

# Analisi Chimica

## Relazione

### Titolo

Determinazione potenziometrica e volumetrica dello ione rameico mediante titolazione iodometrica.

### Obiettivo

Determinare il titolo di  $Cu^{2+}$  in una soluzione di un suo sale per via volumetrica e potenziometrica sfruttando il metodo iodometrico.

### Prerequisiti

#### IMPORTANTE!

La titolazione con il metodo iodometrico sfrutta la capacità dello ione ioduro ad ossidarsi a iodio biatomico, riducendo l'analita. Perché ciò avvenga è necessario che il potenziale  $E^0$  dell'analita sia maggiore di quello dello ione ioduro (perché una reazione sia spontanea  $E_{cella} > 0$ , ma essendo  $E = E_{catodo} - E_{anodo}$ , quello con potenziale maggiore si deve ridurre). In realtà il potenziale di riduzione della reazione:



è minore di quello della reazione:



Perché allora non si sfrutta la via iodometrica? Bisogna notare che il potenziale della cella è dato dall'equazione di Nerst:

$$E = E^0 + \frac{0.059}{n^{\circ}_e} \cdot \log \frac{[Cu^{2+}]}{[Cu^{+}]}$$

Man mano che tende a formarsi dello ione ridotto di rame la sua concentrazione rimane sempre molto bassa, perché il rame ridotto a ione monovalente si lega con lo ione ioduro formando un precipitato molto stabile, facendo aumentare il potenziale della cella (diminuendo il denominatore il valore della frazione aumenta).

### Reagenti, Materiali, Attrezzature

<b>Strumenti di misura:</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Bilancia tecnica (s=1mg)</li> <li>2 burette (P=50ml, s=0,1ml)</li> <li>Potenziometro con elettrodo al platino e calomelano</li> </ul>
<b>Vetreria:</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Becker da 250ml</li> <li>2 Beute da 250ml</li> <li>Becker da 100ml</li> </ul>
<b>Materiale di consumo:</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Soluzione di analita</li> <li>KI solido</li> <li>Sol. Standard <math>Na_2S_2O_3</math> 0,1N</li> <li>Soluzione KSCN 5%</li> <li>Salda d'amido</li> <li>Acqua distillata</li> </ul>
<b>Altro:</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Sostegni e pinze</li> <li>Agitatore magnetico</li> <li>Cartina indicatrice pH universale (pH 1~11)</li> </ul>

## Procedimento

### Metodo volumetrico

Si pongono 20ml di analita in una beuta da 250ml e si aggiunge acqua per diluire fino ad un volume di circa 100ml. Con una cartina indicatrice si misura il pH: se è acido si procede, se è basico è necessario acidificare con un acido ad alto grado di ossidazione (acido solforico diluito ~ 10%). In un becker da 100ml si pesano 2g di  $KI$  si sciolgono nel minore volume possibile di acqua distillata quindi si aggiunge alla soluzione di ioni di rame preparata precedentemente. Si formerà una sospensione lattiginosa di  $CuI$  di colore bruno per la presenza di iodio biatomico che entra in soluzione complessandosi con lo ione ioduro in eccesso. Si titola lo iodio presente con una soluzione di  $Na_2S_2O_3$  0,1N in buretta. L'indicatore salda d'amido, sensibile alla presenza di iodio, va aggiunto poco prima della completa sparizione della colorazione bruna, perché l'indicatore tende ad adsorbire il tiosolfato, facendo commettere un errore per eccesso. Appena prima del viraggio dell'indicatore si aggiungono alla soluzione alcune gocce di soluzione di  $KSCN$  per spostare il complesso da  $CuI$  a  $CuSCN$ , per il motivo che  $CuI$  tende ad adsorbire  $I_2$  facendo commettere errori di determinazione. Di questa analisi si eseguono almeno tre prove per confermare i valori ottenuti.

