

Esercitazione 1

SODIO CARBONATO ANIDRO

Natrii carbonas anhydricus

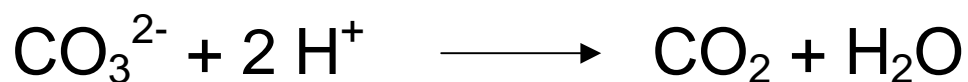
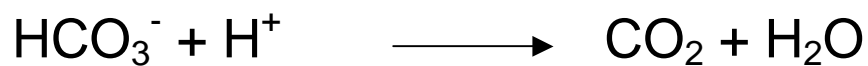
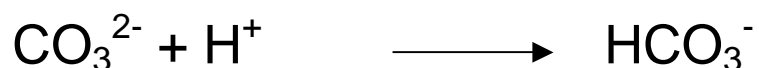
Na_2CO_3 Mr 106,0

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Disciogliere 1,000 g in 25 ml di acqua R.

Aggiungere 0,2 ml di metilarancio soluzione R come indicatore. Titolare con acido cloridrico 1 M, fino a che il colore vira dal giallo al rosso.

1 ml di acido cloridrico 1 M equivale a 52,99 mg di Na_2CO_3 .



REATTIVI

HCl 0.1 M a titolo esatto

Na₂CO₃ pm 105.993 (sostanza madre)

1- Errore nella titolazione

Pesare una quantità di Na₂CO₃ tale da reagire con 10-20 ml di soluzione di HCl 0.1 M

$$15 * 0.1 * 106 / 2 = 79.5 \text{ mg}$$

- a- Pesare esattamente la quantità necessaria
- b- Porre la quantità esattamente pesata nella beuta da titolazione
- c- Titolare con HCl 0.1 M (a titolo esatto). Indicatore METILARANCIO
- d- Calcolare l'errore assoluto (in mg) e l'errore percentuale commesso

2- Errore nella preparazione di una soluzione

Preparare 100 ml di soluzione di Na₂CO₃ in modo che 10 ml siano neutralizzati da 10-20 ml della soluzione di HCl 0.1 M.

In altre parole, preparare una soluzione 0.05-0.1 M di Na₂CO₃.

$$0.075 * 106 / 10 = 0.795 \text{ g}$$

- a- Pesare esattamente la quantità necessaria
- b- Porre la sostanza in matraccio tarato da 100 ml
- c- Sciogliere e portare a volume
- d- Prelevare, in beuta da 250 ml (usata per la titolazione), 10 ml esatti di soluzione
- e- Titolare con HCl 0.1 M (a titolo esatto). Indicatore METILARANCIO
- f- Ripetere la titolazione fino a risultato costante
- g- Calcolare l'errore assoluto (in mg) e l'errore percentuale rispetto alla quantità di Na₂CO₃ presente nella soluzione

Esercitazione 2

SODIO IDROSSIDO

Natrii hydroxidum

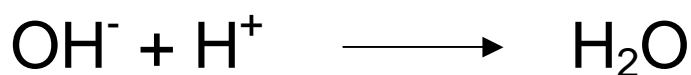
NaOH Mr 40,00

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Disciogliere 2,000 g in circa 80 ml di acqua esente da anidride carbonica R. Aggiungere 0,3 ml di fenolftaleina soluzione R e titolare con acido cloridrico 1 M. Aggiungere 0,3 ml di metilarancio soluzione R e continuare la titolazione con acido cloridrico 1 M.

1 ml di acido cloridrico 1 M, utilizzato nella seconda parte della titolazione, equivale a 0,1060 g di Na₂CO₃.

1 ml di acido cloridrico 1 M, utilizzato nell'insieme delle due titolazioni, equivale a 40,00 mg di alcali totali, calcolati come NaOH.



ANALISI 1

Determinazione del SODIO IDROSSIDO in soluzione

REATTIVI

HCl 12.5 M (“ac. cloridrico concentrato”)

Na₂CO₃ pm 105.993 (sostanza madre)

1- Preparare una soluzione di HCl circa 0.1 M

- Scegliere un recipiente qualsiasi in vetro (non necessariamente un matraccio tarato)
- Prelevare un congruo volume di soluzione di HCl 12.5 M
(per 250 ml di soluzione prelevare $250 \cdot 0.1 = x \cdot 12.5$ $x = 250 \cdot 0.1 / 12.5 = 2$ ml)
- Diluire con acqua al volume desiderato

2- Standardizzare la soluzione di HCl circa 0.1 M

- Preparare, con precisione, 100 ml di soluzione di Na₂CO₃ circa 0.05 M
(pesare con precisione circa $106 \cdot 0.05 / 10 = 0.53$ g)
N.B. 10ml di questa soluzione reagiscono con 10ml circa della soluzione di Na₂CO₃ (con indicatore METILARANCIO)
- Prelevare con precisione 10 o 20 ml di soluzione di Na₂CO₃ e titolare con la soluzione di HCl (indicatore METILARANCIO). Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media
- Calcolare la molarità della soluzione di HCl

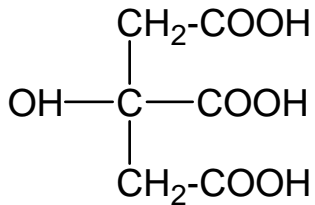
3- Determinazione della quantità di NaOH presente nella soluzione

- Nella beuta della soluzione incognita aggiungere 3 gocce di METILARANCIO
- Titolare con la soluzione standard di HCl
- Esprimere i risultati in mg di NaOH (pm 40.00) sciolti nella soluzione

Esercitazione 3

ACIDO CITRICO ANIDRO

Acidum citricum anhydricum

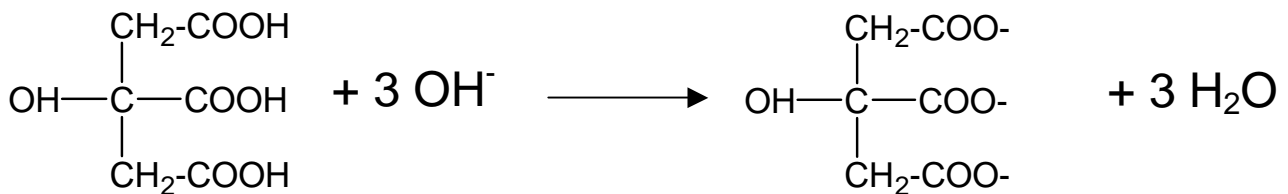


$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ Mr 192,1

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Disciogliere 0,550 g in 50 ml di acqua R.
Titolare con sodio idrossido 1 M, usando
come indicatore 0,5 ml di fenolftaleina
soluzione R.

1 ml di sodio idrossido 1 M equivale a 64,03
mg di $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$.



$$[\text{H}^+] = \sqrt{\frac{K_w K_a}{c}}$$

$$K_1 = 8.7 \cdot 10^{-4}, \\ \text{pH} \approx 8$$

$$K_2 = 1.8 \cdot 10^{-5}, \\ \text{pH} \approx 8.8$$

$$K_3 = 4.6 \cdot 10^{-6}, \\ \text{pH} \approx 9.2$$

(supponendo una concentrazione del sale circa 0.1M)

ANALISI 2

Determinazione del ACIDO CITRICO in soluzione

REATTIVI

NaOH pm 40.00

HCl 12.5 M ("ac. cloridrico concentrato")

Na₂CO₃ pm 105.993 (sostanza madre)

1- Preparare e standardizzare una soluzione di HCl circa 0.1 M

- Scegliere un recipiente qualsiasi in vetro
- Prelevare un congruo volume di soluzione di HCl 12.5 M
(per 250 ml di soluzione prelevare $250 \cdot 0.1 = x \cdot 12.5$ $x = 250 \cdot 0.1 / 12.5 = 2$ ml)
- Diluire con acqua al volume desiderato
- Preparare, con precisione, 100 ml di soluzione di Na₂CO₃ circa 0.05 M
(pesare con precisione circa $106 \cdot 0.05 / 10 = 0.53$ g)
N.B. 10ml di questa soluzione reagiscono con 10ml circa della soluzione di Na₂CO₃ (con indicatore METILARANCIO)
- Prelevare con precisione 10 o 20 ml di soluzione di Na₂CO₃ e titolare con la soluzione di HCl (indicatore METILARANCIO). Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media
- Calcolare la molarità della soluzione di HCl

2- Preparare e standardizzare una soluzione di NaOH circa 0.1 M

- Scegliere un recipiente qualsiasi in vetro
- Pesare con bilancia tecnica direttamente nel recipiente la giusta quantità di NaOH
(per 250 ml di soluzione pesare $40 \cdot 0.1 / 4 = 1$ g circa)
- Prelevare con precisione 10 o 20 ml di soluzione di NaOH e titolare con la soluzione di HCl (indicatore METILARANCIO). Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media
- Calcolare la molarità della soluzione di NaOH

3- Determinazione dell'acido citrico

- Avvinare e riempire la buretta con la soluzione standard di NaOH
- Nella beuta della soluzione incognita aggiungere 3 gocce di FENOLFTALEINA
- Titolare con la soluzione standard di NaOH
- Esprimere i risultati in mg di Acido Citrico (pm 192.1) sciolti nella soluzione

Esercitazione 4

ACIDO BORICO

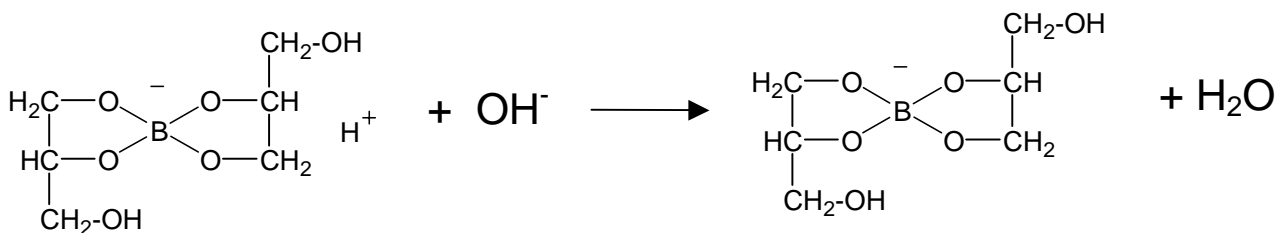
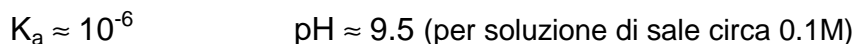
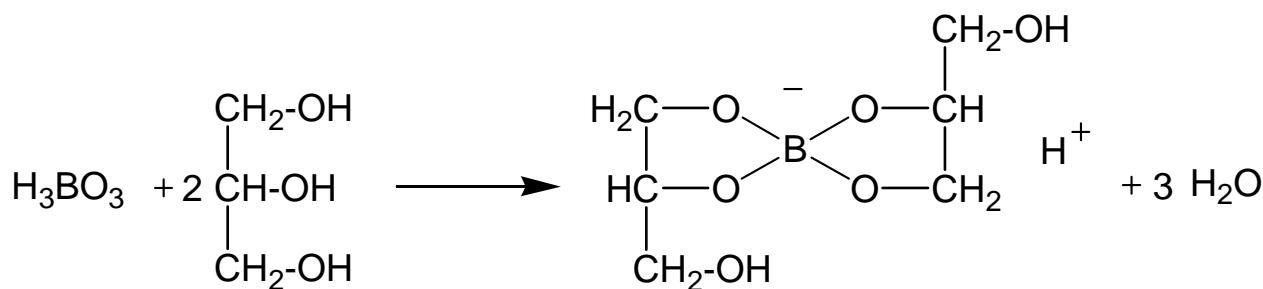
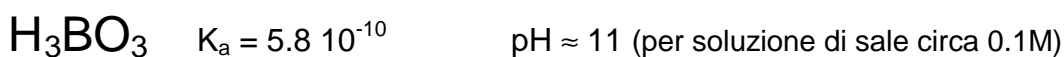
Acidum boricum

H_3BO_3 Mr 61,8

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Disciogliere 1,000 g a caldo in 100 ml di acqua R contenente 15 g di mannitolo R. Titolare con sodio idrossido 1M, utilizzando come indicatore 0,5 ml di fenolftaleina soluzione R, fino a comparsa del colore rosa.

1 ml di sodio idrossido 1 M equivale a 61,8 mg di H_3BO_3 .



ANALISI 3

Determinazione del ACIDO BORICO in soluzione

REATTIVI

NaOH pm 40.00

HCl 12.5 M ("ac. cloridrico concentrato")

Na₂CO₃ pm 105.993 (sostanza madre)

KHC₈H₄O₄ ftalato acido di potassio pm 204.22 (sostanza madre)

Mannitolo

1- Preparare e standardizzare una soluzione di NaOH circa 0.1 M

- Scegliere un recipiente qualsiasi in vetro
- Pesare con bilancia tecnica direttamente nel recipiente la giusta quantità di NaOH
(*per 250 ml di soluzione pesare $40 \cdot 0.1 / 4 = 1 \text{ g circa}$*)
- Prelevare con precisione 10 o 20 ml di soluzione di NaOH e titolare con una soluzione standard di **acido cloridrico** (indicatore METILARANCIO). Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media
- Calcolare la molarità della soluzione di NaOH

1a- Preparare e standardizzare una soluzione di NaOH circa 0.1 M

- Preparare una soluzione di NaOH 0.1 M circa
- Pesare **esattamente** una quantità di sostanza madre (**KHC₈H₄O₄**) nella beuta da 250ml, in modo da reagire con 10-20 ml di soluzione di NaOH circa 0.1M. Usare come indicatore la FENOLFTALEINA. Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media
(*per reagire con 15ml di soluzione di NaOH 0.1M c.a. pesare con precisione circa $15 \cdot 0.1 \cdot 204.22 = 306.3 \text{ mg}$*)
- Calcolare la molarità della soluzione di NaOH

2- Determinazione dell'acido bórico

- Nella beuta della soluzione incognita aggiungere circa 2 g di mannitolo e 3 gocce di FENOLFTALEINA
- Titolare con la soluzione standard di NaOH
- Esprimere i risultati in mg di Acido Borico (pm 61.8) sciolti nella soluzione

Esercitazione 5

SODIO CLORURO

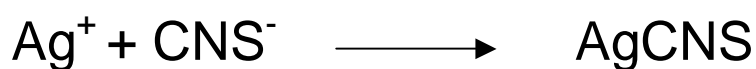
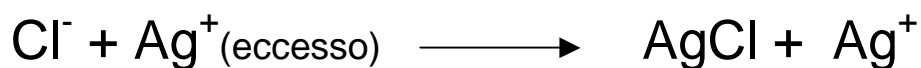
Natrii chloridum

NaCl Mr 58,44

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Disciogliere 1,000 g in acqua R e diluire a 100 ml con lo stesso solvente. Aggiungere 50 ml di acqua R, 5 ml di acido nitrico diluito R, 25,0 ml di argento nitrate 0,1 M e 2 ml di dibutile ftalato R a 10,0 ml della soluzione. Agitare. Titolare con ammonio tiocianato 0,1 M, utilizzando 2 ml di ferro(-ico) ammonico solfato soluzione R2 come indicatore, agitando energicamente in prossimità del viraggio.

1 ml di argento nitrate 0,1 M equivale a 5,844 mg di NaCl.



ANALISI 4

Determinazione del SODIO CLORURO in soluzione

REATTIVI

AgNO₃ pm 169.888

NH₄CNS pm 76.125

NaCl pm 58.448 (sostanza madre)

1- Preparare una soluzione di AgNO₃ e NH₄CNS circa 0.1 M

- Scegliere un opportuno recipiente di vetro dove versare 150-200 ml di una soluzione di AgNO₃ circa 0.1M fornita dal laboratorio
- Pesare con bilancia tecnica direttamente in un recipiente munito di tappo, la giusta quantità di NH₄CNS (per 250 ml di soluzione pesare $76.1 \cdot 0.1 / 4 = 1.9$ g circa)

2- Determinare il rapporto di concentrazione tra AgNO₃ e NH₄CNS

- Caricare la buretta con la soluzione di tiocianato
- Prelevare con precisione in beuta da 250 ml, 10 ml di soluzione di AgNO₃ circa 0.1M aggiungere 1ml di HNO₃ 6M e 1ml (l'intero contenuto del contagocce) di allume ferrico (soluzione satura)
- Titolare fino ad una colorazione rosata persistente
- Segnare il volume di NH₄CNS : **V_{CNSA}**

3- Standardizzazione della soluzione di AgNO₃

- Pesare con precisione la quantità di NaCl (sostanza madre) necessaria per avere 250 ml di soluzione circa 0.1 M. (pesare con precisione circa $0.1 \cdot 250 \cdot 58.4 / 1000 = 1.46$ g)
- Nella beuta da 250 ml, prelevare con precisione: 10ml di soluzione di NaCl e 20ml di soluzione di AgNO₃
- Coagulare il precipitato, aggiungere 1ml di HNO₃ 6M e 1ml di allume ferrico
- Titolare con la soluzione di tiocianato fino ad una colorazione rosata persistente
- Segnare il volume di NH₄CNS : **V_{CNSB}**
- Calcolare il titolo della soluzione di AgNO₃

(V_{AgNO3}) Volume di AgNO₃ che ha reagito con 10ml di soluzione di NaCl

$$V_{CNSA} : 10 = V_{CNSB} : (20 - V_{AgNO3})$$

$$V_{AgNO3} = 20 - (V_{CNSB} / V_{CNSA}) \cdot 10$$

$$10 \cdot M_{NaCl} = V_{AgNO3} \cdot M_{AgNO3}$$

$$M_{AgNO3} = 10 \cdot M_{NaCl} / V_{AgNO3}$$

4- Determinazione del sodio cloruro

- Versare nella soluzione contenente NaCl, 20ml di soluzione di AgNO₃. Coagulare il precipitato, aggiungere 1ml di HNO₃ 6M e 1ml di allume ferrico
- Titolare con la soluzione di tiocianato fino ad una colorazione rosata persistente
- Segnare il volume di NH₄CNS : **V_{CNSC}**
- Esprimere i risultati in mg di NaCl (pm 58.45) sciolti nella soluzione

$$[20 - (V_{CNSC} / V_{CNSA}) \cdot 10] \cdot M_{AgNO3} \cdot 58.45 = \text{mg di NaCl nella preparazione}$$

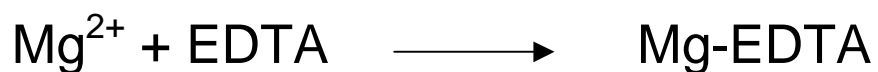
Esercitazione 6

MAGNESIO

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Introdurre la soluzione prescritta in una beuta da 500 ml e diluire a 300 ml con acqua R. Aggiungere 10 ml di tampone ammonio cloruro soluzione a pH 10,0 R e 50 mg circa di nero mordente 11 miscela composta R. Riscaldare a circa 40°C e titolare a questa temperatura con sodio edetato 0,1 M fino al viraggio dal violetto al blu netto.

1 ml di sodio edetato 0,1 M equivale a 2,431 mg di Mg.



ANALISI 5

Determinazione del MAGNESIO SOLFATO EPTAIDRATO in soluzione

REATTIVI

EDTA sale bisodico biidrato pm 372.16

CaCO₃ pm 100.09 (sostanza madre)

MgSO₄.7H₂O pm 246.5

1- Preparare una soluzione standard di CaCO₃ 0.1M (circa)

➤ Pesare e trasportare in matraccio da 100ml una quantità esatta di carbonato, in modo da avere una soluzione di Ca²⁺ circa 0.1M (o più concentrata)

(pesare con precisione circa $0.1 \cdot 100 \cdot 100.09 / 1000 = 1 \text{ g}$)

➤ Lavare accuratamente l'imbuto e raccogliere le acque di lavaggio nel matraccio fino ad un volume di 10-20ml. Aggiungere goccia a goccia HCl 6M fino a completa dissoluzione del carbonato. Portare a volume

2- Preparare e standardizzare una soluzione di EDTA 0.1M (circa) (metodo per spostamento)

➤ Preparare circa 250 ml (in apposito recipiente) di soluzione di EDTA

(pesare con bilancia tecnica $0.1 \cdot 250 \cdot 372.16 / 1000 = 9.3 \text{ g}$)

➤ Riempire la buretta della soluzione di EDTA

➤ Preparare una soluzione allo 5% di MgSO₄.7H₂O.

➤ Nella beuta da 250 ml, prelevare 1-5ml della soluzione di Mg²⁺, aggiungere 15 ml di soluzione tampone ammoniacale a pH 10 e una punta di spatola di NERO ERIOCROMO. Aggiungere la soluzione di EDTA fino al viraggio da **violetto** a **blu**.

➤ Aggiungere nella beuta da 250ml, 10ml della soluzione di Ca²⁺ prelevati con precisione (la soluzione diventa **violetta**).

Titolare con la soluzione di EDTA fino ad una colorazione **blu**.

➤ Ripetere la titolazione e calcolare l'esatta molarità della EDTA.

3- Determinazione del magnesio solfato eptaidrato

➤ Aggiungere nella soluzione contenente MgSO₄.7H₂O, 10 ml di soluzione tampone ammoniacale a pH 10 e una punta di spatola di NERO ERIOCROMO.

➤ Titolare con la soluzione di EDTA fino al viraggio al **blu**.

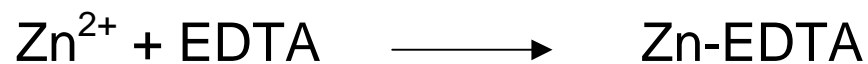
➤ Esprimere i risultati in mg di MgSO₄.7H₂O (pm 246.5) sciolti nella soluzione

Esercitazione 7

ZINCO

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Introdurre la soluzione prescritta in una beuta da 500 ml e diluire a 200 ml con acqua R. Aggiungere circa 50 mg di xilenolo arancio miscela composta R ed esametilentetrammina R fino a che la soluzione diventa rosa-violetta. Aggiungere 2 g di esametilentetrammina R in eccesso. Titolare con sodio edetato 0,1 M fino al viraggio dell'indicatore dal rosa-violetto al giallo. 1 ml di sodio edetato 0,1 M equivale a 6,54 mg di Zn.



ANALISI 6

Determinazione di $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ in soluzione

REATTIVI

EDTA sale bisodico biidrato pm 372.16

CaCO_3 pm 100.09 (sostanza madre)

1- Preparare una soluzione standard di CaCO_3 0.1M (circa)

- Pesare e trasportare in matraccio da 100ml (o 250ml) una quantità esatta di carbonato, in modo da avere una soluzione di Ca^{2+} circa 0.01M (o più concentrata)
(*pesare con precisione (per 100ml) circa $0.1 \cdot 100 \cdot 100.09 / 1000 = 1 \text{ g}$*)
- Lavare accuratamente l'imbuto e raccogliere le acque di lavaggio nel matraccio fino ad un volume di 10-20ml. Aggiungere goccia a goccia HCl 6M fino a completa dissoluzione del carbonato. Portare a volume

2- Preparare e standardizzare una soluzione di EDTA 0.1M (circa) (metodo diretto)

- Preparare circa 250 ml (in apposito recipiente) di soluzione di EDTA
(*pesare con bilancia tecnica $0.1 \cdot 250 \cdot 372.16 / 1000 = 9.3 \text{ g}$*)
- Riempire la buretta della soluzione di EDTA
- Nella beuta da 250 ml, prelevare 10ml della soluzione di Ca^{2+} , aggiungere 10 ml di NaOH 6M e una punta di spatola di CALCONE. Aggiungere la soluzione di EDTA fino al viraggio da **violetto a blu**.
- Ripetere la titolazione e calcolare l'esatta molarità della EDTA.

