

# TITOLAZIONI

## Soluzioni a titolo noto

Per preparare una soluzione a titolo esattamente noto si solubilizza una quantità pesata di soluto in un volume noto di solvente\*. Questo è comunque realizzabile solo per quelle sostanze che sono standard primari. Affinche' un solido possa essere considerato standard primario deve essere puro\*\* (99.99%), possedere un peso equivalente elevato, deve avere una reazione stechiometrica univoca ed infine non deve reagire con il solvente in uso ed essere stabile all'aria.

La normalità' di una soluzione di uno standard primario viene quindi calcolata conoscendo la quantità' pesata, il peso equivalente ed il volume di soluzione.

\* Generalmente dopo averlo pesato si trasferisce il solido (eventualmente aiutandosi con il solvente utilizzato) in modo quantitativo all'interno del recipiente tarato, si aggiunge circa la metà del solvente necessario a solubilizzare la sostanza, si porta quindi a volume.

\*\* E' comunque possibile utilizzare sostanze che contengono solvente di cristallizzazione (come ad esempio l'acqua) purchè questo possa essere allontanato in stufa alla temperatura di 105°-110°C, ovviamente ciò comporta un composto stabile a tale temperatura ed una manipolazione adeguata.

## Preparazione di HCl 0.1 M

L'acido cloridrico non è uno standard primario occorre pertanto preparare una soluzione a concentrazione approssimata e poi titolarla con una sostanza madre.

Preparazione:

L'HCl concentrato puro per analisi, è commercializzato sotto forma di soluzione acquosa, sulla bottiglia del reattivo sono riportati la percentuale in peso (37%) e la densità (1,185 g/ml), quindi la sua molarità sarà:

$$M_{\text{molarità}} = \frac{P_{\text{peso in grammi}} \cdot V_{\text{volume}}}{PM_{\text{peso molecolare}}} = \% \cdot d \cdot \frac{1000}{PM} =$$
$$= \frac{0.37 \cdot 1.185 \cdot 1000}{36.5} = 12 \text{ M}$$

Il volume di HCl concentrato da prelevare e diluire al volume desiderato si calcola con la formula

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$
$$V_x \cdot 12 = V_{1000\text{ml}} \cdot 0.1$$
$$V_x = \frac{1000 \cdot 0.1}{12} = 8.33$$

é quindi sufficiente prelevare 8.33 ml mediante una pipetta versare questa soluzione in un matraccio tarato da 1 l portare a volume mediante acqua distillata, tappare ed agitare la soluzione energicamente.

Per quanto detto precedentemente, non può essere definita esattamente 0.1 N, ma circa 0.1 N.

Per ottenere il titolo esatto si deve standardizzare questa soluzione mediante una titolazione con uno standard primario quale il carbonato sodico.

<p style="text-align: center;"><b>Standardizzazione</b> di una soluzione di acido cloridrico</p> <p style="text-align: center;"><b>Reattivi occorrenti</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• In un matraccio tarato da 250 ml aggiungere la quantità opportuna di acido cloridrico concentrato necessario a preparare una soluzione 0.1 N e portare a volume con acqua distillata.</li> <li>• Dopo aver tappato la bottiglia, agitare la soluzione energicamente. Indicare quindi mediante una etichetta il contenuto della bottiglia.</li> <li>• Sodio carbonato Pesarne una quantità tale che venga completamente neutralizzata da circa 40 ml di HCl 0,1 M.</li> <li>• Fenolftaleina: soluzione all'1% in alcol.</li> <li>• Arancio metile: soluzione all'1%</li> </ul>	<p style="text-align: center;"><b>Procedimento</b></p> <p>La quantità pesata di sodio carbonato si introduce in un beaker da 150 ml, si diluisce con acqua distillata, si aggiungono due gocce di fenolftaleina e si titola con HCl fino al viraggio dell'indicatore. Si annota il volume utilizzato.</p> <p>Si aggiungono due gocce di arancio metile e si continua la titolazione fino a nuovo viraggio del secondo indicatore.</p> <p>Si annota il volume di HCl utilizzato e si confronta con il volume precedente.</p> <p>Calcolare il titolo dell'acido cloridrico.</p>
<p style="text-align: center;"><b>Standardizzazione</b> di una soluz. di idrossido di potassio 0.1 M.</p> <p>L'idrossido di potassio (KOH) non è una sostanza madre, lo è invece l'acido ossalico biidrato (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>* 2 H<sub>2</sub>O). La soluzione di acido ossalico a titolo noto si prepara quindi per pesata.</p>	<p style="text-align: center;"><b>Preparazione</b></p> <p>L'idrossido di potassio puro per analisi è commercializzato sotto forma di pastiche, è fortemente igroscopico, e reagisce velocemente con la CO<sub>2</sub> presente nell'aria.</p> <p>Pertanto la quantità pesata per la preparazione della soluzione deve essere manipolata il più velocemente possibile. La quantità di KOH necessaria a preparare un litro di soluzione normale corrisponde alla quantità in grammi del peso molecolare, quindi per preparare una soluzione 0.1 M</p> $0.1 = \frac{g_{(grammi)}}{PM_{(pesomolecolare)}}$ <p>si pesa quindi la quantità opportuna che si trasferisce velocemente all'interno del matraccio, si aggiunge circa la metà del volume di acqua necessaria e si solubilizza (la reazione, a queste concentrazioni, è debolmente esotermica, fattore da considerare qualora si dovessero preparare soluzioni più concentrate) si porta quindi a volume.</p>

### attrezzatura

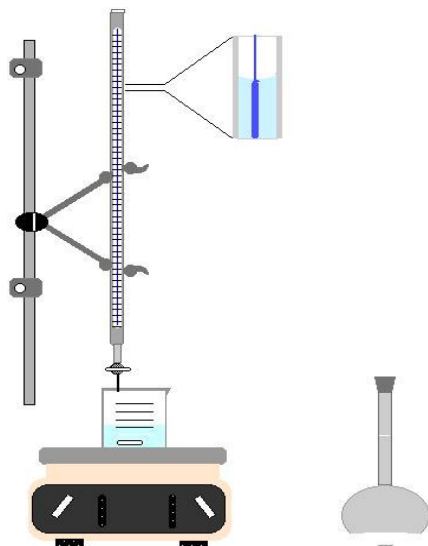
buretta, pinza a ragno, matracci, cilindro graduato, propipetta, pipetta graduata, bilancia analitica, imbuto

### prodotti

acido ossalicodidrato, idrossido di potassio, indicatore

### esecuzione

Si deve determinare il titolo esatto di una soluzione circa N/10 di KOH. Per fare questo si prelevano da un matraccio da 1000 ml con il metodo più accurato possibile, 25 ml di soluzione si trasferiscono in un beaker da 100 ml e si aggiungono 10 ml di acqua distillata. A parte si preparano 100 ml di una soluzione N/10 di acido ossalico diidrato. Con questa soluzione si avvinca e si carica la buretta. Si aggiungono due gocce di indicatore, si attiva l'agitazione magnetica e si titola. Al punto di viraggio si legge il volume di acido consumato. Calcolare la concentrazione esatta della soluzione di KOH .



<p><b>Titolazione di un acido forte con una base forte</b> (Con indicatore)</p> <p><b>attrezzatura</b></p> <p>buretta ml 50, pinza a ragno, pipetta tarata ml 25, propipetta, beaker ml 150</p> <p><b>prodotti</b> acido cloridrico sol. 0.1 N, NaOH sol. 0.1 N, acqua distillata</p> <p>indicatori: arancio metile e fenolftaleina,</p>	<p style="text-align: center;"><b>Esecuzione</b></p> <p>Predisporre una buretta riempita con la soluzione di HCl 0.1 N. A parte nel beaker si versano 25 ml di soluzione di NaOH 0.1 N, si diluiscono con un'opportuna quantità di acqua distillata e si aggiungono due gocce di fenolftaleina ( la soluzione si colora in rosa). Si predispone il beaker sotto la buretta e con flusso moderato si aggiunge l'acido goccia a goccia, osservando il colore della soluzione. Il viraggio sarà evidenziato dalla scomparsa della colorazione rosa. Leggere quindi il volume di acido consumato . Ripetere la titolazione utilizzando come indicatore l'arancio metile.</p>
--	--

<p><b>Titolazione di una miscela di carbonato di sodio e idrogenocarbonato di sodio</b> (Con indicatore)</p> <p><b>attrezzatura</b></p> <p>buretta ml 50, pinza a ragno, pipetta tarata ml 25, propipetta, beaker ml 150</p> <p><b>prodotti</b> Miscela a composizione incognita di carbonato e idrogenocarbonato di sodio, HCl 0.5 N, fenolftaleina, arancio metile.</p>	<p style="text-align: center;"><b>esecuzione</b></p> <p>Si pesa esattamente una quantità compresa tra 1 e 1,2 g. di campione incognito e si scioglie in un becher con acqua distillata. Si posiziona il becher sull'agitatore magnetico introducendo il magnete nella soluzione. A parte si prepara una buretta che si riempie con la soluzione di HCl a titolo noto. Si aggiungono alla soluzione incognita alcune gocce di fenolftaleina e si titola a freddo con acido cloridrico fino a scomparsa della colorazione rosa dell'indicatore. Si annotano i ml utilizzati ed alla soluzione si aggiungono alcune gocce di arancio metile . Si titola fino al viraggio dell' indicatore (dal giallo all'arancio). Si annotano i ml di acido utilizzati in questa seconda parte della titolazione . Conoscendo i volumi di acido aggiunti nei due casi e la normalità dell'HCl risalire mediante opportuni calcoli stechiometrici alla quantità di carbonato e di idrogenocarbonato presenti nel campione.</p>
---	--

<p style="text-align: center;"><b>Titolazione potenziometrica di una soluzione di acido acetico con idrossido di sodio.</b></p> <p style="text-align: center;"><b>attrezzatura</b></p> <p>buretta ml 50, pinza a ragno, pipetta tarata ml 25, propipetta, beaker ml 150</p> <p style="text-align: center;">prodotti Sodio idrossido.</p> <p>Preparare una soluzione 0,1 N e standardizzarla secondo i metodi classici dell'analisi volumetrica. Acido acetico circa 0,4 N. Soluzione tampone a: pH=4 e a pH=7.</p>	<p style="text-align: center;"><b>esecuzione</b></p> <p>Tarare il pHmetro con le soluzioni tampone.</p> <p>Prelevare 10,0 ml della soluzione di acido acetico in un becher da 150 ml. Aggiungere 10 ml di acqua distillata. Introdurre un'ancoretta magnetica, porre il becher sull'agitatore ed inserire l'elettrodo avendo cura che il bulbo sia completamente immerso nella soluzione e che durante l'agitazione la barretta magnetica non lo urti . Aggiungere con una buretta la soluzione di idrossido di sodio a titolo noto ad incrementi costanti di 1 ml, in prossimità del punto di equivalenza aggiungere 0.1 ml per volta. Registrare il pH letto sullo strumento in funzione del volume aggiunto e costruire il grafico corrispondente. Al termine della titolazione disegnare il grafico utilizzando in ordinata i valori di pH ed in ascisse il volume aggiunto, ricavare quindi la concentrazione dell'acido acetico nella soluzione di partenza. In alternativa, disegnare il grafico in derivata prima o quello in derivata seconda per un migliore apprezzamento del punto di equivalenza.</p>
<p style="text-align: center;"><b>ossido riduzione</b></p> <p>Il <math>\text{KMnO}_4</math> non è una sostanza madre, infatti nel permanganato sono sempre presenti impurezze di biossido di manganese (<math>\text{MnO}_2</math>) dovute alla sua fotodecomposizione, inoltre nell'acqua distillata usata comunemente possono essere ancora presenti impurezze organiche che reagiscono con il permanganato. Una sostanza madre, adatta a titolare il permanganato è l'acido ossalico biidrato (<math>\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}</math>).</p>	<p style="text-align: center;"><b>Preparazione di <math>\text{KMnO}_4</math> 0.1 M</b></p> <p>Il <math>\text{KMnO}_4</math> puro per analisi , è commercializzato sotto forma di polvere microcristallina. La quantità necessaria a preparare una soluzione molare corrisponde alla quantità in grammi del peso molecolare, viceversa, per preparare una soluzione bisogna tener conto del numero del tipo di reazioni che avvengono in quelle condizioni, in ambiente acido il permanganato può acquisire 5 elettroni (PE=5) quindi :</p> $N = \frac{\varepsilon}{\left( \frac{PM}{PE} \right)}$ <p>si pesa quindi la quantità opportuna che si trasferisce velocemente all'interno del matraccio, si aggiunge circa la metà del volume di acqua necessaria e si solubilizza (le soluzioni di permanganato sono generalmente intensamente colorate, si utilizza in questo caso il menisco superiore per la lettura del volume) si porta quindi a volume.</p>

<p><b>Standardizzazione di una soluzione di permanganato di potassio 0.1 M.</b></p> <p><b>attrezzatura</b></p> <p>buretta, pinza a ragno, beaker, agitatore magnetico, magnete, matraccio, imbuto, bilancia.</p> <p><b>prodotti</b></p> <p>permanganato di potassio, acido ossalico biidrato, acido solforico concentrato, acqua distillata.</p>	<p><b>esecuzione</b></p> <p>In un beaker di opportuna misura viene posta la quantità pesata accuratamente di acido ossalico necessaria a titolare circa 40 ml di soluzione di permanganato, si diluisce con poca acqua distillata e si aggiungono 2 cc di acido solforico concentrato.</p> <p>Si posiziona il beaker sulla piastra riscaldante e si inizia ad agitare per rendere omogenea la soluzione. A parte si prepara una buretta, ovvero si lava e si avvina, e si porta a volume con la soluzione a titolo incognito di permanganato. Si comincia quindi ad aggiungere la soluzione di permanganato in quella di acido ossalico riscaldata non oltre i 60°C al fine di favorire l'attivazione della reazione di ossido-riduzione (infatti le prime gocce di permanganato stenteranno a decolorarsi, e bisognerà attendere qualche minuto per far sì che la reazione si inneschi). Si continua l'aggiunta goccia a goccia del permanganato alla soluzione di acido ossalico fino a che non persisterà una debole colorazione rosa, ovvero fino al punto di viraggio .</p>
<p><b>Titolazione di una soluzione di Fe(II) con KMnO4</b></p> <p><b>attrezzatura</b></p> <p>buretta, pinza a ragno, beaker, agitatore magnetico, magnete, matraccio, imbuto, bilancia, cilindro.</p> <p><b>prodotti</b></p> <p>permanganato di potassio, solfato di ferro(II), acido solforico concentrato, acqua distillata.</p>	<p><b>esecuzione</b></p> <p>Da una soluzione di KMnO4 circa 0.1 N si prelevano 10 ml e si portano a volume in un matraccio da 100: si ottiene così una soluzione circa 10-2 N. Con questa soluzione si avvina e si porta a volume una buretta da 50 ml . Si pesa una quantità di solfato di ferro(II) tale da consumare circa 25 ml della soluzione di KMnO4 , si scioglie in un beaker da 100 ml, si diluisce con un po' di acqua distillata e si aggiungono circa 2 ml di H2SO4 concentrato. Si posiziona il beaker sulla piastra e si inizia ad agitare per rendere omogenea la soluzione. Posizionata la buretta con pinza a ragno sopra il beaker, si inizia ad aggiungere la soluzione di permanganato sino a che non persisterà una debole colorazione rosa, ovvero fino al punto equivalente. A questo punto si è in grado, mediante calcoli stechiometrici, di calcolare esattamente la normalità e la molarità della soluzione di permanganato di potassio.</p>