	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 $\text{KMnO}_4$ 0.1 N (0.02 M)	Esercitazione n° 11

**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 soluzioni di  $\text{KMnO}_4$  formano un deposito nero !!**

***A) Preparazione di una soluzione di  $\text{KMnO}_4$  0.1 N (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) Pesare in un becher da 100 cm<sup>3</sup> circa 1.7–1.8 g di  $\text{KMnO}_4$  (158.03 u.m.a.).
- 3) Trasferire il solido pesato in un becher da 800 cm<sup>3</sup> e lavare con acqua bidistillata il becher utilizzato per la pesata trasferendo le acque di lavaggio nel becher da 800 cm<sup>3</sup> e aggiungere altra acqua bidistillata fino a raggiungere, approssimativamente, il volume di 600 cm<sup>3</sup>.
- 4) Agitare la soluzione con una bacchetta di vetro, coprire il becher con un vetro da orologio, di opportune dimensioni, e riscaldare su un becco Bunsen lasciando la soluzione in ebollizione per circa un'ora. Se durante l'ebollizione il volume della soluzione dovesse, significativamente, ridursi aggiungere altra acqua bidistillata fino a riportare il volume a circa quello di partenza.
- 5) Lasciare raffreddare la soluzione e filtrarla, fredda, direttamente nella bottiglia di vetro scuro servendosi di un imbuto di vetro intasato con lana di vetro.
- 6) 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  $\text{KMnO}_4$ ).

N.B.

Si raccomanda durante l'uso della soluzione di  $\text{KMnO}_4$  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.

### **B) Controllo del titolo della soluzione di $\text{KMnO}_4$ 0.1 N con ossalato di sodio**

Ossalato di sodio,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , standard primario (P.M. 134.00 u.m.a e P.E. 67.00 u.m.a.)

1) Prelevare il pesafiltri contenente il sale dalla stufa a  $110\text{ }^\circ\text{C}$ , 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) 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**).

3) Togliere il contenitore di vetro dal piatto della bilancia, sempre con il collarino di carta, e introdurre dal pesafiltri, con una spatola, nel contenitore una quantità di ossalato di sodio compresa tra 0.20 e 0.25 g.

4) Pesare di nuovo il contenitore, servendosi sempre del collarino di carta: la differenza tra le due pesate dà l'esatta quantità di sale prelevato.

5) Servendosi di un imbuto, trasferire il sale pesato in una beuta da  $200\text{ cm}^3$ . Senza togliere l'imbuto dalla beuta lavare il contenitore in vetro con piccole porzioni di acqua bidistillata (5–6 volte) e trasferire le acque di lavaggio nella beuta. **Si raccomanda di prestare attenzione nell'aver trasferito tutto il sale nella beuta.**

6) Lavare l'imbuto e aggiungere altra acqua bidistillata nella beuta fino a circa  $50\text{ cm}^3$ . Agitare per favorire il più possibile la dissoluzione dell'ossalato di sodio.

**N.B. Il solido non si sarà completamente solubilizzato.**

7) Servendosi di un cilindro, aggiungere nella beuta  $30\text{ cm}^3$  di  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 M e, agitare per bene per favorire la completa dissoluzione del sale. **Si raccomanda di assicurarsi che il sale si sia completamente solubilizzato prima di iniziare la titolazione.**

8) Lavare, condizionare e riempire la buretta con la soluzione di  $\text{KMnO}_4$  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.

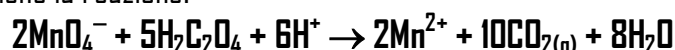
9) Aggiungere qualche goccia, oppure un certo volume, di soluzione di  $\text{KMnO}_4$  ( $1\text{--}2\text{ cm}^3$ ) nella beuta contenente la soluzione di ossalato di sodio. La soluzione assumerà una colorazione viola.

**N.B. Dopo questa operazione non azzerare la buretta in quanto il volume aggiunto deve essere considerato ai fini dei calcoli.**

10) Riscaldare la beuta a un becco Bunsen fino a scomparsa della colorazione viola e attendere, inoltre, ancora una decina di secondi prima di togliere la beuta dal Bunsen (**la beuta deve essere calda al tatto**).

11) Titolare, tempestivamente, la soluzione aggiungendo  $\text{KMnO}_4$  goccia a goccia e sotto vigorosa agitazione, fino a comparsa di una colorazione leggermente rosa persistente. Si consiglia di eseguire la titolazione ponendo un foglio di carta bianca sotto la beuta per esaltare maggiormente la colorazione rosa.

Durante la titolazione avviene la reazione:



Al punto equivalente si osserverà la comparsa di una colorazione rosa dovuta all'eccesso di soluzione di  $\text{KMnO}_4$  che non avrà reagito.

Annotare il volume di  $\text{KMnO}_4$  consumato per il viraggio ( $V_T$ ,  $\text{cm}^3$ ), con **due cifre decimali** (Esempio: 21.50 oppure 23.55  $\text{cm}^3$ ).

Calcolare la concentrazione di  $\text{KMnO}_4$  ( $N_T$ ) in accordo alla formula:

$$N_T = p \times 1000 / [P.E.(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \times V_T]$$

$p$  = massa di ossalato di sodio pesata

Il risultato è da **riportare con SOLO 4 cifre significative**. Es: 0,1023 N

Ripetere le suddette operazioni altre due volte avendo cura di controllare, volta per volta, il titolo della soluzione di  $\text{KMnO}_4$ ; valutare e confrontare i risultati. Se la deviazione massima dalla media superasse 1%, ripetere qualche titolazione.

Esempio 1: Risultati di 3 titolazioni:  $N_T$ : 0.1096 N, 0.1123 N, 0.1069 N


Valore medio:  $N_T = (0.1096 \pm 0.0027)$  N

Errore: 2.5% **Ripetere una titolazione !!!!!**

Esempio 2: Risultati di 3 titolazioni:  $N_T$ : 0.1074 N, 0.1065 N, 0.1081 N

Valore medio:  $N_T = (0.1073 \pm 0.0008)$  N

Errore: 0.7% **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>Esercitazione:</b> _____ _____ <b>Studente:</b> _____ <b>matr.:</b> _____ <b>e-mail:</b> _____	

### Dati sperimentali

#### Titolazione 1

Peso contenitore:

Peso contenitore + ossalato di sodio:

Massa ossalato di sodio prelevata:

Equivalenti di ossalato di sodio prelevati:

Volume  $\text{KMnO}_4$  per il viraggio:

Normalità soluzione  $\text{KMnO}_4$ :

#### Titolazione 2

Peso contenitore:

Peso contenitore + ossalato di sodio:

Massa ossalato di sodio prelevata:

Equivalenti di ossalato di sodio prelevati:

Volume  $\text{KMnO}_4$  per il viraggio:

Normalità soluzione  $\text{KMnO}_4$ :

#### Titolazione 3

Peso contenitore:

Peso contenitore + ossalato di sodio:

Massa ossalato di sodio prelevata:

Equivalenti di ossalato di sodio prelevati:

Volume  $\text{KMnO}_4$  per il viraggio:

Normalità soluzione  $\text{KMnO}_4$ :

#### Titolazione 4

Peso contenitore:

Peso contenitore + ossalato di sodio:

Massa ossalato di sodio prelevata:

Equivalenti di ossalato di sodio prelevati:

Volume  $\text{KMnO}_4$  per il viraggio:

Normalità soluzione  $\text{KMnO}_4$ :

#### Titolazione 5

Peso contenitore:

Peso contenitore + ossalato di sodio:

Massa ossalato di sodio prelevata:

Equivalenti di ossalato di sodio prelevati:

Volume  $\text{KMnO}_4$  per il viraggio:

Normalità soluzione  $\text{KMnO}_4$ :

#### Titolazione 6

Peso contenitore:

Peso contenitore + ossalato di sodio:

Massa ossalato di sodio prelevata:

Equivalenti di ossalato di sodio prelevati:

Volume  $\text{KMnO}_4$  per il viraggio:

Normalità soluzione  $\text{KMnO}_4$ :

**Normalità soluzione di  $\text{KMnO}_4$  con relativa deviazione massima dalla media:**