### Metodo Potenzimetrico

Si pongono 20ml di analita in un becker da 250ml e si aggiunge acqua per diluire fino ad un volume di circa 100ml. Con una cartina indicatrice si misura il pH: se è acido si procede, se è basico è necessario acidificare con un acido ad alto grado di ossidazione (acido solforico diluito ~ 10%). In un becker da 100ml si pesano 2g di  $KI$  si sciolgono nel minore volume possibile di acqua distillata quindi si aggiunge alla soluzione di ioni di rame preparata precedentemente. Si formerà una sospensione lattiginosa di  $CuI$  di colore bruno per la presenza di iodio biatomico che entra in soluzione complessandosi con lo ione ioduro in eccesso. Si titola lo iodio presente con una soluzione di  $Na_2S_2O_3$  0,1N in buretta. La titolazione viene seguita con le solite modalità operative mediante un potenziometro con elettrodo di riferimento calomelano e indicatore al platino (o combinato): si annota infatti il valore del potenziale di cella per ogni intervallo di aggiunta di analita. L'indicatore salda d'amido in questo caso non è necessario perché la titolazione viene seguita elettronicamente. Quando il potenziale tende ad avere uno sbalzo significativo si è nell'intorno del punto di equivalenza, quindi si aggiungono alla soluzione alcune gocce di soluzione di  $KSCN$  per spostare il complesso da  $CuI$  a  $CuSCN$ , per il motivo che  $CuI$  tende ad adsorbire  $I_2$  facendo commettere errori di determinazione. I dati raccolti vengono elaborati in un foglio elettronico per determinare la concentrazione dell'analita.

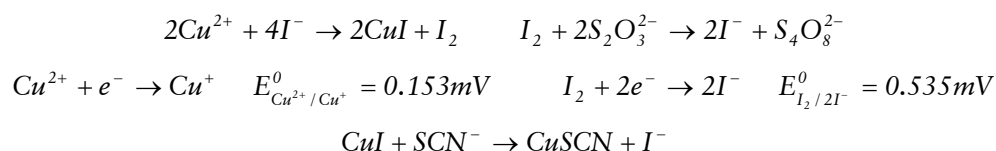
## Dati Sperimentali

Titolazione Volumetrica	1	2	3
20ml sol. $Cu^{2+}$	-	10,1ml	10,1ml

Titolazione Potenzimetrica	Da pagina successiva
----------------------------	----------------------

## Elaborazione Dati

### Reazioni



**Metodo volumetrico**

$$eq_{S_2O_3^{2-}} = eq_{I_2} = eq_{Cu^{2+}}$$

$$eq_{Cu^{2+}} = N_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = 0,1N \cdot 0,0101L = 1,01 \cdot 10^{-3} eq$$

$$N_{Cu^{2+}} = \frac{eq_{Cu^{2+}}}{V} = \frac{1,01 \cdot 10^{-3} eq}{0,020L} = 0,05N \quad z_{Cu^{++}/Cu^+} = 1 \rightarrow N = M$$

$$\left[ \frac{g}{L} \right] = 0,05M \cdot 63,54 \frac{g}{mol} = 3,177 \frac{g}{L}$$

**Metodo potenziometrico (dai grafici  $p_e=9,2\sim 9,5$ )**

$$eq_{S_2O_3^{2-}} = eq_{I_2} = eq_{Cu^{2+}}$$

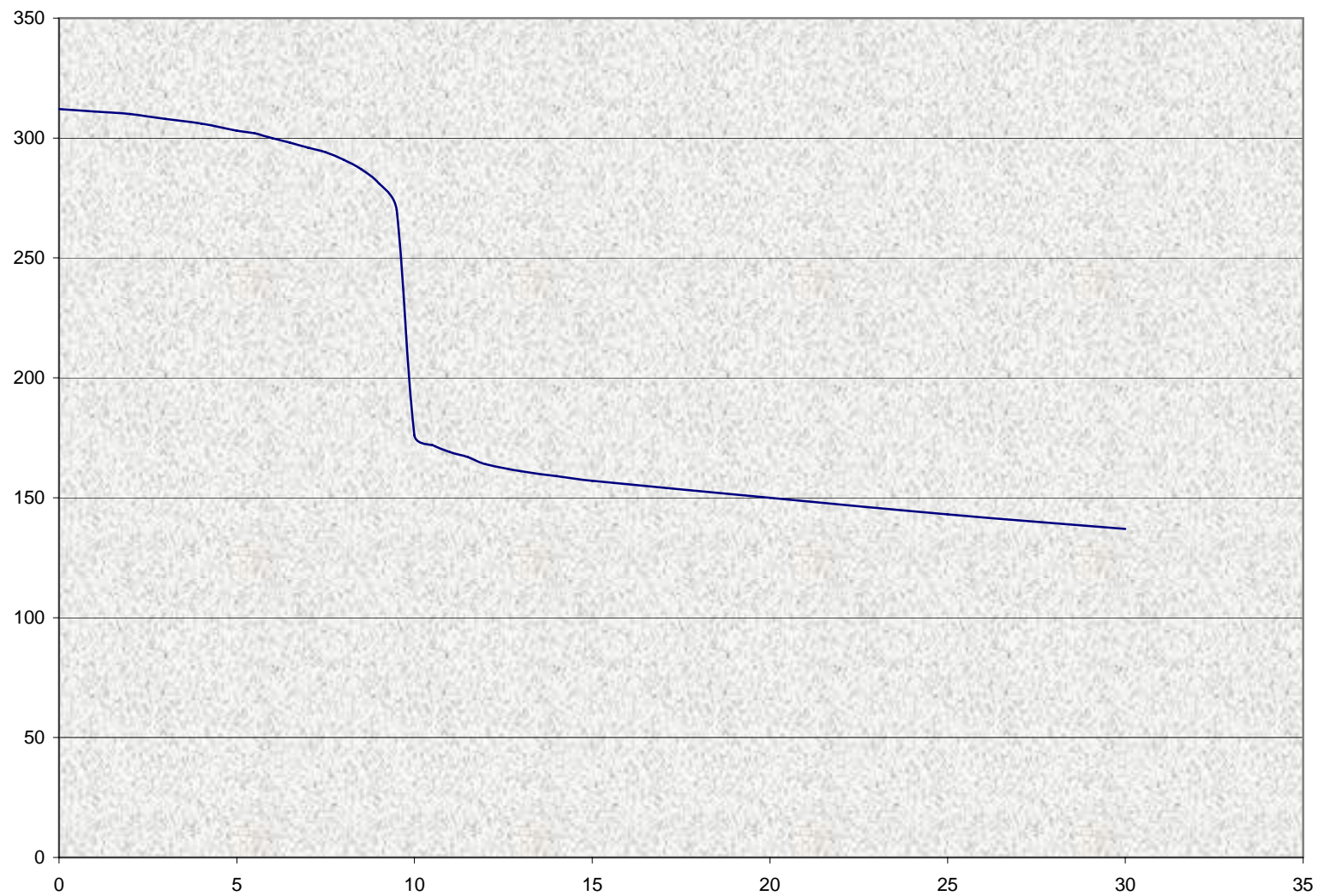
$$eq_{Cu^{2+}} = N_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = 0,1N \cdot 0,00935L = 9,35 \cdot 10^{-4} eq$$

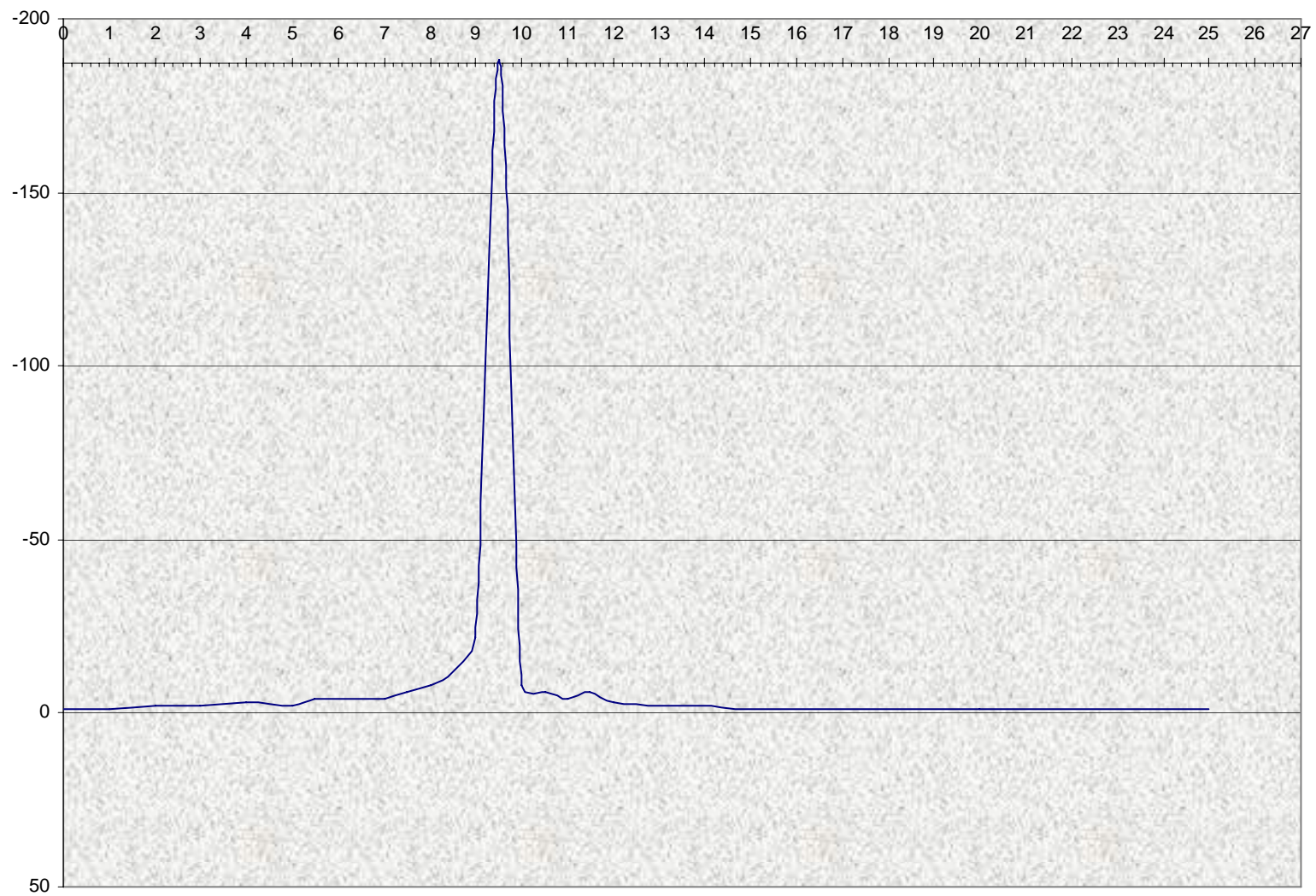
$$N_{Cu^{2+}} = \frac{eq_{Cu^{2+}}}{V} = \frac{9,35 \cdot 10^{-4} eq}{0,020L} = 0,04675N \quad z_{Cu^{++}/Cu^+} = 1 \rightarrow N = M$$

$$\left[ \frac{g}{L} \right] = 0,04675M \cdot 63,54 \frac{g}{mol} = 2,97 \frac{g}{L}$$

