	UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI "FEDERICO II"	A.A. 2015/16
	CHIMICA ANALITICA I E LABORATORIO	Laurea triennale in CHIMICA INDUSTRIALE
	Determinazione della percentuale di perossido di idrogeno, H_2O_2 , in un campione incognito mediante titolazione con $KMnO_4$	Esercitazione n° 12

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 $KMnO_4$ formano un deposito nero !!

A) Preparazione della soluzione per l'analisi

- 1) Lavare un matraccio da 250 cm³ prima con acqua di rubinetto e dopo con acqua bidistillata.
- 2) Lavare una pipetta tarata da 25.00 cm³ prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata.
- 3) Prelevare, con la pipetta tarata, 25.00 cm³ della soluzione incognita contenente perossido di idrogeno a concentrazione incognita e trasferirli nel matraccio da 250 cm³. Si raccomanda di far scorrere la soluzione dalla pipetta lentamente per evitare che il liquido resti aderito alle pareti della pipetta prelevando, così, un volume errato.
- 4) Aggiungere acqua bidistillata portando il matraccio a volume che corrisponde a un livello del liquido tangente superiormente alla tacca del matraccio.
- 5) Tappare il matraccio e agitare bene per favorire l'omogeneità della soluzione.

B) Determinazione della concentrazione di perossido di idrogeno, H_2O_2 , con la soluzione di $KMnO_4$

- 1) Lavare la pipetta tarata precedentemente adoperata prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata.
- 2) Prelevare, con la pipetta tarata, 25.00 cm³ della soluzione di perossido di idrogeno, contenuta nel matraccio, e trasferirli in una beuta da 200 cm³. Si raccomanda di far scorrere la soluzione dalla pipetta lentamente per evitare che il liquido resti aderito alle pareti della pipetta prelevando, così, un volume errato.
- 3) Lavare le pareti della beuta con acqua bidistillata, fino a un volume di 50 cm³.
- 4) Aggiungere alla soluzione, contenuta nella beuta, con un cilindro graduato, 30 cm³ di H_2SO_4 2 M e agitare bene per favorire l'omogeneità della soluzione.
- 5) Lavare, condizionare e riempire la buretta con la soluzione di $KMnO_4$ 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.

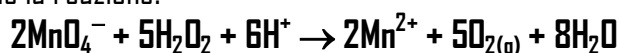
6) Aggiungere qualche goccia, oppure un certo volume, di soluzione di KMnO_4 (1–2 cm^3) nella beuta contenente la soluzione. La soluzione assumerà una colorazione viola.

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

7) 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**).

8) Titolare, tempestivamente, la soluzione aggiungendo 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 KMnO_4 che non avrà reagito.

Annotare il volume di KMnO_4 consumato per il viraggio (V_T , cm^3), con **due cifre decimali** (Esempio: 21,50 oppure 23,55 cm^3).

Calcolare la concentrazione di H_2O_2 (N) in accordo alla formula:

$$N = (N_T \times V_T / 1000) \times 10 / 0.025 \text{ dm}^3$$

N_T = Normalità della soluzione di KMnO_4

10 è il fattore di diluizione (25 $\text{cm}^3 \rightarrow 250 \text{ cm}^3$) nella preparazione della soluzione incognita per l'analisi.

Esprimere il risultato anche in % di H_2O_2 che si ottiene in accordo alla formula:

$$\% \text{H}_2\text{O}_2 = ((N \times 17.008 \text{ g/eq}) / 1000 \text{ g}) \times 100 \text{ (ammettere che la soluzione abbia densità pari a 1)}$$

$$\text{P.E.}(\text{H}_2\text{O}_2) = 17.008 \text{ g/eq}$$

Il risultato è da **riportare con SOLO 3 cifre significative**. Es: 0,253 % oppure 1,28 %

Ripetere le suddette operazioni altre due volte avendo cura di controllare, volta per volta, il titolo della soluzione di KMnO_4 ; valutare e confrontare i risultati. Se la deviazione massima dalla media superasse 1%, ripetere qualche titolazione.

Esempio I: Risultati di 3 titolazioni: % H_2O_2 : 0.252 %, 0.263 %, 0.274 %

$$\text{Valore medio: \% H}_2\text{O}_2 = (0.263 \pm 0.011) \%$$

Errore: 4.2% **Ripetere una titolazione !!!!!**

Esempio I: Risultati di 3 titolazioni: % H_2O_2 : 0.266 %, 0.265 %, 0.268 %

$$\text{Valore medio: \% H}_2\text{O}_2 = (0.266 \pm 0.002) \%$$

Errore: 0.7% **Risultato accurato**

Commercialmente il titolo delle soluzioni di H_2O_2 è espresso in "volumi" che rappresenta la quantità, misurata in dm^3 , di O_2 gassoso liberato da 1 dm^3 di H_2O_2 in accordo alla reazione:



Dalla reazione, bilanciata, si osserva che:

$$n(\text{O}_2) = (1/2) \times n(\text{H}_2\text{O}_2)$$

Ammettendo che O_2 si comporti da gas ideale, o perfetto, si ha:

$$V(\text{O}_2) = [\% \text{H}_2\text{O}_2 \times (22.414 \text{ dm}^3 \times \text{mol}^{-1}) / (2 \times \text{P.M.}(\text{H}_2\text{O}_2))] \times 10$$

dove:

$22.414 \text{ dm}^3 \times \text{mol}^{-1}$ rappresenta il volume occupato da 1 mole di gas ideale, in STP (1 atm e 273.15 K)

Il risultato è da **riportare con SOLO 3 cifre significative**. Es: 0.255 dm^3 oppure 1.23 dm^3

Esempio I: Risultati di 3 titolazioni: $V(\text{O}_2)$: 0.840 dm^3 , 0.836 dm^3 , 0.853 dm^3


$$\text{Valore medio: } V(\text{O}_2) = (0.843 \pm 0.01) \text{ dm}^3$$

Errore: 1.2% **Ripetere una titolazione !!!!!**

Esempio I: Risultati di 3 titolazioni: $V(\text{O}_2)$: 0.841 dm^3 , 0.849 dm^3 , 0.843 dm^3

$$\text{Valore medio: } V(\text{O}_2) = (0.844 \pm 0.005) \text{ dm}^3$$

Errore: 0.6% **Risultato accurato**

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

Dati sperimentali

Titolazione 1

Volume soluzione incognita diluita prelevato:

Normalità soluzione KMnO_4 :

Volume KMnO_4 per il viraggio:

% H_2O_2 nel campione incognito:

$V(\text{O}_2)$ nel campione incognito:

Titolazione 2

Volume soluzione incognita diluita prelevato:

Normalità soluzione KMnO_4 :

Volume KMnO_4 per il viraggio:

% H_2O_2 nel campione incognito:

$V(\text{O}_2)$ nel campione incognito:

Titolazione 3

Volume soluzione incognita diluita prelevato:

Normalità soluzione KMnO_4 :

Volume KMnO_4 per il viraggio:

% H_2O_2 nel campione incognito:

$V(\text{O}_2)$ nel campione incognito:

Titolazione 4

Volume soluzione incognita diluita prelevato:

Normalità soluzione KMnO_4 :

Volume KMnO_4 per il viraggio:

% H_2O_2 nel campione incognito:

$V(\text{O}_2)$ nel campione incognito:

Titolazione 5

Volume soluzione incognita diluita prelevato:

Normalità soluzione KMnO_4 :

Volume KMnO_4 per il viraggio:

% H_2O_2 nel campione incognito:

$V(\text{O}_2)$ nel campione incognito:

Titolazione 6

Volume soluzione incognita diluita prelevato:

Normalità soluzione KMnO_4 :

Volume KMnO_4 per il viraggio:

% H_2O_2 nel campione incognito:

$V(\text{O}_2)$ nel campione incognito:

% H_2O_2 nel campione incognito, con relativa deviazione massima dalla media:

$V(\text{O}_2)$ nel campione incognito, con relativa deviazione massima dalla media: