

PROCEDURE DI LABORATORIO: PREPARAZIONE E STANDARDIZZAZIONE SOLUZIONE KMnO_4 0,1 N

Introduzione:

Le analisi strumentali elettrochimiche (pH-metria, potenziometria, conduttimetria, etc.) utilizzano soluzioni a titolo noto ottenute da standard primari. Anche moltissime analisi spettrofotometriche hanno bisogno di utilizzare soluzioni che rispondono a tali requisiti.

Per poter avere il risultato analitico che più si avvicini al valore vero, è necessario innanzitutto effettuare più prove, il più possibile nelle stesse condizioni, in modo da mediare i risultati ottenuti, affinché l'errore relativo percentuale sia il più basso possibile.

A questo scopo, per poter eseguire più prove sull'analita in esame, si fa uso di due strumenti quali la pipetta ed il matraccio, recipienti in vetro speciale opportunamente tarati. I loro volumi sono assai diversi; nelle operazioni analitiche i volumi più spesso utilizzati sono 50 ml per la pipetta, 250 ml per il matraccio. Fondamentale è, prima di ogni altra operazione, la cosiddetta taratura reciproca pipetta-matraccio. Questa operazione si esegue una volta per tutte quando si debba effettuare una serie di analisi. Lo scopo è quello di verificare se il volume del matraccio è esattamente multiplo del contenuto della pipetta che serve a prelevare le aliquote per l'analisi.

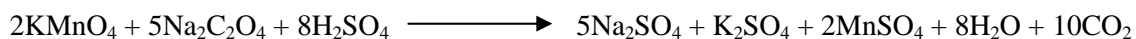
Materiale occorrente:

- Matraccio tarato da 1000 ml
- Acqua distillata
- Acido solforico concentrato
- KMnO_4 solido
- Ossalato sodico solido

Procedimento e titolazione con ossalato sodico:

Come l'idrossido di sodio anche il permanganato di potassio non è uno standard primario e deve essere quindi standardizzato ricorrendo ad uno standard primario che è l'ossalato di sodio al 99.95 % essiccato a 120 °C sino a peso costante (PM 133,98). Si pesano 3,2 g di KMnO_4 e si sciolgono in un litro di acqua: si fa bollire la soluzione per 15-20 minuti per distruggere le sostanze ossidabili inevitabilmente presenti e, dopo raffreddamento, si filtra attraverso lana di vetro. Si ottiene così una soluzione di KMnO_4 approssimativamente 0,1 N che viene poi titolata.

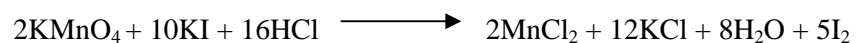
Si pesano esattamente circa 0,25 g di ossalato e si sciolgono in 150-200 ml di acqua. Si aggiungono 10 ml di H₂SO₄ (1:4), si riscalda a 65-67 °C e si fa gocciolare da una buretta il permanganato, sempre agitando, fino a colorazione rosea che persista per almeno 20-30 secondi. Si ha la reazione:



Dapprincipio la reazione è lenta, cioè le prime gocce di KMnO₄ si scolorano lentamente; poi, man mano che si formano gli ioni Mn⁺⁺, che fungono da catalizzatori, la velocità di reazione aumenta.

Procedimento e titolazione con tiosolfato di sodio:

Si sciolgono 3-4 g di KI in 50-60 ml di acqua, si aggiungono 2 ml di HCl conc. e 25 ml di KMnO₄. Si diluisce con 150-200 ml di acqua e dopo qualche minuto si titola lo iodio liberato dal KMnO₄ con Na₂S₂O₃ 0,1 N, secondo la reazione:



Ricordarsi di aggiungere, prima del punto finale, 5 ml di salda d'amido (viraggio da blu a incolore).

1 ml di Na₂S₂O₃ 0,1 N corrisponde a 1 ml di KMnO₄ 0,1 N