3- Determinazione del magnesio solfato eptaidrato

- Aggiungere nella soluzione contenente $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ una punta di spatola di XILENOLO ARANCIO ed esametilentetrammina fino a che la soluzione diventa rosa-violetta. Aggiungere 2 g di esametilentetrammina in eccesso
- Titolare con la soluzione di EDTA fino al viraggio al **giallo**.
- Esprimere i risultati in mg di $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (pm 287.5) sciolti nella soluzione

Esercitazione 8

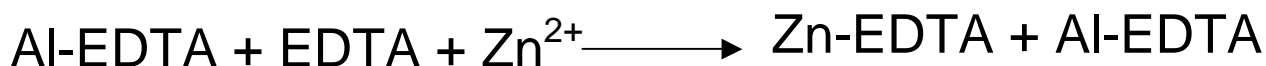
ALLUMINIO

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Introdurre 20,0 ml della soluzione indicata in una beuta da 500 ml aggiungere 25,0 ml di sodio edetato 0,1 M e 10 ml di una miscela di volumi uguali di una soluzione (155 g/l) di ammonio acetato R e di acido acetico diluito R. Bollire per 2 min e raffreddare.

Aggiungere 50 ml di etanolo R e 3 ml di una soluzione (0,25 g/l) di ditizone R in alcool R preparata di recente. Titolare l'eccesso di sodio edetato con zinco solfato 0,1 M fino al viraggio dal blu-verdastro al violetto-rossastro.

1 ml di sodio edetato 0,1 M equivale a 2,698 mg di Al.



ANALISI 7

Determinazione dell'ALLUME (AlK(SO₄)₂·12H₂O) in soluzione

REATTIVI

EDTA sale bisodico biidrato pm 372.16

CaCO₃ pm 100.09 (sostanza madre)

ZnSO₄·7H₂O pm 287.5

1- Preparare una soluzione standard di CaCO₃ 0.01M (circa)

- Pesare e trasportare in matraccio da 100ml (o 250ml) una quantità esatta di carbonato, in modo da avere una soluzione di Ca²⁺ circa 0.01M (o più concentrata)
(*pesare con precisione (per 100ml) circa $0.01 \cdot 100 \cdot 100.09 / 1000 = 0.1$ g*)
- Lavare accuratamente l'imbuto e raccogliere le acque di lavaggio nel matraccio fino ad un volume di 10-20ml. Aggiungere goccia a goccia HCl 6M fino a completa dissoluzione del carbonato. Portare a volume

2- Preparare e standardizzare una soluzione di EDTA 0.01M (circa) (metodo diretto)

- Preparare circa 250 ml (in apposito recipiente) di soluzione di EDTA
(*pesare con bilancia tecnica $0.01 \cdot 250 \cdot 372.16 / 1000 = 0.93$ g*)
- Riempire la buretta della soluzione di EDTA
- Nella beuta da 250 ml, prelevare 10ml della soluzione di Ca²⁺, aggiungere 1 ml di NaOH 6M e una punta di spatola di CALCONE. Aggiungere la soluzione di EDTA fino al viraggio da **violetto** a **blu**.
- Ripetere la titolazione e calcolare l'esatta molarità della EDTA.

3- Preparazione una soluzione di ZnSO₄·7H₂O 0.01M (circa)

- Preparare circa 200 ml (in apposito recipiente) di soluzione di ZnSO₄·7H₂O
(*pesare con bilancia tecnica $0.01 \cdot 200 \cdot 287.5 / 1000 = 0.58$ g*)

4- Determinare il rapporto di concentrazione tra Zn²⁺ e EDTA

- Riempire la buretta della soluzione di Zn²⁺
- Nella beuta da 250 ml, prelevare 10 ml (esatti) della soluzione di EDTA, aggiungere 5 ml di soluzione ammonio-acetica, 20ml di etanolo e 1-2ml di DITIZONE.
- Titolare fino al viraggio **blu-verde** (*libero*) a **violetto-rosso** (*complesso*). (**V_{ZnA}**)

5- Determinazione del Allume (metodo per retro-titolazione)

- Nella soluzione da dosare aggiungere 20ml (esatti) di soluzione di EDTA e 5 ml di soluzione ammonio-acetica. SCALDARE ALL'EBOLLIZIONE. RAFFREDDARE
- Aggiungere 20ml di etanolo e 1-2ml di DITIZONE.
- Titolare fino al viraggio **blu-verde** (*libero*) a **violetto-rosso** (*complesso*). (**V_{ZnB}**)

Il volume di soluzione di EDTA (V_{EDTA}) che ha reagito con Al³⁺ è

$$V_{EDTA} = 20 - (V_{ZnB} / V_{ZnA}) \cdot 10$$

- Esprimere i risultati in mg di AlK(SO₄)₂·12H₂O (pm 474.39) sciolti nella soluzione

Esercitazione 9

SODIO FOSFATO MONOBASICO DIIDRATO

Natrii dihydrogenophosphas dihydricus

$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Mr 156,0

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Disciogliere 2,500 g in 40 ml di acqua R. Titolare con sodio idrossido 1 M esente da carbonati, determinando potenziometricamente il punto di fine titolazione. 1 ml di sodio idrossido 1 M equivale a 0,120 g di NaH_2PO_4 .

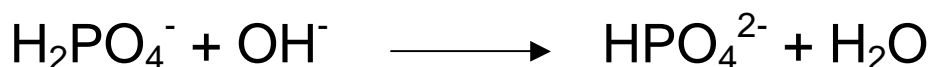
TITOLAZIONE POTENZIOMETRICA

Nella titolazione potenziometrica il punto di fine titolazione è determinato seguendo la variazione della differenza di potenziale tra due elettrodi (un elettrodo indicatore detto anche "elettrodo di misura" e uno di riferimento oppure due elettrodi indicatori), immersi nella soluzione in esame, in funzione della quantità di titolante aggiunta. La differenza di potenziale si misura a intensità di corrente nulla o praticamente nulla.

Apparecchio. L'apparecchio usato (un normale potenziometro o un dispositivo elettronico), comprende un voltmetro che permette letture al millivolt. L'elettrodo indicatore da usare dipende dalla sostanza in esame e può essere un elettrodo a vetro o di metallo (per esempio platino, oro, argento o mercurio). L'elettrodo di riferimento è generalmente un elettrodo a calomelano o un elettrodo ad argento-cloruro d'argento.

Per titolazioni acido-base, se non è diversamente prescritto, si usa una coppia di elettrodi vetro/calomelano o vetro/argento-cloruro d'argento.

