

Determinazione della costante di dissociazione di un elettrolita debole in soluzione acquosa

L'obiettivo di questa esperienza consiste nel mettere a punto una tecnica di laboratorio gestita da computer per la determinazione ottimale della costante di equilibrio di un elettrolita debole in soluzione acquosa (per es. la K_a di una soluzione di CH_3COOH a concentrazione nota oppure le K_{a1} e K_{a2} dell'acido malonico $\text{CH}_2(\text{COOH})_2$).

La determinazione delle costanti di equilibrio viene fatta dapprima eseguendo una tipica titolazione acido-base, ovvero aggiungendo a una quantità ben definita di acido una quantità di base a concentrazione nota e successivamente elaborando i dati relativi alla curva di titolazione ottenuta sperimentalmente, che riporta come varia il pH in funzione del volume di titolante aggiunto.

Per ottenere dei dati riproducibili la titolazione viene eseguita utilizzando una buretta automatica gestita da computer.

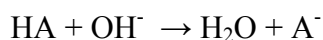
Nel caso di un acido monoprotico, l'elaborazione dei dati viene fatta utilizzando la nota equazione di Gran, che permette di semplificare il calcolo mediante la tecnica dei minimi quadrati applicata ad una retta.

Nel caso di un acido biprotico, è necessario invece utilizzare il metodo dei minimi quadrati non lineari, a causa della complessità dell'equazione che rappresenta come varia il pH durante la titolazione.

PARTE TEORICA

a) Caso acido monoprotico HA (es. CH_3COOH)

Supponiamo di partire con un volume iniziale V_a di HA avente concentrazione C_a e di volerlo titolare con NaOH a concentrazione C_b . Sia V_b il volume di NaOH aggiunto man a mano che procede la titolazione. Il processo che avviene durante la titolazione è il seguente:



Applicando il principio di elettroneutralità (ovvero eseguendo un bilancio di carica) si ottiene la seguente equazione:

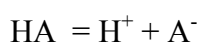
$$[\text{H}^+] + [\text{Na}^+] = [\text{OH}^-] + [\text{A}^-] \quad (1)$$

Vediamo ora di esprimere le varie concentrazioni che compaiono nell'equazione (1) in funzione dei volumi V_a e V_b e delle concentrazioni C_a e C_b .

Se consideriamo la soluzione di NaOH da sola, la concentrazione $[\text{Na}^+]$ sarà uguale a C_b (essendo NaOH completamente dissociata). Tuttavia, man a mano che aggiungiamo la base all'acido, il volume totale in cui viene a trovarsi Na^+ non è solo V_b bensì $V_a + V_b$, per cui, tenendo conto del fattore di diluizione $V_a/(V_a + V_b)$, avremo che la concentrazione di Na^+ sarà data dalla seguente espressione

$$[\text{Na}^+] = C_b \cdot \frac{V_b}{(V_a + V_b)} \quad (2)$$

Per l'equilibrio di dissociazione in soluzione acquosa di HA



$$[A^-] = C_a \alpha \quad [HA] = C_a(1 - \alpha)$$

$$K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]} = \frac{[H^+] \cdot C_a \alpha}{C_a(1 - \alpha)}$$

Esplicitando rispetto ad α , avremo

$$\alpha = \frac{K_a}{K_a + [H^+]} \quad (3)$$

Se teniamo conto del fattore di diluizione $V_a/(V_a + V_b)$ per $[A^-]$, avremo :

$$[A^-] = C_a \cdot \alpha \cdot \frac{V_a}{(V_a + V_b)} \quad (4)$$

Inserendo le equazioni (2) , (3) e (4) nella (1) avremo:

$$[H^+] + C_b \cdot \frac{V_b}{(V_a + V_b)} = \frac{C_a K_a V_a}{(V_a + V_b)([H^+] + K_a)} + [OH^-] \quad (5)$$

da cui, tramite opportuni passaggi, otteniamo la seguente equazione :

$$[H^+] \cdot V_b' = K_a \cdot (V_{eq} - V_b') \quad (6)$$

in cui

$$V_{eq} = \frac{C_a \cdot V_a}{C_b}$$

e

$$V_b' = V_b + \frac{(V_a + V_b)([H^+] - [OH^-])}{C_b} \quad (7)$$

V_{eq} è il cosiddetto **volume equivalente** ovvero il volume di titolante necessario per neutralizzare l'acido. Tale parametro è una costante, in quanto dipende solo dalle concentrazioni iniziali dell'acido e della base e dal volume iniziale dell'acido).