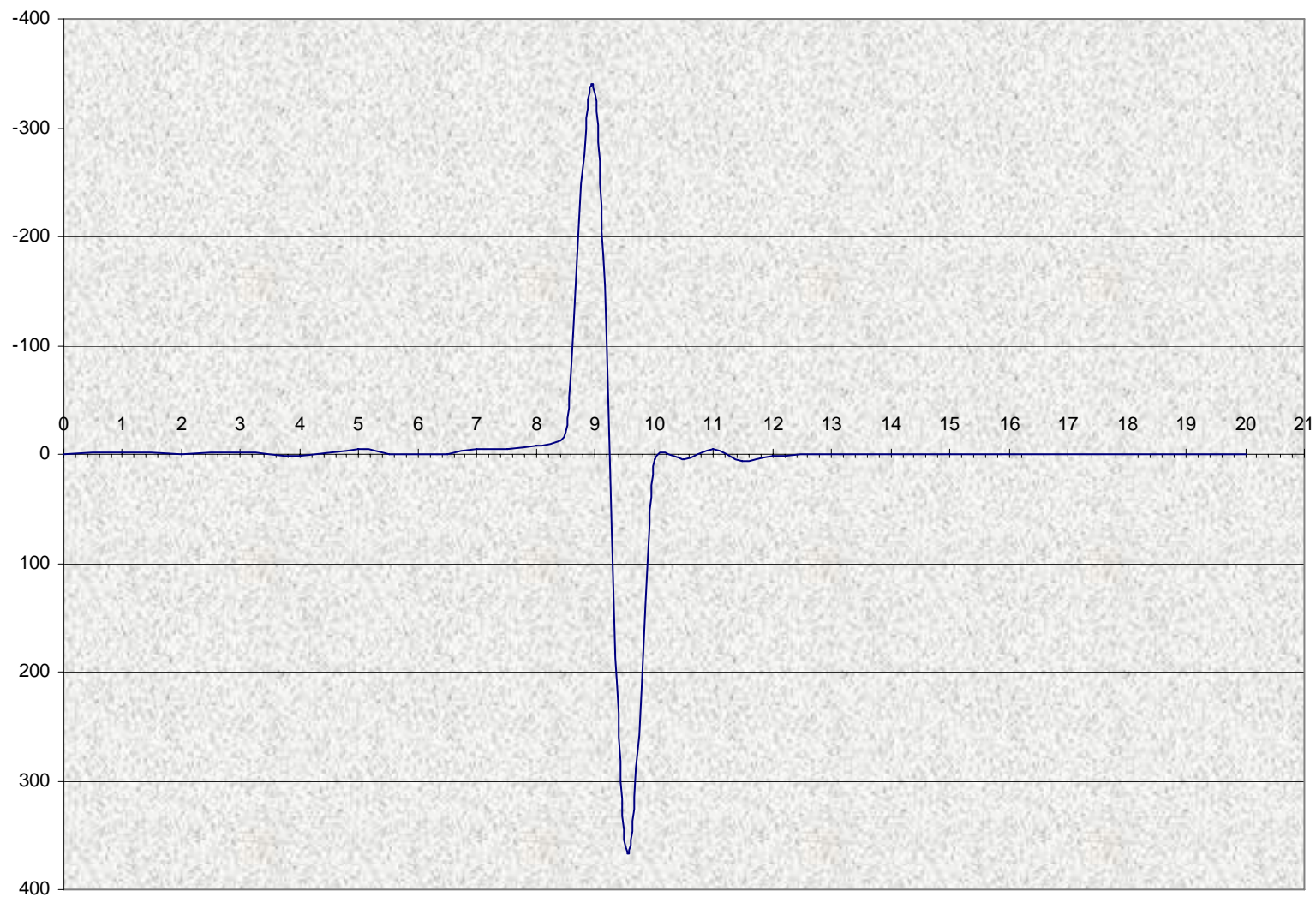
**Dati Sperimentali**

Titolazione potenziometrica ioni rameici						
V (mL)	E (mV)	$\Delta V$ (mL)	$\Delta E$ (mV)	D ^ 1	$\Delta D$ ^ 1	D ^ 2
0	312	1	-1	-1	0	0
1	311	1	-1	-1	-1	-1
2	310	1	-2	-2	0	0
3	308	1	-2	-2	-1	-1
4	306	1	-3	-3	1	1
5	303	0.5	-1	-2	-2	-4
5.5	302	0.5	-2	-4	0	0
6	300	0.5	-2	-4	0	0
6.5	298	0.5	-2	-4	0	0
7	296	0.5	-2	-4	-2	-4
7.5	294	0.5	-3	-6	-2	-4
8	291	0.5	-4	-8	-4	-8
8.5	287	0.5	-6	-12	-10	-20
9	281	0.5	-11	-22	-166	-332
9.5	270	0.5	-94	-188	180	360
10	176	0.5	-4	-8	2	4
10.5	172	0.5	-3	-6	2	4
11	169	0.5	-2	-4	-2	-4
11.5	167	0.5	-3	-6	3	6
12	164	1	-3	-3	1	1
13	161	1	-2	-2	0	0
14	159	1	-2	-2	0.6	0.6
15	157	5	-7	-1.4	0	0
20	150	5	-7	-1.4	0.2	0.04
25	143	5	-6	-1.2		
30	137					

**Titolazione potenziometrica ioni rameici - Andamento di E**

**Titolazione potenziometrica ioni rameici - Derivata prima**

## Titolazione potenziometrica ioni rameici - Derivata seconda



# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Potassio ioduro**

**Classificazione di pericolosità: Xn Nocivo**

**Valore di rischio = 22**

**Classificato come rischio superiore al moderato**

Fraasi di rischio: 36/37/38 42/43

Indice di pericolosità intrinseca (P): 6.9

Vie di assorbimento: inalatoria e cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica  
allo stato solido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: ventilazione generale

Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: meno di 15 minuti

L'intensità esposizione è bassa poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecuta = 3

Rischio inalatorio = 7

Rischio cute = 21

Rischio cumulativo = 22

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Consigliato guanti protettivi in gomma.