

Titolazione di una soluzione di $\text{KMnO}_4 \sim 0,1 \text{ N}$

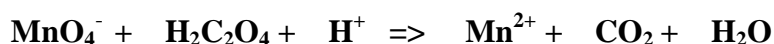
ATTENZIONE:

- **Utilizzare camice, occhiali e guanti**
- **Tutti i rifiuti della prova devono essere messi negli appositi contenitori**

Vi viene consegnata una soluzione di $\text{KMnO}_4 \sim 0,1 \text{ N}$ che deve essere standardizzata con **ossalato di sodio**.

- Pesare esattamente una quantità di $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ compresa tra $0,15 \div 0,25$ grammi in tre beker distinti (o beute) (il sale è stato essiccato in stufa per almeno un'ora a 110°C).
- Aggiungere a ciascun campione circa 80 mL di acqua e 20 mL di acido solforico 1 : 4.
- Iniziare a sgocciolare la soluzione di KMnO_4 e interrompere la titolazione dopo aver aggiunto $1 \div 2$ mL di permanganato.
- Scaldare il campione fino a 60°C .
- Continuare a titolare, agitando, fino ad ottenere una colorazione rosa persistente per almeno 30 secondi, dovuta all'eccesso di permanganato.

In soluzione acida il permanganato di potassio ossida l'acido ossalico a diossido di carbonio ed acqua secondo la reazione:



(La reazione deve essere bilanciata!)

Questa reazione procede lentamente anche ad elevata temperatura. Pertanto ci vogliono diversi secondi per decolorare le prime aggiunte di permanganato. Non appena la quantità di Mn^{2+} diventa apprezzabile, la reazione procede rapidamente poiché Mn^{2+} è un catalizzatore di questa reazione.

- Risalire al titolo dalla soluzione di KMnO_4 calcolando la normalità con le tre pesate effettuate e facendo la media.

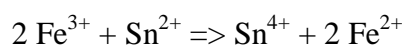
Determinazione del ferro con il metodo di Zimmermann

L'analisi contiene un campione di sale di Mohr [$\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$].

- Portare il matraccio, contenente l'analisi, a volume con acqua distillata.
- Omogeneizzare la soluzione.
- Effettuare tre prelievi da 25 mL in tre beker distinti (o beute).

Ogni prelievo deve essere così trattato:

- Scaldare la soluzione fino all'ebollizione.
- Aggiungere goccia a goccia una soluzione di SnCl_2 fino a quando la soluzione non presenta più riflessi gialli dovuti al ferro(III). Il Fe^{3+} può essersi formato ad opera dell'ossigeno dell'aria e il cloruro stannoso lo riduce a Fe^{2+} di colore verde, secondo la reazione:

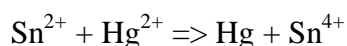


- Raffreddare rapidamente.

- Diluire la soluzione a ~ 80 mL con acqua distillata.
- Eliminare l'eccesso di cloruro stannoso aggiungendo 10 mL di soluzione al 5% di HgCl_2 , avviene la reazione:



- Se tale operazione porta alla formazione di un precipitato nero o grigio significa che avete operato in eccesso di SnCl_2 e che si è formato mercurio metallico secondo la reazione:



Il campione va scartato in quanto il mercurio metallico verrebbe ossidato dal permanganato.

- Se la soluzione resta bianca con riflessi setacei si continua la prova.

- Aggiungere 20 mL di soluzione di Zimmermann (tale reattivo contiene MnSO_4 , H_3PO_4 e H_2SO_4).

Il reattivo di Zimmermann inibisce l'ossidazione a Cl_2 degli ioni Cl^- presenti nella soluzione di Fe^{2+} , perché i suoi componenti fanno variare le concentrazioni delle varie specie e quindi influiscono sui valori dei potenziali delle varie coppie redox presenti.

- Diluire la soluzione a 150 ÷ 200 mL con acqua distillata.
- Titolare con la soluzione di permanganato fino al rosa persistere per almeno 30 secondi.
- Ripetere lo stesso procedimento per gli altri prelievi.
- Effettuare i calcoli tenendo presente che **il risultato va consegnato come grammi di sale di Mohr presenti nel matraccio che vi è stato consegnato.**

Digitalizzato da Prof. Mauro Tonellato
ITIS Natta – Padova