	UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI "FEDERICO II"	A.A. 2015/16
	CHIMICA ANALITICA I E LABORATORIO	Laurea triennale in CHIMICA INDUSTRIALE
	Preparazione e standardizzazione di una soluzione di $\text{AgNO}_3$ 0.02 M	Esercitazione n° 7

**Per svolgere l'esercitazione è fortemente consigliato l'uso dei guanti. Non passare le mani con i guanti al viso o sugli indumenti in quanto l'argento forma un deposito nero !!**

**A) Preparazione di una soluzione di  $\text{AgNO}_3$  0.02 M**

- 1) Lavare una bottiglia di vetro scuro da 1 dm<sup>3</sup> o da 500 cm<sup>3</sup> (in dipendenza del materiale in dotazione) prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata.
- 2) In un piccolo becher, pulito e asciutto, pesare, approssimativamente, a una bilancia analitica, 2.0 g di  $\text{AgNO}_3$  (169.87 u.m.a).
- 3) Aggiungere acqua bidistillata e solubilizzare il sale nel becher.
- 4) Trasferire, quantitativamente, servendosi di un imbuto, la soluzione ottenuta nella bottiglia di vetro scuro e aggiungere altra acqua bidistillata, attraverso l'imbuto, fino a raggiungere, approssimativamente, la metà del volume della bottiglia se fosse del volume di 1 dm<sup>3</sup> altrimenti riempire la bottiglia lasciando qualche centimetro vuoto prima del tappo.
- 5) Tappare la bottiglia, agitare ed etichettare (indicare sull'etichetta il cognome dei componenti il gruppo, la data dell'esercitazione e, a fine esercitazione, riportare la concentrazione della soluzione di  $\text{AgNO}_3$ ).

N.B.

Si raccomanda durante l'uso della soluzione di  $\text{AgNO}_3$  di non lasciare la bottiglia aperta, ma chiuderla subito dopo l'uso in quanto la soluzione è fotosensibile alla luce solare. Avere cura, inoltre, di preservare, il più possibile, la soluzione dalla contaminazione di sostanze estranee.

**A fine esercitazione la soluzione va consegnata al docente o al personale tecnico !!!!**

### ***B) Preparazione della soluzione di NaCl a titolo noto***

Cloruro di sodio, NaCl, standard primario (58.445 u.m.a)

- 1) Prelevare il pesafiltri contenente cloruro di sodio dalla stufa a 110 °C, servendosi di un collarino di carta, (l'operazione deve essere eseguita prima di qualunque operazione in laboratorio) e alloggiarlo in essiccatore. L'operazione di pesata sarà eseguita dopo raffreddamento e velocemente per minimizzare il tempo di contatto del sale con l'umidità atmosferica.
- 2) Lavare un matraccio da 250 cm<sup>3</sup> prima con acqua di rubinetto e dopo con acqua bidistillata.
- 3) Pesare alla bilancia analitica, servendosi di un collarino di carta, un contenitore in vetro pulito e asciutto munito di tappo in plastica a tenuta (**riportare la pesata con 4 cifre decimali**).
- 4) Togliere il contenitore dal piatto della bilancia, sempre con il collarino di carta, e introdurre dal pesafiltri, con una spatola, nel contenitore una quantità di cloruro di sodio prossima a 0.30 g.
- 5) Pesare di nuovo il contenitore, servendosi sempre del collarino di carta: la differenza tra le due pesate dà l'esatta quantità di sale prelevata.
- 6) Solubilizzare la quantità di sale pesata con acqua bidistillata all'interno del contenitore in vetro. Si raccomanda di non tappare il contenitore e non far fuoriuscire la soluzione.
- 7) Servendosi di un imbuto, trasferire la soluzione nel matraccio evitando fuoriuscita di liquido e schizzi.
- 8) Senza togliere l'imbuto dal matraccio, lavare il contenitore in vetro con piccole porzioni di acqua bidistillata (5–6 volte) e trasferire le acque di lavaggio, attraverso l'imbuto, nel matraccio.
- 9) Sciacquare, infine, l'imbuto e aggiungere altra acqua bidistillata e portare il matraccio a volume che corrisponde a un livello del liquido tangente superiormente alla tacca del matraccio.
- 10) Tappare il matraccio, agitare ed etichettare (riportare la concentrazione della soluzione di NaCl).

La concentrazione di NaCl è ottenuta in accordo alla formula:

$$C_0 = (p/58.445 \text{ g/mol})/0.250 \text{ dm}^3$$

p = massa di cloruro di sodio pesata

P.M. (NaCl) = 58.445 g/mol

Il risultato è da **riportare con SOLO 4 cifre significative**. Es: 0,02056 M

N.B.

Si raccomanda, durante l'uso della soluzione di NaCl, di non lasciare il matraccio aperto, ma chiuderlo subito dopo l'uso (possibile contaminazione da sostanze estranee).

