standardizzare (avvinamento);
- E. titolare la soluzione di ftalato acido di potassio con l'NaOH, sino al viraggio della stessa (da incolore a rosa; il colore deve persistere per almeno 30 s);
- F. *ripetere l'operazione almeno 3 volte*



ftalato acido di  
potassio



## **Determinazione dell' acido acetico in un campione di aceto**

Preparare una soluzione acquosa di aceto commerciale in acqua distillata. Prelevate, con una pipetta 1 ml di aceto e ponetelo in un becher da 250 ml. Diluite con acqua distillata fino a circa 50 mL.

Aggiungete 3-4 gocce di una soluzione alcolica di fenolftaleina.

Avvinate un paio di volte la buretta con circa 5 mL di soluzione di NaOH. Riempire la buretta con la soluzione di NaOH standardizzata, facendo attenzione che la punta della buretta sia piena di liquido.

Mantenere il becher contenente l'aceto sotto la buretta e iniziate a titolare. Dopo ogni aggiunta, mescolare.

La soluzione di titolante (NaOH) va aggiunta molto lentamente alla soluzione di aceto.

Rallentare la velocità di aggiunta man mano che si procede con la titolazione.

# CALCOLI

Le mmoli di acido acetico prelevate:

$$mL_{NaOH} \times N_{NaOH}$$

Concentrazione molare dell' acido acetico nell' aceto titolato:

$$\frac{mmol_{CH_3COOH}}{mL_{aceto}}$$

Contenuto % P/P di acido acetico in 100 mL di aceto:

$$\frac{M_{CH_3COOH} \times 60.05}{1000} \times 100$$

# **DETERMINAZIONE DEL NUMERO DEI PEROSSIDI IN OLIO D'OLIVA**

Il numero dei perossidi (ROOH) è legato al processo di irrancidimento (ossidazione degli acidi grassi) e la sua determinazione risulta essenziale per valutare la qualità di un olio; per la legge in vigore, il numero dei perossidi varia negli oli d'oliva come di seguito indicato:

<b>Tipo di olio</b>	<b>Numero dei perossidi</b>
<b>oli d'oliva in ottimo stato di conservazione</b>	<b>inferiore a 10</b>
<b>oli d'oliva in buono stato di conservazione</b>	<b>da 10 a 15</b>
<b>oli d'oliva raffinati (privati dei perossidi)</b>	<b>inferiore a 5</b>
<b>oli d'oliva rancidi</b>	<b>superiore a 20</b>

# DETERMINAZIONE DEL NUMERO DEI PEROSSIDI

## Reagenti

miscela di acido acetico e cloroformio 3:2

soluzione satura di ioduro di potassio (KI)

soluzione di tiosolfato di sodio  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,01 N

salda d'amido

## Procedimento

a. Pesare, in una beuta da 250 ml, circa 1g di olio.

b. Si aggiungono, alla beuta contenente l'olio, 25 ml di una miscela di acido acetico e cloroformio in rapporto 3:2 e 1,0 ml di soluzione satura di ioduro di potassio (KI) e si lascia per 5 minuti circa al riparo dalla luce.

c. Si diluisce con 75 ml di acqua distillata e si procede subito alla titolazione con tiosolfato di sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 0.01 N, usando come indicatore la salda d'amido, che in presenza di  $\text{I}_2$  si colora di azzurro. Annotare il volume V di soluzione di tiosolfato utilizzato.



## Calcolo

$$\text{numero di perossidi} = -V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot N \times 1000/g$$

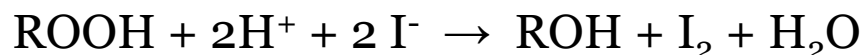
essendo:

$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$  = volume di soluzione titolante di tiosolfato di sodio utilizzata

N = normalità della soluzione titolante

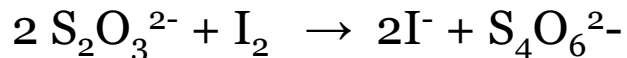
g = grammi di olio su cui è stata fatta la determinazione

Gli idroperossidi in presenza di KI si riducono secondo la seguente reazione redox ( fase b.):



La quantità di  $\text{I}_2$  che si libera da questa reazione è direttamente proporzionale alla quantità di idroperossidi presenti nel campione, per cui si può risalire alla loro quantità mediante titolazione con tiosolfato di sodio a concentrazione nota.

In seguito alla titolazione con tiosolfato di sodio 0,01 N ( fase c.) avviene la seguente reazione redox:



l'aggiunta di tiosolfato continua fino a quando non scompare il colore azzurro della soluzione: ciò indica che tutto lo  $\text{I}_2$  liberato è stato titolato.

# Da consegnare per discussione orale



- Riportare su foglio di calcolo (excel o altro) tutti i dati delle titolazioni (almeno 3!) effettuate (inclusa la formula per il calcolo della concentrazione)
- Riportare inoltre la deviazione standard (RSD) e il coefficiente di variazione (CV) ottenuti
- Usare un singolo file per tutte le esercitazioni (cognome es analitica 2013)