Metodo. Riportare in un grafico le variazioni della differenza di potenziale in funzione della quantità di titolante aggiunto, continuando l'aggiunta oltre il punto di equivalenza presunto. Il punto di fine titolazione corrisponde ad una brusca variazione della differenza di potenziale.



ANALISI 8

Determinazione potenziometrica di $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in soluzione

REATTIVI

NaOH pm 40.00

$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ftalato acido di potassio pm 204.22 (sostanza madre)

1- Preparare e standardizzare una soluzione di NaOH circa 0.1 M

- Preparare una soluzione di NaOH 0.1 M circa
- Pesare **esattamente** una quantità di sostanza madre ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) nella beuta da 250ml, in modo da reagire con 10-20 ml di soluzione di NaOH circa 0.1M. Usare come indicatore la FENOLFTALEINA. Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media
(per reagire con 15ml di soluzione di NaOH 0.1M c.a. pesare con precisione circa $15 \cdot 0.1 \cdot 204.22 = 306.3 \text{ mg}$)
- Calcolare la molarità della soluzione di NaOH

2- Titolazione potenziometrica

- Predisporre l'attrezzatura : piaccametro (millivolmetro), elettrodo combinato, buretta, becher, ancoretta magnetica, agitatore magnetico.
- Titolare con una soluzione a titolo noto di NaOH
- La soluzione deve essere mantenuta in agitazione senza creare turbolenze
- Effettuare aggiunte cospicue (0.5-2 ml) di titolante fino a 1-2 ml prima del previsto punto equivalente (viraggio)
- Dopo ogni aggiunta di titolante registrare il volume totale di titolante aggiunto e il valore di pH o i mV misurati
- Nell'intervallo di viraggio, l'aggiunta di titolante deve essere tanto più piccola Effettuare aggiunte cospicue (0.5-2 ml) di titolante dopo il viraggio

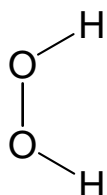
3- Determinare il punto equivalente

- Individuare il punto di flesso con il metodo grafico dei prolungamenti
- Esprimere i risultati in mg di $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (pm 156.0) sciolti nella soluzione

Esercitazione 10

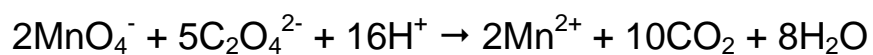
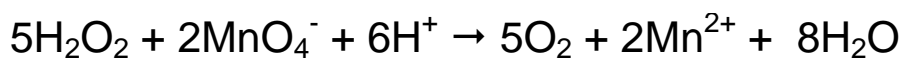
IDROGENO PEROSSIDO SOLUZIONE 3 PER CENTO

Hydrogenii peroxidum 3 per centum



DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Diluire 10,0 g a 100,0 ml con acqua R.
Aggiungere 20 ml di acido solforico diluito R a 10,0 ml di questa soluzione.
Titolare con potassio permanganato 0,02 M, fino a che il colore vira al rosa.
1 ml di potassio permanganato 0,02 M equivale a 1,701 mg di H₂O₂ oppure a 0,56 ml di ossigeno.



ANALISI 9

Determinazione dell'IDROGENO PEROSSIDO in soluzione

REATTIVI

KMnO₄ pm 158.04

Na₂C₂O₄ pm 134.0 (sostanza madre)

1- Preparare una soluzione di KMnO₄ 0.02M (circa)

- Preparare circa 500 ml di soluzione di KMnO₄
(*pesare con bilancia tecnica $0.02 \cdot 500 \cdot 158.04 / 1000 = 1.58 \text{ g}$*)
- In apposito becher pesare la giusta quantità di permanganato, aggiungere 600ml di acqua deionizzata. Mettere la bacchetta, coprire con un vetro da orologio e mantenere all'ebollizione per 30'.
- Raffreddare e filtrare rapidamente su lana di vetro.

2- Preparare una soluzione standard di Na₂C₂O₄ 0.05M (circa)

- Pesare e trasportare in matraccio da 100ml una quantità esatta di ossalato, in modo da avere una soluzione circa 0.05M
(*pesare con precisione circa $0.05 \cdot 100 \cdot 134.0 / 1000 = 0.67 \text{ g}$*)
- Lavare accuratamente l'imbuto e raccogliere le acque di lavaggio nel matraccio. Portare a volume

3- Standardizzazione della soluzione di KMnO₄ 0.02M (circa)

- Riempire la buretta della soluzione di KMnO₄
- Nella beuta da 250 ml, prelevare 10 ml (esatti) della soluzione di ossalato, acidificare con 10ml di H₂SO₄ (1:4)
- Riscaldare la soluzione fino alla temperatura massima di 60°C
- Titolare fino al viraggio da incolore a rosa (persistente per almeno 30")
- Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media

4- Determinazione del H₂O₂

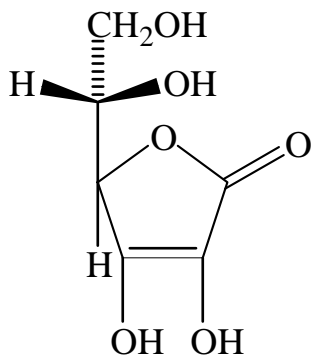
- Nella soluzione da dosare aggiungere 10ml H₂SO₄ (1:4)
- Titolare fino al viraggio incolore a rosa (persistente per almeno 30")

Esprimere i risultati in mg di H₂O₂ (pm 34.01) sciolti nella soluzione

Esercitazione 11

ACIDO ASCORBICO

Acidum ascorbicum



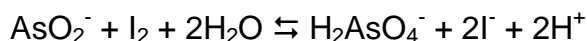
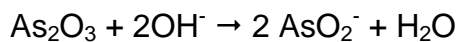
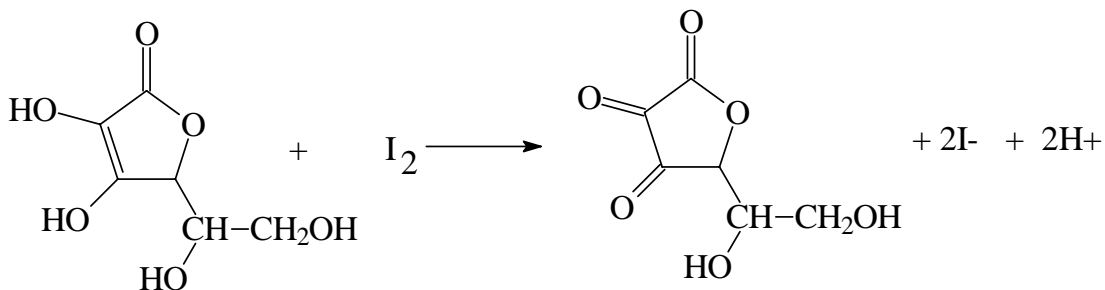
$C_6H_8O_6$

