	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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N (0.1 M)	Esercitazione n° 13

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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ formano un deposito nero !!

A) Preparazione di una soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N (0.1 M)

- 1) Lavare un becher da 800 cm³ prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata e riempirlo con acqua bidistillata fino a circa 600 cm³.
- 2) Coprire il becher con un vetro da orologio, di opportune dimensioni, e riscaldare su un becco Bunsen lasciando l'acqua in ebollizione per circa mezz'ora.
- 3) Raffreddare l'acqua sotto un debole flusso di gas inerte (N_2 oppure Ar). Per aiutarsi in questa fase è consigliato immergere il becher in un bagno di acqua e ghiaccio.
- 4) Lavare una bottiglia di vetro scuro da 1 dm³ o da 500 cm³ (in dipendenza del materiale in dotazione) prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata.
- 5) Pesare in un becher da 100 cm³ circa 8.0 g di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (248.19 u.m.a.).
- 6) Versare parte dell'acqua, bollita e raffreddata, nel becher contenente il sale e scioglierlo.
- 7) Lavare un imbuto di opportune dimensioni prima con acqua di rubinetto e poi con acqua bidistillata e dopo averlo inserito sulla bottiglia di vetro scuro, trasferire la soluzione contenuta nel becher.
- 8) Senza togliere l'imbuto dalla bottiglia, lavare il becher con piccole porzioni di acqua (5–6 volte) e trasferire le acque di lavaggio nella bottiglia.
- 9) Togliere l'imbuto dalla bottiglia e aggiungere una punta di spatola di Na_2CO_3 nonché, servendosi di un cilindro graduato oppure di una pipetta graduata, 5 cm³ di alcol isobutilico (isobutanolo).
- 10) Aggiungere altra acqua bidistillata fino a un volume finale di 300 cm³. Si consiglia per quest'ultima operazione di fermarsi un po' sopra della metà della capacità della bottiglia di vetro scuro se fosse da 500 cm³ oppure a circa un terzo della capacità se fosse da 1 dm³.
- 11) 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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

N.B.

Si raccomanda durante l'uso della soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 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.

B) Controllo del titolo della soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1 N con iodato di potassio

Iodato di potassio, KIO_3 , standard primario (P.M. = 214.02 u.m.a; e P.E. (P.M./6) = 35.67 u.m.a.)

- 1) Prelevare il pesafiltri contenente il sale 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) 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 iodato di potassio intorno a 0.10 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 a tappo smeriglio** da 300 cm³. 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 cm³. Agitare per favorire la dissoluzione del sale.
- 7) Aggiungere, con un cilindro graduato, 20 cm³ di H_2SO_4 5 M e agitare bene per rendere la soluzione omogenea.
- 8) Pesare in un piccolo becher, pulito e asciutto, circa 1–2 g di NaHCO_3 e trasferirli lentamente nella beuta contenente la soluzione di iodato acido. Agitare la soluzione fino a scomparsa dell'effervescenza e tappare la beuta.
- 9) Pesare in un piccolo becher, pulito e asciutto, circa 3 g di KI e trasferirli rapidamente nella beuta. Chiudere subito la beuta con il tappo (evitare l'ingresso di ossigeno dall'aria) e agitare. La soluzione assumerà una colorazione rosso-bruna.
- 10) Lasciare riposare il contenuto della beuta per circa 5 minuti al buio, sotto il cassetto, per consentire allo iodato di reagire completamente con lo ioduro.

La reazione di ossido-riduzione alla base della prima parte dell'esercitazione è:



In accordo alla reazione, sarà prodotta una quantità esattamente nota di I_3^- in quanto KIO_3 aggiunto alla soluzione è pesato esattamente e, inoltre, è una sostanza madre.

In particolare si ha:

$$\text{eq}(\text{I}_3^-) = \text{eq}(\text{IO}_3^-) = (\text{g}(\text{KIO}_3)/35.67 \text{ g/eq})$$

11) Lavare, condizionare e riempire la buretta con la soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 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.

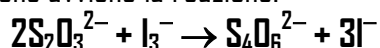
12) Titolare la soluzione nella beuta con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ aggiungendo la soluzione goccia a goccia e agitando bene per favorire l'omogeneità della soluzione.

13) Arrestare l'aggiunta di titolante a comparsa di una colorazione giallo paglierino (giallo tenue).

14) Aggiungere alla soluzione 2 cm^3 di indicatore salda d'amido che impartisce una colorazione blu intensa.

15) Continuare con l'aggiunta di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ cautamente fino al viraggio da blu a incolore. Si raccomanda di agitare vigorosamente la soluzione tra un'aggiunta e l'altra in quanto il viraggio è netto senza passare a colorazioni intermedie.

Durante la seconda parte della titolazione avviene la reazione:



Al punto equivalente si osserverà la decolorazione dell'indicatore in quanto quest'ultimo è specifico per I_2 che, ovviamente, ha completamente reagito.

Annotare il volume di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ consumato per il viraggio dell'indicatore (V_T , cm^3), con **due cifre decimali** (Esempio: 21,50 oppure 23,55 cm^3).

Calcolare la concentrazione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (N_T) in accordo alla formula:

$$N_T = p \times 1000 / [\text{P.E.}(\text{KIO}_3) \times V_T]$$

p = massa di iodato di potassio 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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; 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**

	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

Peso contenitore:
 Peso contenitore + iodato di potassio:
 Massa iodato di potassio prelevata:
 Equivalenti di iodato di potassio prelevati:
 Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ per il viraggio dell'indicatore:
 Normalità soluzione $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

Titolazione 2

Peso contenitore:
 Peso contenitore + iodato di potassio:
 Massa iodato di potassio prelevata:
 Equivalenti di iodato di potassio prelevati:
 Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ per il viraggio dell'indicatore:
 Normalità soluzione $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

Titolazione 3

Peso contenitore:
 Peso contenitore + iodato di potassio:
 Massa iodato di potassio prelevata:
 Equivalenti di iodato di potassio prelevati:
 Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ per il viraggio dell'indicatore:
 Normalità soluzione $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

Titolazione 4

Peso contenitore:

Peso contenitore + iodato di potassio:

Massa iodato di potassio prelevata:

Equivalenti di iodato di potassio prelevati:

Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ per il viraggio dell'indicatore:

Normalità soluzione $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

Titolazione 5

Peso contenitore:

Peso contenitore + iodato di potassio:

Massa iodato di potassio prelevata:

Equivalenti di iodato di potassio prelevati:

Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ per il viraggio dell'indicatore:

Normalità soluzione $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

Titolazione 6

Peso contenitore:

Peso contenitore + iodato di potassio:

Massa iodato di potassio prelevata:

Equivalenti di iodato di potassio prelevati:

Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ per il viraggio dell'indicatore:

Normalità soluzione $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

Normalità soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ con relativa deviazione massima dalla media: