

PREPARAZIONE E STANDARDIZZAZIONE DI UNA SOLUZIONE 0.1 N di NaOH

Introduzione

L'idrossido di sodio non è uno standard primario perché è igroscopico e assorbe anidride carbonica, ma se ne può ottenere una soluzione a titolo noto utilizzando per la sua standardizzazione lo standard primario ftalato acido di potassio. Prima di determinarne il titolo, occorre preparare una soluzione di NaOH circa 0.1 N.

1. Preparazione della soluzione

Materiale occorrente

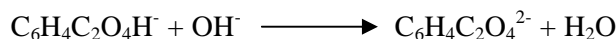
- Vetrino da orologio
- Bottiglia
- NaOH pastiglie
- Acqua distillata

Procedimento

Si pesano circa 8,0 g di NaOH su di un vetrino da orologio con una bilancia tecnica. Si versano in apposita bottiglia pulita, si aggiungono circa 2 litri di acqua distillata, si tappa e si agita a lungo fino a completa dissoluzione dell'idrossido di sodio.

2. Standardizzazione potenziometrica

La standardizzazione della soluzione di idrossido di sodio così preparata viene effettuata utilizzando, come detto in precedenza, lo ftalato acido di potassio (PM. 204,23):



Materiale occorrente

- Un vetrino da orologio
- imbuto a gambo corto
- spatola
- matraccio tarato da 250 mL
- pipetta tarata
- beuta da 250 mL
- buretta da 50 mL
- ancoretta magnetica
- agitatore magnetico
- pHmetro
- ftalato acido di potassio (negli essiccatori in sala bilance)
- soluzione 0, 1 N ca. di NaOH.

Prima di procedere alla titolazione è necessario tarare il pHmetro.

Taratura pHmetro.

Eeguire l'operazione di taratura a due standard consente anche di determinare la pendenza effettiva dell'elettrodo, in modo da non dover usare necessariamente il valore teorico k , pari al valore Nernstiano ($RT/F \log(0059 \text{ 1597 V a } 25^\circ\text{C})$). La pendenza effettiva, infatti può essere anche significativamente diversa dalla pendenza Nernstiana, specialmente se l'elettrodo è vecchio.

- Predisporre due soluzioni tampone: una a pH 7.00 (A) e l'altra a pH 4.00 (B)

- Versare in un becker (pulito e asciutto) un quantitativo di soluzione tampone A, sufficiente a immergere l'elettrodo a vetro combinato.
ATTENZIONE a non far prendere colpi al bulbo, la membrana si può danneggiare irrimediabilmente.
- Accertarsi che sullo strumento sia disinserito il tasto "MEASURE" e che sia selezionata la scala "pH" (ATTENZIONE il procedimento non sempre è uguale per tutti gli strumenti)
- Sciacquare bene gli elettrodi con acqua distillata (usare la spruzzetta) e asciugarli delicatamente con carta assorbente
- Immergere gli elettrodi nella soluzione tampone, sotto agitazione e rilevare il pH (premendo il tasto "MEASURE") quando la lettura risulta costante; se il valore è letto differisce da quello corretto (pH 7.00) utilizzare la manopola "STANDARDIZE" per far coincidere la lettura con il valore teorico
- Versare in un secondo becker pulito ed asciutto la soluzione tampone B e immergere gli elettrodi (dopo accurato risciacquo e blanda asciugatura) ed effettuare una seconda lettura di pH. Far coincidere il valore letto col valore corretto (pH 4,00) utilizzando questa volta la manopola "SLOPE"
- Ripetere l'intera procedura
- A questo punto non è più necessario intervenire sulle manopole "STANDARDIZE" e "SLOPE" e l'apparato è pronto per essere utilizzato.

AVVERTENZE Sciacquare bene gli elettrodi, fra una misura e l'altra, con la spruzzetta, e asciugarli delicatamente con carta assorbente.

Titolazione potenziometrica della soluzione di NaOH:

Si pesano esattamente circa 2,0 g di ftalato acido di potassio, precedentemente seccato in stufa a 120 °C, su di un vetrino di orologio.

Si introduce questa quantità nel matraccio da 250 mL tramite un imbuto a gambo corto aiutandosi con la spatola. Si lavano accuratamente, con la spruzzetta piena di acqua distillata, il vetrino di orologio, l'imbuto e la spatola usata e poi si porta a volume. Si agita energicamente per omogeneizzare la soluzione. Si prelevano 50 mL della soluzione così preparata con la pipetta utilizzando un beaker da 250 mL come contenitore.

Si immerge nella soluzione l'elettrodo a vetro avendo cura che sia immerso anche il seto poroso (eventualmente diluire con acqua demineralizzata) e si titola con NaOH, avendo cura di proseguire nell'aggiunta ben oltre il punto equivalente, e cioè apprezzare la brusca variazione di pH. Ripetere la procedura almeno due volte. Riportare in grafico i valori di pH contro il volume di NaOH aggiunto, determinare il punto di equivalenza e calcolare la concentrazione della soluzione di NaOH come media delle determinazioni eseguite.

3. Standardizzazione conduttimetrica della soluzione di NaOH

Il parametro conducibilità specifica k ($\Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$) rappresenta le proprietà di trasporto globali di una soluzione elettrolitica e dipende dalle mobilità u ($u =$ velocità sotto gradiente di potenziale unitario, in. $(\text{cm/s})/(\text{V/cm})$) degli ioni componenti la soluzione elettrolitica e dalla loro concentrazione, oltre che dalla temperatura.

Per poter eseguire misure accurate è perciò necessario termostatare, o almeno apportare l'appropriata correzione di temperatura che può essere fatta sia manualmente, sia strumentalmente, tramite la rilevazione della temperatura del campione mediante una sonda termometrica.

Titolazione conduttimetrica

Prelevare con la pipetta da 50 mL un'aliquota della soluzione di ftalato acido preparata precedentemente e trasferirla in un beaker da 500 mL; aggiungere acqua distillata fino a 400 mL circa. Immergere l'ancoretta magnetica e la cella conduttimetrica nella soluzione e titolare aggiungendo 2 mL di soluzione di NaOH alla volta; proseguire con le aggiunte ben oltre il punto di equivalenza.

Ripetere la titolazione almeno due volte.

Riportare in grafico i valori di conduttanza contro il volume di NaOH aggiunto, determinare il punto di equivalenza e calcolare il titolo della soluzione di NaOH come media delle determinazioni eseguite.

Poiché la variazione di volume totale della soluzione è trascurabile non è necessario correggere i valori di conducibilità per il fattore:

$$f = (V+v)/V$$

dove V = volume iniziale e v = volume totale di reagente aggiunto