Mr 176,1

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Disciogliere 0,150 g in una miscela di 10 ml di acido solforico diluito R ed 80 ml di acqua esente da anidride carbonica R. Aggiungere 1 ml di amido soluzione R. Titolare con iodio 0,1 M fino a che compare un colore blu-violetto persistente .

1 ml di iodio 0,1 M equivale a 8,81 mg di $C_6H_8O_6$.



ANALISI 10

Determinazione di ACIDO ASCORBICO in soluzione

REATTIVI

I pa 126.9

As₂O₃ pm 197.82 (sostanza madre)

1- Preparare una soluzione di I 0.1M (circa)

- Preparare circa 200 ml di soluzione di I 0.1M circa
(*pesare con bilancia tecnica $0.1 \cdot 200 \cdot 126.9 / 1000 = 2.54 \text{ g}$*)
- In becher da 250 o 500 ml pesare 4g di KI, aggiungere 10 ml di acqua e solubilizzare. Aggiungere la giusta quantità di Iodio e solubilizzare.
- Aggiungere 190ml di acqua deionizzata.

2- Preparare una soluzione standard di As₂O₃ 0.025M (circa)

- Pesare e trasportare in matraccio da 250ml una quantità esatta di anidride arseniosa, in modo da avere una soluzione circa 0.025M
(*pesare con precisione circa $0.025 \cdot 250 \cdot 197.82 / 1000 = 1.24 \text{ g}$*)
- Lavare accuratamente l'imbuto e raccogliere le acque di lavaggio nel matraccio.
- Solubilizzare aggiungendo NaOH M (10-20 ml)
- Aggiungere una goccia di fenoltaleina e HCl 1-2M fino al viraggio
- Portare a volume

3- Standardizzazione della soluzione di I 0.1M (circa)

- Riempire la buretta della soluzione di I
- Nella beuta da 250 ml, prelevare 10 ml (esatti) della soluzione di arsenito
- Aggiungere 1g di NaHCO₃ e 2-3 ml di salda d'amido (diluire con acqua)
- Titolare fino al viraggio da incolore a blu-violetto persistente
- Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media

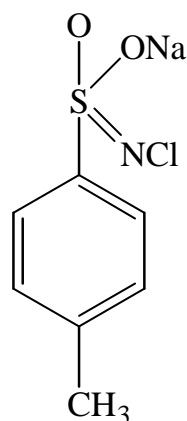
4- Determinazione di ACIDO ASCORBICO

- Aggiungere 10ml H₂SO₄ M e 2-3 ml di salda d'amido
- Titolare fino al viraggio da incolore ad azzurro pallido

Esprimere i risultati in mg di ACIDO ASCORBICO (pm 176.1) presenti nella preparazione

Esercitazione 12

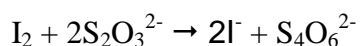
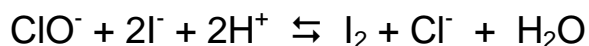
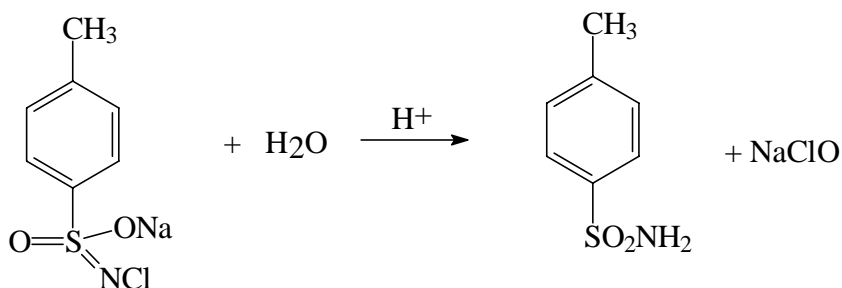
CLORAMINA Chloraminum



DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Disciogliere, in una beuta con tappo a smeriglio, 0,125 g in 100 ml di acqua R. Aggiungere 1 g di potassio ioduro R e 5 ml di acido solforico diluito R. Lasciare a riposo per 3 min. Titolare con sodio tiosolfato 0,1 M, usando come indicatore 1 ml di amido soluzione R.

1 ml di sodio tiosolfato 0,1 M equivale a 14,08 g di $\text{C}_7\text{H}_7\text{ClINaO}_2\text{S}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$.



ANALISI 11

Determinazione di CLORAMINA in soluzione

REATTIVI

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ pm 248.19

KIO_3 pm 214.01 (sostanza madre)

1- Preparare una soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1M (circa)

- Preparare, in apposito recipiente, 200 ml di soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1M circa
(*pesare con bilancia tecnica $0.1 \cdot 200 \cdot 248.19 / 1000 = 4.96$ g*)

2- Preparare una soluzione standard di KIO_3 0.0166 M (circa)

- Pesare e trasportare in matraccio da 100ml una quantità esatta di potassio iodato, in modo da avere una soluzione circa 0.0166M
(*pesare con precisione circa $0.0166 \cdot 100 \cdot 214.01 / 1000 = 0.355$ g*)
- Lavare accuratamente l'imbuto e raccogliere le acque di lavaggio nel matraccio.
- Portare a volume

3- Standardizzazione della soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1M (circa)

- Riempire la buretta della soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Nella beuta da 250 ml, prelevare 10 ml (esatti) della soluzione di iodato
- Aggiungere 1g di KI e 1-2 ml di HCl conc. (diluire con acqua)
- Titolare (rapidamente e con minima agitazione) fino ad una colorazione giallo paglierino
- Aggiungere 2 ml di salda d'amido e continuare a titolare fino ad un viraggio da azzurro a incolore
- Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media

4- Determinazione di CLORAMINA

- Aggiungere alla soluzione 1g di KI e 5ml H_2SO_4 M
- Lasciare a riposo per 3'
- Titolare fino ad una colorazione giallo paglierino
- Aggiungere 2 ml di salda d'amido e continuare a titolare fino ad un viraggio da azzurro a incolore

Esprimere i risultati in mg di CLORAMINA (pm 281.7) presenti nella preparazione

ANALISI 12

Determinazione di ISONIAZIDE in soluzione

REATTIVI

KBrO₃ pm 167.02 (sostanza madre)

1- Preparare una soluzione standard di KBrO₃ 0.0166 M (circa)

- Pesare e trasportare in matraccio da 250ml una quantità esatta di potassio bromato, in modo da avere una soluzione circa 0.0166M
(*pesare con precisione circa $0.0166 \cdot 250 \cdot 167.02 / 1000 = 0.69$ g*)
- Lavare accuratamente l'imbuto e raccogliere le acque di lavaggio nel matraccio.
- Portare a volume

2- Determinazione di ISONIAZIDE

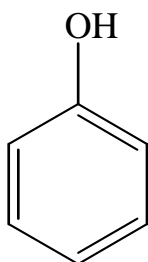
- Aggiungere alla soluzione circa 50ml di acqua, 10ml di HCl (conc) e 0.2g (circa) di KBr
- Aggiungere 10 gocce (circa) di rosso metile
- Titolare con bromato agitando continuamente fino a scomparsa del colore rosso

Esprimere i risultati in mg di ISONIAZIDE (pm 137.1) presenti nella preparazione

Esercitazione 14

FENOLO

Phenolum



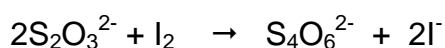
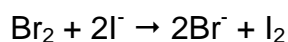
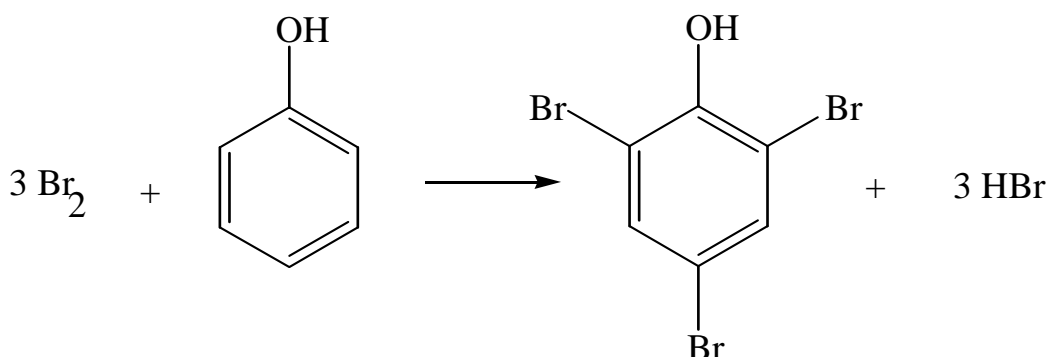
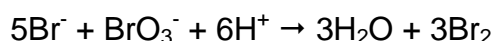
C₆H₆O

Mr 94,1

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA

Disciogliere 2,000 g in acqua R e diluire a 1000,0 ml con lo stesso solvente. Trasferire 25,0 ml della soluzione in una beuta con tappo a smeriglio e aggiungere 50,0 ml di bromuro-bromato 0,0167 M e 5 ml di acido cloridrico R. Tappare la beuta, lasciare a riposo agitando di tanto in tanto per 30 min e quindi lasciare a riposo per ulteriori 15 min. Aggiungere 5 ml di una soluzione (200 g/l) di potassio ioduro R, agitare e titolare con sodio tiosolfato 0,1 M fino ad ottenere un colore giallo pallido. Aggiungere 0,5 ml di amido soluzione R e 10 ml di cloroformio R e continuare la titolazione agitando energicamente. Effettuare una titolazione in bianco.

1 ml di bromuro-bromato 0,0167 M equivale a 1,569 mg di C₆H₆O.



ANALISI 13

Determinazione di FENOLO in soluzione

REATTIVI

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ pm 248.19

KBrO_3 pm 167.02 (sostanza madre)

1- Preparare una soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1M (circa)

- Preparare, in apposito recipiente, 200 ml di soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1M circa
(*pesare con bilancia tecnica $0.1 \cdot 200 \cdot 248.19 / 1000 = 4.96$ g*)

2-Preparare una soluzione standard di KBrO_3 0.0166 M (circa)

- Pesare e trasportare in matraccio da 250ml una quantità esatta di potassio bromato, in modo da avere una soluzione circa 0.0166M
(*pesare con precisione circa $0.0166 \cdot 250 \cdot 167.02 / 1000 = 0.69$ g*)
- Lavare accuratamente l'imbuto e raccogliere le acque di lavaggio nel matraccio.
- Portare a volume

3- Standardizzazione della soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.1M (circa)

- Riempire la buretta della soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Nella beuta da 250 ml, prelevare 10 ml (esatti) della soluzione di bromato
- Aggiungere 1g di KI e 1-2 ml di HCl conc. (diluire con acqua)
- Titolare fino ad una colorazione giallo paglierino
- Aggiungere 2 ml di salda d'amido e continuare a titolare fino ad un viraggio da azzurro a incolore
- Eseguire l'operazione più volte se i risultati sono troppo distanti dalla media

4- Determinazione del FENOLO

- Aggiungere alla soluzione 20 ml esatti di soluzione di KBrO_3 , 1g (circa) di KBr e 5ml di HCl conc.
- Lasciare a riposo in beuta tappata per 30' agitando di tanto in tanto
- Aggiungere 1g (circa) di KI
- Titolare con tiosolfato fino ad una colorazione giallo paglierino
- Aggiungere 2 ml di salda d'amido e continuare a titolare fino ad un viraggio da azzurro a incolore

Esprimere i risultati in mg di FENOLO (pm 94.1) presenti nella preparazione