Nei dintorni del punto di equivalenza la differenza $[H^+] - [OH^-]$ sarà molto piccola, per cui il secondo termine a destra dell'equazione (7) diventa trascurabile rispetto a V_b e V_b' sarà all'incirca uguale a V_b . Sostituendo V_b al posto di V_b' nell'eq. (6) , ricaviamo la seguente **equazione di Gran** :

$$[H^+] \cdot V_b = K_a \cdot (V_{eq} - V_b)$$

Se riportiamo in un grafico $[H^+]V_b$ in funzione di V_b , dopo aver considerato soltanto i dati che si trovano nelle vicinanze del punto di equivalenza, dovremmo ottenere una retta, la cui pendenza ci darà direttamente la K_a dell'acido.

OSSERVAZIONI

L'equazione di Gran viene soddisfatta sperimentalmente, nei dintorni del punto di equivalenza, soltanto se sono rispettate le seguenti condizioni:

- Sia l'acido che la base non devono essere contaminati da altre sostanze (es. carbonati).
- La concentrazione dell'analita deve essere costante per tutta la titolazione ovvero non devono verificarsi dei fenomeni di precipitazione o di evaporazione.
- Le misure di pH devono essere fatte dopo che è stato raggiunto l'equilibrio sia termico che chimico da parte sia dell'elettrodo a vetro che dalla soluzione.
- Non devono esserci sbalzi di temperatura durante la titolazione
- Non devono esserci delle variazioni significative sulla forza ionica della soluzione per tutta la durata della titolazione
- Il pHmetro deve essere calibrato accuratamente

Se prendiamo tutti i dati sperimentali, di solito si ottiene una curva, che approssima piuttosto bene una retta solo nei dintorni del punto di equivalenza.

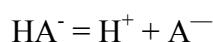
Prima di eseguire i minimi quadrati sui dati sperimentali, converrà pertanto fare un grafico in modo da determinare l'intervallo di dati ottimale, entro cui applicare il metodo dei minimi quadrati.

b) Caso acido diprotico H_2A (es. acido malonico)

Per un acido biprotico H_2A si instaurano i seguenti equilibri in soluzione acquosa



$$K_{a1} = \frac{[H^+][HA^-]}{[H_2A]}$$



$$K_{a2} = \frac{[H^+][A^{2-}]}{[HA^-]}$$

La concentrazione totale analitica di H_2A sarà data da

$$C_T = [H_2A] + [HA^-] + [A^{2-}]$$

Esprimendo con α_i la **frazione di concentrazione** di ciascuna specie partecipante agli equilibri riportati sopra rispetto alla concentrazione analitica C_T e tenendo conto delle espressioni delle K_{a1} e K_{a2} , avremo :

$$\alpha_{HA^-} = \alpha_1 = \frac{[H^+] \cdot K_{a1}}{Q} \quad (8)$$

$$\alpha_{A^{2-}} = \alpha_2 = \frac{K_{a1} \cdot K_{a2}}{Q} \quad (9)$$

$$\text{dove } Q = [H^+]^2 + [H^+]K_{a1} + K_{a1}K_{a2}$$

Applicando il principio di elettroneutralità si ottiene, in questo caso, la seguente equazione :

$$[H^+] + [Na^+] = [OH^-] + [HA^-] + 2[A^{2-}] \quad (10)$$

in cui $[Na^+]$ sarà dato ancora dall'equazione (2) vista precedentemente, mentre $[HA^-]$ e $[A^{2-}]$ sono date da

$$[HA^-] = \alpha_1 \cdot C_T \cdot \frac{V_a}{V_a + V_b} \quad (11)$$

$$[A^{2-}] = \alpha_2 \cdot C_T \cdot \frac{V_a}{V_a + V_b} \quad (12)$$

Inserendo le equazioni (2),(11) e (12) nella (10), tramite opportuni passaggi, possiamo ricavare la seguente equazione che mostra come varia V_b in funzione del pH

$$V_b = V_a \cdot \frac{C_a \cdot (\alpha_1 + 2 \cdot \alpha_2) - \Delta}{C_b + \Delta} \quad (13)$$

dove $\Delta = [H^+] - [OH^-]$.

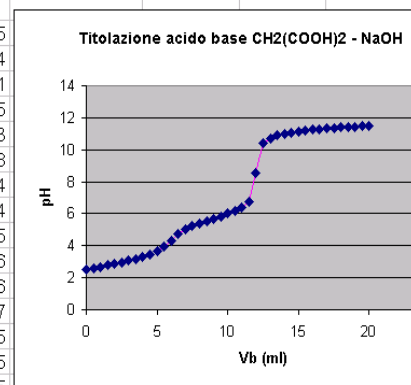
La procedura necessaria per calcolare K_{a1} e K_{a2} , ovvero pK_{a1} e pK_{a2} , è la seguente:

- si assegna una stima iniziale ai parametri pK_{a1} e pK_{a2} ; dopodiché, tramite le equazioni (8), (9) e (13), si calcola il volume V_b corrispondente ai pH misurati sperimentalmente.
- Si applica lo strumento RISOLUTORE di EXCEL per minimizzare la somma dei quadrati dei residui SSR variando i parametri pK_{a1} e pK_{a2} .

$$SSR = \sum (V_{b,sper.} - V_{b,calc.})^2$$

La seguente figura mostra un esempio di calcolo ottenuto con EXCEL.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
1	Applicazione dello strumento risolutore per la determinazione delle costanti di acidità di CH ₂ (COOH) ₂												
2													
3	ca	0.01					pka1	2.852948266	ka1	1.40E-03			
4	cb	0.01					pka2	5.700193839	ka2	1.99E-06			
5	kw	1.00E-14											
6	va	6							SSR	0.022648951			
7													
8													
9	Vb(sper.)	pH	H+	[H+]-[OH-]	Q	alfa1	alfa0	vbcalc	scarto^2				
10	0	2.51	0.00309	0.0030903	1.39E-05	3.12E-01	2.01E-04	0.016274078	0.000265				
11	0.5	2.6	0.002512	0.0025119	9.84E-06	3.58E-01	2.84E-04	0.51623316	0.000264				
12	1	2.69	0.002042	0.0020417	7.04E-06	4.07E-01	3.98E-04	1.015189851	0.000231				
13	1.5	2.78	0.00166	0.0016596	5.09E-06	4.58E-01	5.50E-04	1.50775019	6.01E-05				
14	2	2.87	0.001349	0.001349	3.72E-06	5.09E-01	7.53E-04	1.988061363	0.000143				
15	2.5	2.97	0.001072	0.0010715	2.65E-06	5.66E-01	1.05E-03	2.500113116	1.28E-08				
16	3	3.07	0.000851	0.0008511	1.92E-06	6.22E-01	1.46E-03	2.981991496	0.000324				
17	3.5	3.19	0.000646	0.0006457	1.33E-06	6.83E-01	2.11E-03	3.511560681	0.000134				
18	4	3.31	0.00049	0.0004898	9.30E-07	7.39E-01	3.01E-03	3.981279065	0.00035				
19	4.5	3.46	0.000347	0.0003467	6.09E-07	7.98E-01	4.59E-03	4.48059869	0.000376				
20	5	3.66	0.000219	0.0002188	3.58E-07	8.58E-01	7.82E-03	5.003153711	9.95E-06				
21	5.5	3.93	0.000117	0.0001175	1.81E-07	9.08E-01	1.54E-02	5.500923921	8.54E-07				
22	6	4.33	4.68E-05	4.677E-05	7.06E-08	9.29E-01	3.96E-02	5.995753097	1.8E-05				
23	6.5	4.74	1.82E-05	1.82E-05	2.87E-08	8.91E-01	9.76E-02	6.493734562	3.93E-05				
24	7	5.03	9.33E-06	9.331E-06	1.60E-08	8.19E-01	1.75E-01	7.00584242	3.41E-05				
25	7.5	5.23	5.89E-06	5.887E-06	1.11E-08	7.45E-01	2.52E-01	7.486580174	0.00018				
26	8	5.41	3.89E-06	3.888E-06	8.27E-09	6.60E-01	3.38E-01	8.013257169	0.000176				
27	8.5	5.56	2.75E-06	2.751E-06	6.67E-09	5.79E-01	4.20E-01	8.506268935	3.93E-05				
28	9	5.7	2E-06	1.99E-06	5.60E-09	5.00E-01	5.00E-01	8.98995101	0.000101				
29	9.5	5.85	1.41E-06	1.405E-06	4.78E-09	4.14E-01	5.85E-01	9.506193681	3.84E-05				
30	10	6	0.000001	9.9E-07	4.20E-09	3.34E-01	6.66E-01	9.992278793	5.96E-05				
31	10.5	6.18	6.61E-07	6.456E-07	3.73E-09	2.49E-01	7.51E-01	10.50464766	2.16E-05				



N.B. Lo strumento RISOLUTORE di EXCEL funziona correttamente quando i parametri da variare sono dello stesso ordine di grandezza. Ecco perché abbiamo utilizzato le pK_{ai} invece di K_{ai} !

OSSERVAZIONE

E' possibile ricavare le incertezze sui parametri e la deviazione standard σ_y applicando al calcolo la macro SOLVER AID . (Vedere appunti su EXCEL).