### **C) Controllo del titolo della soluzione di $\text{AgNO}_3$ con la soluzione di $\text{NaCl}$ (Metodo di Mohr)**

- 1) Lavare, condizionare e riempire una buretta da  $50.00 \text{ cm}^3$  con la soluzione di  $\text{AgNO}_3$  prestando attenzione all'eventuale presenza di bolle in corrispondenza del rubinetto. Laddove fossero presenti bolle di aria rimuoverle mediante fuoriuscita di soluzione. Dopo l'operazione di fuoriuscita, azzerare di nuovo la buretta.
- 2) Prelevare, con una pipetta tarata,  $20.00$  o  $25.00 \text{ cm}^3$  (in dipendenza del materiale in dotazione) della soluzione di  $\text{NaCl}$  e trasferirla in una beuta da  $200 \text{ cm}^3$ .
- 3) Aggiungere altra acqua bidistillata fino a un volume di circa  $100 \text{ cm}^3$  e aggiungere, inoltre, una punta di spatola di  $\text{KHCO}_3$  e agitare fino a completa dissoluzione del sale. Aggiungere, servendosi di un cilindro,  $2 \text{ cm}^3$  di indicatore rappresentato da una soluzione di  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5% (w/w). La soluzione assumerà una colorazione intensamente gialla.
- 4) Titolare con la soluzione di  $\text{AgNO}_3$  aggiungendola goccia a goccia e sotto vigorosa agitazione. Durante l'aggiunta si formerà  $\text{AgCl}$  solido di colore bianco in accordo alla reazione:



La sospensione a seguito di ciò assume un colore giallo brillante.

Al punto equivalente si osserverà una variazione di colore da giallo brillante a giallo ocra per formazione del precipitato rosso mattone di  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  in accordo alla reazione:



Arrestare l'aggiunta di titolante e annotare il volume di  $\text{AgNO}_3$  consumato per il viraggio dell'indicatore ( $V_T$ ,  $\text{cm}^3$ ), con **due cifre decimali** (Esempio: **21,50** oppure **23.55**  $\text{cm}^3$ ).

Calcolare la concentrazione di  $\text{AgNO}_3$  ( $C_T$ ) in accordo alla formula:

$$C_T = V_0 \times C_0 / V_T$$

$C_0$  = concentrazione molare della soluzione di  $\text{NaCl}$

$V_0$  = volume di soluzione di  $\text{NaCl}$  prelevato con la pipetta tarata ( $20.00$  o  $25.00 \text{ cm}^3$ )

Il risultato è da **riportare con SOLO 4 cifre significative**. Es: **0,02123 M**

Ripetere le suddette operazioni altre due volte avendo cura di controllare, volta per volta, il titolo della soluzione di  $\text{AgNO}_3$ ; valutare e confrontare i risultati. Se la deviazione massima dalla media superasse 1%, ripetere qualche titolazione.

Esempio 1: Risultati di 3 titolazioni:  $C_T$ : 0.02096 M, 0.02143 M, 0.02069 M


Valore medio:  $C_T = (0.02103 \pm 0.00034) \text{ M}$

Errore: 1.6% **Ripetere una titolazione !!!!!**

Esempio 2: Risultati di 3 titolazioni:  $C_T$ : 0.02074 M, 0.02065 M, 0.02088 M

Valore medio:  $C_T = (0.02077 \pm 0.0001) \text{ M}$

Errore: 0.5% **Risultato accurato**

	<b>UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI "FEDERICO II"</b>	<b>A.A. 2015/16</b>
	<b>CHIMICA ANALITICA I E LABORATORIO</b>	<b>Laurea triennale in CHIMICA INDUSTRIALE</b>
	<b>Esercitazione:</b> _____  <b>Studente:</b> _____ <b>matr.:</b> _____ <b>e-mail:</b> _____	Esercitazione n°

### Dati sperimentali

Peso contenitore:

Peso contenitore + cloruro di sodio:

Massa cloruro di sodio prelevata:

moli di cloruro di sodio prelevate:

Molarità soluzione NaCl ( $C_0$ ):

#### Titolazione 1

Volume soluzione NaCl prelevato:

moli di cloruro di sodio prelevate:

Volume  $AgNO_3$  per il viraggio indicatore:

Molarità soluzione  $AgNO_3$ :

#### Titolazione 2

Volume soluzione NaCl prelevato:

moli di cloruro di sodio prelevate:

Volume  $AgNO_3$  per il viraggio indicatore:

Molarità soluzione  $AgNO_3$ :

#### Titolazione 3

Volume soluzione NaCl prelevato:

moli di cloruro di sodio prelevate:

Volume  $AgNO_3$  per il viraggio indicatore:

Molarità soluzione  $AgNO_3$ :

#### Titolazione 4

Volume soluzione NaCl prelevato:

moli di cloruro di sodio prelevate:

Volume  $\text{AgNO}_3$  per il viraggio indicatore:

Molarità soluzione  $\text{AgNO}_3$ :

#### Titolazione 5

Volume soluzione NaCl prelevato:

moli di cloruro di sodio prelevate:

Volume  $\text{AgNO}_3$  per il viraggio indicatore:

Molarità soluzione  $\text{AgNO}_3$ :

#### Titolazione 6

Volume soluzione NaCl prelevato:

moli di cloruro di sodio prelevate:

Volume  $\text{AgNO}_3$  per il viraggio indicatore:

Molarità soluzione  $\text{AgNO}_3$ :

**Molarità soluzione di  $\text{AgNO}_3$  con relativa deviazione massima dalla media:**