

Standardizzazione delle soluzioni di permanganato con ossalato di sodio



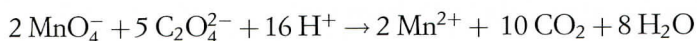
2 ore

IN SINTESI

Si effettuano titolazioni con KMnO_4 di quantità note di $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ prelevate da una soluzione standard oppure pesate accuratamente.

A PROPOSITO DI...

La standardizzazione sfrutta la seguente reazione condotta in ambiente acido:



La reazione è lenta a temperatura ambiente, mentre è nettamente più veloce a temperature maggiori (specie oltre i 60°C). Inoltre, viene catalizzata dallo ione Mn^{2+} che si forma, e quindi la velocità di reazione aumenta a mano a mano che la stessa procede. È opportuno attendere che la reazione si inneschi per procedere poi più speditamente alla titolazione.

STRUMENTI DI LAVORO

- beuta da 250 mL
- Bunsen, sostegno e reticella
- termometro
- buretta da 50 mL di vetro scuro
- cilindro da 50 mL
- pipetta tarata da 20 mL con propipetta
- bilancia analitica
- vetro d'orologio
- stufa

MATERIALI E SOSTANZE

- soluzione di H_2SO_4 3,5 M in acqua di grado analitico
- soluzione di KMnO_4 0,1 N
- soluzione standard di $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1 N
- $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ solido, puro per analisi
- acqua di grado analitico



Standardizzazione di aliquote della soluzione standard di ossalato

PROCEDIMENTO

- Predisporre la buretta con la soluzione di KMnO_4 .
- Prelevare con la pipetta 20 mL di soluzione standard di ossalato, versarli in una beuta da 250 mL, aggiungere 50 mL di acqua di grado analitico e 20 mL di H_2SO_4 3,5 M.
- Riscaldare la soluzione nella beuta fino a temperature di poco superiori a 60°C .
- Aggiungere qualche goccia di soluzione di KMnO_4 , lentamente, agitando e aspettando che il colore rosa scompaia.
- Procedere poi più speditamente nella titolazione, agitando di continuo la soluzione nella beuta (il Bunsen deve essere tenuto a fiamma bassa, oppure spento; la temperatura, però, non deve scendere sotto i 60°C).
- Nel corso della titolazione, eventualmente lavare le pareti della beuta se sono presenti gocce di KMnO_4 non reagito.
- Il punto di fine titolazione si ha quando si nota un colore rosa pallido, persistente per oltre mezzo minuto.
- Ripetere la titolazione almeno 3 volte.



Alcuni autori ritengono che a temperature superiori a 60°C , $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ possa decomporsi.

... PER CONCLUDERE

Calcolare la media e l'intervallo di incertezza delle concentrazioni di KMnO_4 ottenute in ciascuna titolazione.

B] Titolazione di quantità pesate di ossalato

PROCEDIMENTO

- Predisporre la buretta con la soluzione di KMnO_4 .
- Essiccare l'ossalato di sodio in stufa a 105°C , per circa 2 ore, poi raffreddare e conservare nell'essiccatore.
- Eseguire i calcoli per definire la quantità di ossalato da pesare.
- Pesare l'ossalato su vetro d'orologio, trasferendo poi quantitativamente il sale nella beuta. Sciogliere in circa 40 mL di acqua di grado analitico e aggiungere 30 mL di 3,5 M.
- Titolare come descritto nel procedimento A.
- Effettuare diverse titolazioni (almeno 3).

... PER CONCLUDERE

Calcolare la media e l'intervallo di incertezza delle concentrazioni di KMnO_4 ottenute in ciascuna titolazione.

DOMANDE

- Quale, tra i due procedimenti, **A** e **B**, consente una migliore precisione?
- Sai scrivere la reazione di ossidoriduzione completa, in forma molecolare, tra permanganato di potassio e ossalato di sodio in soluzione acida per acido solforico?
- Quanti equivalenti di acido solforico sono stati consumati, in media, nelle titolazioni effettuate?



IN SINTESI

Si preparano le soluzioni di KMnO_4 e di $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$: quest'ultimo è lo standard primario che serve per standardizzare la soluzione di permanganato.

A] Preparazione della soluzione di KMnO_4 circa 0,1 N

A PROPOSITO DI ...

In genere KMnO_4 non è mai così puro da consentire la preparazione di soluzioni standard a partire dalla semplice pesata del sale, anche perché nella soluzione appena preparata possono trovarsi tracce di composti organici, particelle di polvere ossidabili e soprattutto piccole quantità di MnO_2 come impurezze o come prodotto delle reazioni di ossidazione delle sostanze riducenti presenti nell'acqua.

Dato che MnO_2 agisce da catalizzatore nei confronti delle reazioni di ossidazione (anche l'acqua può essere ossidata) ed è un prodotto di tali reazioni, ne risulta un processo autocatalitico, ovvero il prodotto della reazione catalizza l'ulteriore decomposizione del permanganato. Le reazioni di ossidazione dell'acqua sono catalizzate anche da luce, calore, acidi, basi, presenza di ione Mn^{2+} .

Per eliminare la presenza di MnO_2 , che è una delle cause principali di instabilità delle soluzioni di permanganato, è bene procedere a una filtrazione su lana di vetro (non con filtro di carta, che è un materiale ossidabile), ma non prima di aver lasciato a riposo la soluzione appena preparata per alcuni giorni, in modo da permettere l'ossidazione delle eventuali sostanze presenti nell'acqua (processo che viene reso più veloce portando la soluzione all'ebollizione).

La soluzione preparata va trasferita in bottiglie di vetro scuro e deve essere poi standardizzata.

Dato che il permanganato di solito viene utilizzato, per fini analitici, in ambiente acido (dove si riduce a Mn^{2+}):

$$Z = 5 \text{ eq} \cdot \text{mol}^{-1}$$

e quindi:

$$\text{ME} (\text{KMnO}_4) = \text{MM}/5$$

STRUMENTI DI LAVORO

- bilancia tecnica
- becher da 50 mL
- bottiglia di vetro scuro
- imbuto di vetro \varnothing 10 cm
- cilindro graduato da 1 L
- becher da 2 L

- lana di vetro
- bunsen, sostegno e reticella

MATERIALI E SOSTANZE

- KMnO_4 solido
- acqua di grado analitico



PROCEDIMENTO

- Per preparare 1 L di soluzione circa 0,1 N (da utilizzare in reazioni in ambiente acido), pesare circa 3,2 g di KMnO_4 , direttamente nel becher da 50 mL.
- Versare 1 L di acqua di grado analitico nel cilindro graduato.
- Sciogliere il sale, aggiungendo aliquote di acqua di grado analitico prelevata dal cilindro e trasferendo quantitativamente la soluzione ottenuta nel becher da 2 L.
- Riscaldare e portare all'ebollizione, che va mantenuta per circa 1 ora.
- Coprire e lasciar riposare per una notte.
- Filtrare con lana di vetro pressata leggermente in imbuto di vetro e trasferire in bottiglia di vetro scuro.
- Conservare al buio.

DOMANDE

- Sai scrivere le semireazioni di riduzione del permanganato in ambiente acido e in ambiente neutro?
- Perché la carta è ossidabile dal KMnO_4 ?
- Quale massa di $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ occorre pesare accuratamente circa per preparare 500 mL di una soluzione standard di acido ossalico 0,1 N?

B] Preparazione della soluzione standard di $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ circa 0,1 N**A PROPOSITO DI ...**

L'ossalato di sodio è un ottimo standard primario con caratteristiche riducenti, perché è reperibile puro e anidro e può essere manipolato senza particolari problemi (si tenga presente però la tossicità dell'ossalato, e dell'acido ossalico in particolare).

Nella reazione con KMnO_4 , l'ossalato viene ossidato a CO_2 , quindi:

$$Z = 2 \text{ eq} \cdot \text{mol}^{-1}$$

e

$$\text{ME} = \frac{\text{MM}}{2}$$

**STRUMENTI DI LAVORO**

- bilancia analitica
- matraccio tarato da 500 mL
- stufa
- essiccatore

- becher da 50 mL

MATERIALI E SOSTANZE

- $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ solido, puro
- acqua di grado analitico

**PROCEDIMENTO**

- Mettere l'ossalato in stufa a 110°C per circa 2 ore.
- Raffreddare in essiccatore.
- Per preparare 500 mL di soluzione 0,1 N di ossalato, pesare accuratamente circa 3,4 g di $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.
- Trasferire quantitativamente in matraccio tarato da 500 mL con acqua di grado analitico e portare a volume. Agitare.
- Conservare in bottiglia di politene.

... PER CONCLUDERE

Calcolare la concentrazione in base alla massa effettivamente pesata.