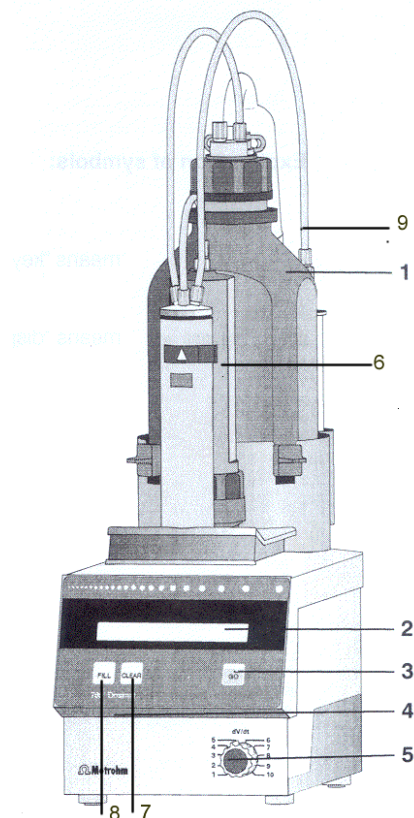
APPARECCHIATURA

- Dosimetro automatico Metrohm 775 per CH₃COOH con due unità intercambiabili, di cui una da 20 ml per la base e l'altra da 50 ml per l'acido
- Dosimetro automatico Metrohm 765 per CH₂(COOH)₂ con due unità intercambiabili, di cui una da 50 ml per la base e l'altra da 20 ml per l'acido
- PhMetro AMEL mod. 338 + elettrodo a vetro
- Computer PC + software creato con LABVIEW

SOSTANZE UTILIZZATE

- CH₃COOH 0,1 N
- NaOH 0,1 N
- CH₂(COOH)₂ 0,1N (5.203g in 1 litro di H₂O distillata)
- Soluzioni tampone a pH=4 e a pH=7

DESCRIZIONE DEI DOSIMETRI 775 e 765



I dosimetri Metrohm 775 e 765 sono costituiti da una parte meccanica intercambiabile formata da una bottiglia in vetro (1) che verrà riempita con la sostanza da sgocciolare e da un contenitore a forma cilindrica (6) di volume ben definito (es. 20 cm³), che sostituisce la buretta tradizionale. La buretta e la bottiglia sono interconnesse tramite dei tubicini di plastica, in modo da trasferire il liquido dalla bottiglia alla buretta.

La parte elettronica è gestita da un microprocessore e permette, tramite il pulsante FILL (8) di riempire la buretta, mentre con il pulsante GO (3) è possibile far sgocciolare il liquido a una velocità definita tramite la manopola (5). Il display digitale (2) visualizza i ml di sostanza sgocciolata. Per azzerare il display si utilizza il pulsante CLEAR (7).

In alternativa al pulsante GO, è possibile utilizzare un pulsante esterno connesso sul retro dello strumento tramite due bocche.

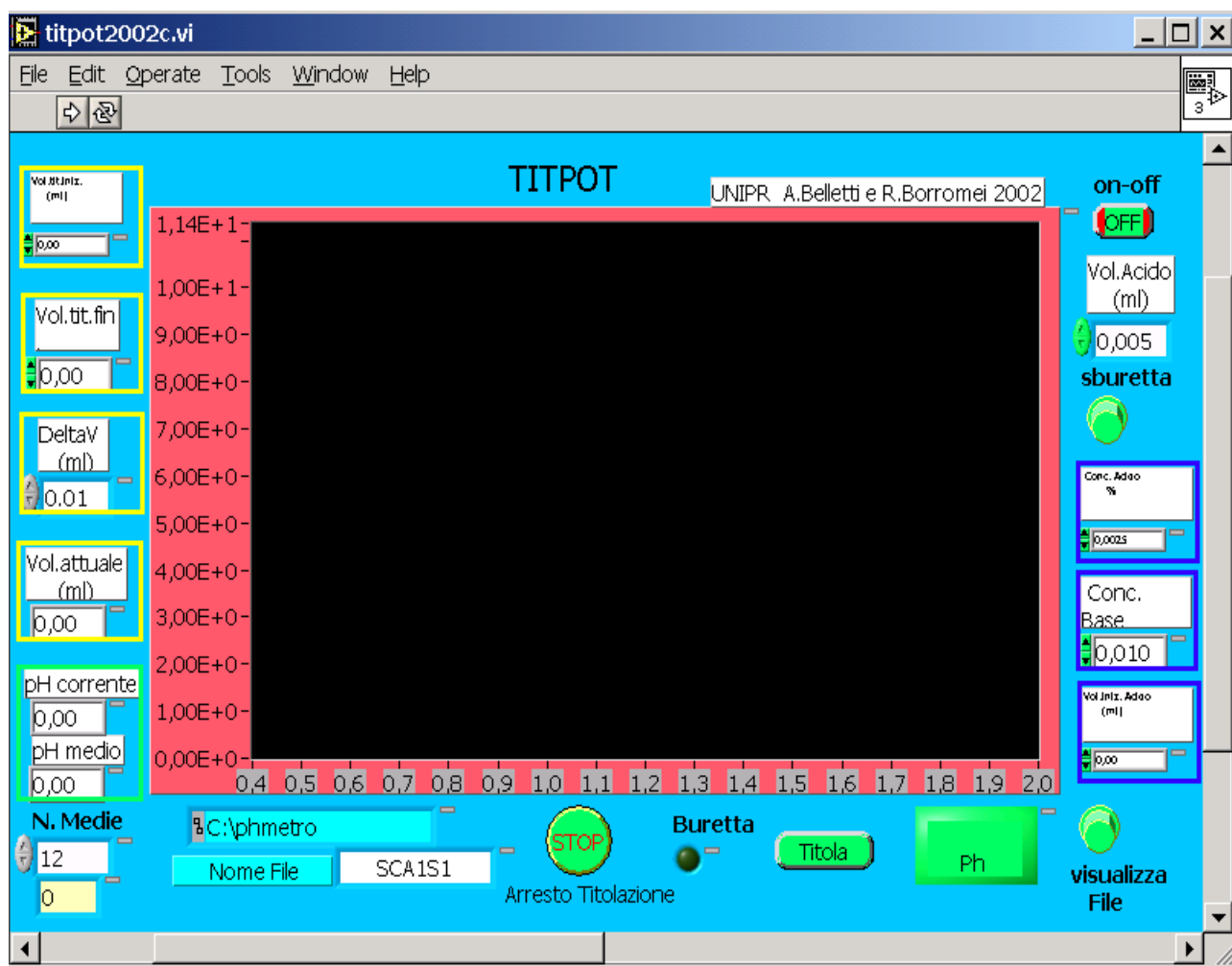
Per poter gestire, via computer, lo strumento Metrohm 775, è necessario sostituire il pulsante esterno con una interfaccia collegata al computer tramite la porta parallela CENTRONICS. Il controllo della titolazione avverrà inviando degli impulsi al dosimetro. Purtroppo tale modello non permette di impostare con precisione la quantità di liquido da sgocciolare per ogni impulso inviato dal computer. Tuttavia, se la velocità di sgocciolamento viene mantenuta al minimo tramite la manopola (5), allora ad ogni impulso corrisponderà un volume pari a 0,1 ml con un errore di $\pm 0,01$ ml.

Nel dosimetro Metrohm 765 è invece possibile impostare con precisione via computer la quantità di liquido da sgocciolare. Ciò avviene collegando il dosimetro alla porta seriale RS232 (o modem) del computer ed utilizzando un programma che invia delle istruzioni che permettono di gestire via software e in remoto tutte le operazioni inerenti l'uso del dosimetro.


TITOLAZIONE DI UN CAMPIONE DI CH₃COOH

Il campione da titolare consiste in una soluzione di 40 ml di CH₃COOH 0,1N. Per la sua preparazione e relativa titolazione eseguire la seguente procedura dopo aver acceso il dosimetro Metrohm 775, il computer e l'interfaccia per il dosimetro:

1. Lanciare sul computer il programma TITPOT.EXE. Comparirà la seguente schermata, che simula il pannello frontale di uno strumento di laboratorio specifico per titolazioni potenziometriche denominato TITPOT:



Fare clic sul menù di WINDOWS START -> PROGRAMMI -> National Instruments -> DataSocket -> DataSocket Server per attivare il server LABVIEW. In questo modo sarà possibile monitorare l'andamento dell'esperienza anche per via remota, utilizzando la rete LAN, dopo aver installato il programma SATTITPOT sul computer remoto.

Fare clic dapprima sul pulsante OFF in alto a destra, poi sull'icona  in alto a sinistra sotto il menù principale del programma. Il programma resta in attesa, visualizzando solo il valore del pH.

2. Assicurarsi che nel dosimetro sia presente l'unità da 50 ml contenente il CH₃COOH 0,1N
3. Portare al massimo la velocità di sgocciolamento tramite il potenziometro (5) e premere il pulsante FILL (8) in modo da riempire la buretta.
4. Estrarre lo sgocciolatore (9) ed immetterlo in un bicchiere vuoto. Premere il pulsante GO (3) in modo da eliminare l'eventuale presenza di aria.
5. Porre un bicchiere da 150 ml sull'agitatore magnetico; inserire nel bicchiere una barretta magnetica.
6. Estrarre lo sgocciolatore e, dopo averlo pulito, inserirlo nel bicchiere.
7. Azzerare il display tramite il pulsante CLEAR . Portare il cursore della velocità di sgocciolamento in una posizione intermedia, poi, tenendo premuto il pulsante GO far sgocciolare circa 35 ml. Con la velocità di sgocciolamento al minimo raggiungere un volume di titolato di 40 ml.
8. Estrarre lo sgocciolatore dal bicchiere, poi premere il pulsante FILL, dopo aver portato la velocità di sgocciolamento al massimo.
9. Estrarre l'unità contenente il CH₃COOH e sostituirla con quella contenente la soluzione 0.1N di NaOH.
10. Ripetere il punti 3 e 4 . Estrarre lo sgocciolatore e immergerlo nella soluzione contenuta nel bicchiere da 150 ml. Far partire l'agitatore magnetico.
11. Azzerare il display tramite il pulsante CLEAR .
12. Regolando opportunamente la velocità di sgocciolamento, far sgocciolare nel bicchiere una quantità di titolante pari a circa metà di quella necessaria per neutralizzare la soluzione, aumentata del 40%. Il volume di titolante necessario per neutralizzare la soluzione sarà dato dalla seguente equazione:

$$V_{\text{titolante}} \cdot N_{\text{titolante}} = V_{\text{titolato}} \cdot N_{\text{titolato}}$$

Essendo $V_{\text{titolato}} = 40 \text{ ml}$; $N_{\text{titolato}} = 0.1$ e $N_{\text{titolante}} = 0.1$, avremo

$$V_{\text{titolante}} = 40 \text{ ml}$$

$$V_{\text{titolante effettivo}} = 28 \text{ ml} \quad (0.5 \times 40 + 0.4 \times (0.5 \times 40))$$

13. Portare la velocità di sgocciolamento al massimo e premere il pulsante FILL, in modo da riempire di nuovo la buretta. Infine riportare la velocità di sgocciolamento al minimo.
14. Tarare il phmetro; poi immergere l'elettrodo a vetro nella soluzione acida. Sul phmetro verificare che il pulsante PRINTER sia stato premuto ed infine premere il pulsante MEASURE. Sul pannello frontale di TITPOT dovrebbe essere visualizzato il pH corrente della soluzione.
15. Impostare i seguenti parametri sul pannello frontale di TITPOT:
 1. Vol. titolante iniziale = $V_{\text{titolante effettivo}}$ (es. 28 ml)
 2. Vol. titolante finale = 45 ml
 3. $\Delta V = 0.1$
 4. $N_{\text{medie}} = 12$
 5. Nome del file = immettere il nome del file con cui verranno salvati i dati.
16. Dopo aver verificato **che il display digitale del dosimetro sia stato azzerato e che la velocità di sgocciolamento sia al minimo**, far partire le misure tenendo premuto il pulsante TITOLA in basso sul pannello frontale, sino a che il led accanto non si accenda mostrando la scritta SCANSIONE IN CORSO.

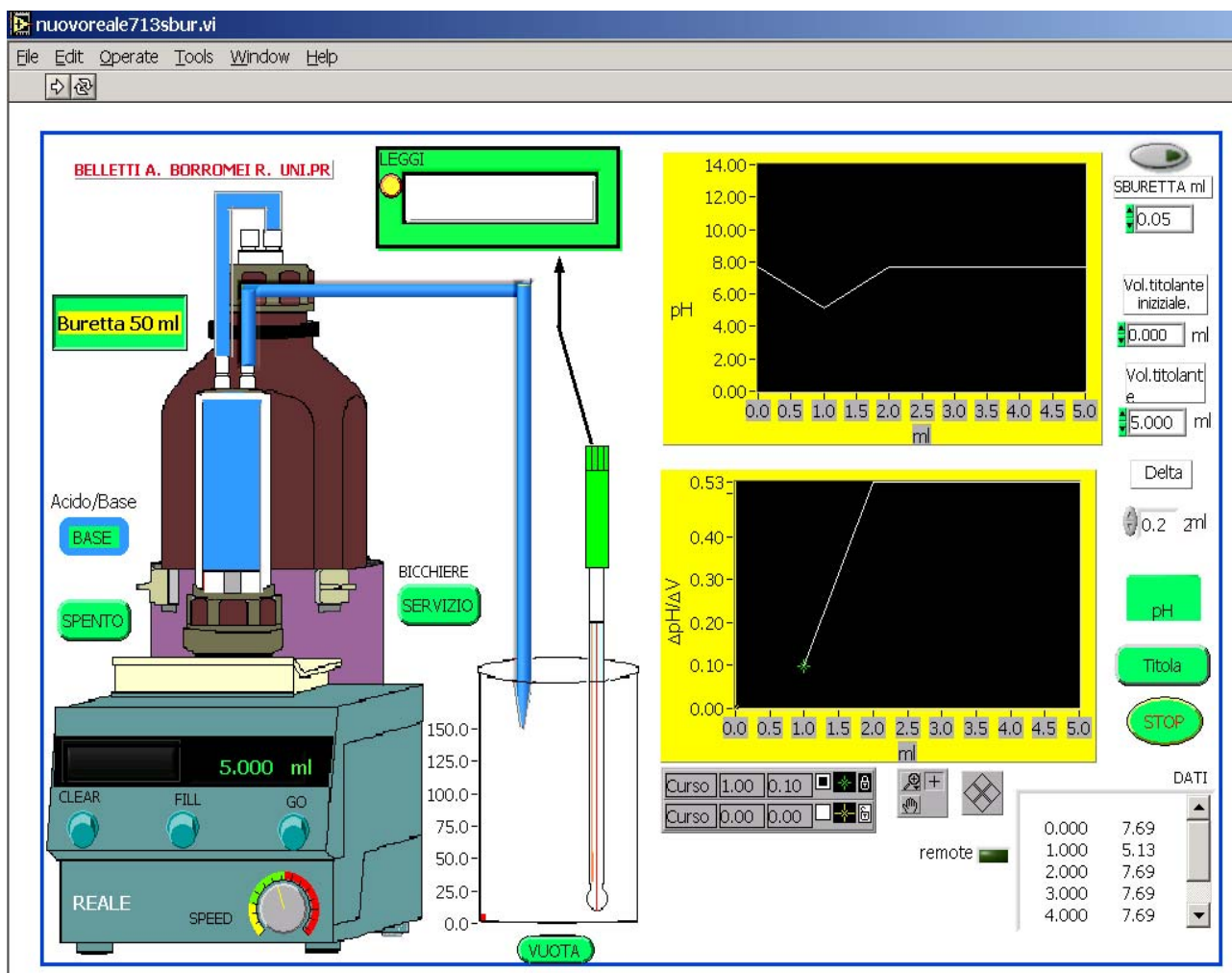
17. Una volta terminata la titolazione fare clic su OFF, per simulare lo spegnimento dello strumento.

Se si vuole interrompere prima la lettura, tenere premuto il pulsante STOP sino a che non si spegne il led SCANSIONE.

TITOLAZIONE DI UN CAMPIONE DI ACIDO MALONICO ,CH₂(COOH)₂

Il campione da titolare consiste in una soluzione di 40 ml di CH₂(COOH)₂ 0,1M. Per la sua preparazione e titolazione eseguire la seguente procedura dopo aver acceso il dosimetro Metrohm 765 e il computer :

1. Lanciare il programma **TITPOT765.EXE**. Comparirà la seguente schermata che ci permetterà di gestire la titolazione via computer .



Sulla sinistra vi è una rappresentazione del DOSIMETRO Metrohm 765; i pulsanti **CLEAR**, **FILL**, **GO** e **SPEED** permettono di controllare, via computer, il funzionamento della buretta, in maniera analoga a quanto avviene se agissimo direttamente sui corrispondenti controlli presenti sul dosimetro. In seguito **verranno utilizzati questi pulsanti e non quelli del dosimetro reale per eseguire le varie operazioni di riempimento e sgocciolamento**. Appena sopra i tre pulsanti vi è un display digitale che visualizza i ml di sostanza sgocciolata. Per azzerare il display si utilizza il pulsante **CLEAR**.

Lateralmente a sinistra del dosimetro sono presenti i pulsanti **BURETTA 50 ml/ BURETTA 20 ml** e **ACIDO/BASE**, che permettono di indicare al programma quale contenitore è presente nel dosimetro e se la sostanza contenuta in esso è un acido oppure una base.

Lateralmente a destra del dosimetro vi è rappresentato un bicchiere che può avere due funzioni denominate **SERVIZIO** e **MISURA**; il primo viene selezionato tutte le volte che

vogliamo indicare al computer che stiamo per eseguire l'operazione di eliminazione dell'aria dallo sgocciolatore, mentre il secondo sta ad indicare che vogliamo sgocciolare una certa quantità di campione da titolare oppure che stiamo per eseguire la titolazione. All'interno del bicchiere vi è una rappresentazione dell'**elettrodo a vetro**, che è collegato con il pHmetro AMEL 338.

In alto a destra vi sono due **monitor grafici** : sul primo verrà riportato l'andamento del pH, man a mano che si sgocciola la base (o l'acido) nel bicchiere, mentre sul secondo viene mostrata la dipendenza della funzione $\Delta\text{pH}/\Delta\text{V}$ dal volume del titolante.


In alto, lateralmente ai monitor, sono presenti il selettore SBURETTA con il relativo pulsante , che permette di sburetteare, in modo automatico, una determinata quantità di sostanza (es. i 40 ml di $\text{CH}_2(\text{COOH})_2$ 0,1N).

Inoltre vi sono dei pulsanti e dei box che permettono di definire i vari parametri di input prima di iniziare la titolazione; il loro funzionamento verrà descritto più avanti.

Sotto il secondo monitor vi sono dei simboli che permettono di leggere direttamente i dati sul grafico ($\Delta\text{pH}/\Delta\text{V}$) / ($V_{\text{titolante}}$), spostando il cursore a forma di croce verde tramite l'icona



oppure trascinando direttamente il cursore con il mouse. In questo modo si può leggere direttamente la quantità di titolante necessaria per raggiungere un punto di equivalenza.

2. Fare clic dapprima sul pulsante **SPENTO** lateralmente a sinistra del dosimetro, poi sull'icona  in alto a sinistra sotto il menù principale del programma.
3. Dopo essersi assicurati che nel dosimetro è presente l'unità da 20 ml contenente il $\text{CH}_2(\text{COOH})_2$ 0,1N e che sul display del dosimetro sia visualizzata la scritta DIS C, fare clic sui pulsanti **Buretta 50 ml/Buretta 20 ml** e **ACIDO/BASE**, in modo da indicare al programma che stiamo per usare una buretta da 20 ml contenente una soluzione acida.
4. Utilizzando il potenziometro **SPEED** e il pulsante **FILL (del dosimetro visualizzato sullo schermo!)** portare al massimo la velocità di sgocciolamento.
5. Selezionare il bicchiere **SERVIZIO** in modo da indicare al computer che stiamo per estrarre lo sgocciolatore ed immergerlo in un bicchiere vuoto. Premere il pulsante **GO** in modo da eliminare l'eventuale presenza di aria. Lo sgocciolatore visualizzato sullo schermo che inizialmente è incolore, diventerà gradualmente di colore giallo (o blu), ad indicare che abbiamo riempito la buretta di acido (oppure di base) e non vi è più aria al suo interno.
6. Selezionare il bicchiere **MISURA** , in modo da indicare al programma che stiamo per porre un bicchiere da 150 ml sull'agitatore magnetico; inserire nel bicchiere una barretta magnetica.
7. Estrarre lo sgocciolatore e, dopo averlo pulito, inserirlo nel bicchiere.
8. Azzerare il display tramite il pulsante **CLEAR** . Portare il cursore della velocità di sgocciolamento alla massima velocità e impostare il valore di 40 ml col selettore SBURETTA; poi premere il pulsante che si trova sopra tale selettore per far sgocciolare automaticamente i 40 ml di acido.
9. Estrarre lo sgocciolatore dal bicchiere, poi premere il pulsante FILL.
10. Fare clic sui pulsanti **Buretta 50 ml/Buretta 20 ml** e **ACIDO/BASE**, in modo da indicare al programma che stiamo per usare una buretta da 50 ml contenente una soluzione basica 0.1N di NaOH . Estrarre l'unità contenente il $\text{CH}_2(\text{COOH})_2$ e sostituirla con quella contenente la soluzione 0.1N di NaOH.
11. Ripetere il punti 4 e 5 . Estrarre lo sgocciolatore e immergerlo nella soluzione contenuta nel bicchiere da 150 ml. Far partire l'agitatore magnetico.
12. Azzerare il display tramite il pulsante CLEAR .
13. Portare la velocità di sgocciolamento al massimo tramite il potenziometro SPEED e premere il pulsante FILL, in modo da riempire di nuovo la buretta.

14. Tarare il phmetro; poi immergere l'elettrodo a vetro nella soluzione acida. Sul phmetro verificare che il pulsante PRINTER sia stato premuto ed infine premere il pulsante MEASURE. Per visualizzare il pH corrente mostrato sul pHmetro anche sul monitor, bisogna premere il pulsante LEGGI.
15. Impostare i seguenti parametri nei corrispondenti box lateralmente ai monitor grafici:
 - a. Volume titolante iniziale = 0 ml
 - b. Volume titolante finale = quantità necessaria per raggiungere e superare di poco tutti i punti di equivalenza (es. 41 ml nel caso si titoli una soluzione 0,1N di $\text{CH}_2(\text{COOH})_2$ con una soluzione 0,1N di NaOH).
 - c. $\Delta V = 0.2$ ml
16. Dopo aver verificato che il display digitale del dosimetro sia stato azzerato far partire le misure premendo il pulsante verde **TITOLA** (lateralmente ai monitor), sino a che il led pH non si accende mostrando la scritta **SCANSIONE IN CORSO**. La finestra **DATI** presente sotto i monitor riporterà i dati acquisiti man a mano che l'esperienza procede.
17. Una volta terminata la titolazione comparirà il selettore dei file con cui potremo salvare i dati relativi alla titolazione, assegnando un nome al file.
18. Infine fare clic su **ACCESO** per simulare lo spegnimento dello strumento. Se si vuole interrompere prima la lettura, tenere premuto il pulsante **STOP**, sino a che non si spegne il led **SCANSIONE**.