

5. ESEMPI DI TITOLAZIONI REDOX

1. PREPARAZIONE DI UNA SOLUZIONE STANDARD DI TIOSOLFATO DI SODIO 0.1 M (una per ogni banco, cioè ogni 3 o 2 persone; da farsi il giorno precedente)

Pesare una quantità di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (verificare il tenore di acqua nel reagente disponibile) tale da preparare 2 dm^3 di soluzione 0.1 M.

Sarà invece disponibile sotto cappa una soluzione standard di tiosolfato di sodio 0.01 M.

2. PREPARAZIONE DI UNA SOLUZIONE STANDARD DI POTASSIO IODATO (una per ogni banco, cioè ogni 3 o 2 persone; da farsi il giorno precedente)

In un matraccio da 1 dm^3 si prepara una soluzione circa 0.01 M di KIO_3 (PM = 214) pesando esattamente il sale. Il titolo di iodato viene calcolato direttamente dalla pesata, in quanto esso può essere considerato uno standard primario.

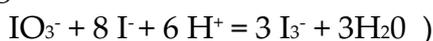
Sarà invece già disponibile sotto cappa una soluzione standard di potassio iodato 0.001 M

3. DETERMINAZIONE IODIMETRICA DELLO IODATO NEL SALE IODATO DA CUCINA (in gruppo tra compagni di banco)

- Ambientate e successivamente riempite la buretta da 50 cm^3 con la soluzione standard di tiosolfato diluita fornita ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01 M).
- Pesate con precisione nel bicchiere di titolazione da 250 cm^3 una quantità del campione di sale iodato dell'ordine di 100 g e annotatela sul quaderno.
- Aggiungete acqua deionizzata portandovi a $150\text{-}200 \text{ cm}^3$ (qualitativo, guardando le tacche del bicchiere) e agitate bene per 1-2 minuti con la bacchetta di vetro.
- Aggiungete 3 cm^3 di $\text{H}_2\text{SO}_4 \sim 0.5 \text{ M}$ (disponibile sotto cappa)
- Con la spatola cucchiaino aggiungete un cucchiaino raso di KI. Si svilupperà subito iodio e la soluzione diverrà giallo scura.



(o meglio, visto che lo iodio è solubilizzato come ione I_3^- :



- Aggiungete nel bicchiere l'ancoretta magnetica e avviate la titolazione dello iodio con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01 M. Il colore bruno dello iodio si schiarirà progressivamente.
- Quando vedete che siete prossimi al p.e. perché il colore bruno è diventato giallo arancione e trasparente, aggiungete l'indicatore salda d'amido (la minima quantità necessaria a rendere nera la soluzione. Quantità eccessive e/o l'aggiunta troppo precoce, in presenza di una grande quantità di iodio, sono fonti di errori nella titolazione).
- Terminate la titolazione annotando il volume al punto di equivalenza, che potrete cogliere molto bene perché in presenza di salda d'amido il viraggio non è da giallo pallido a incolore, come sarebbe con il solo iodio, ma da nero a incolore.
- Considerando la stechiometria della equazione di titolazione calcolate le moli di iodato presenti nel campione titolato.
- Ricavate quindi la percentuale in peso di potassio iodato nel sale titolato e confrontatela con quella dichiarata.

Se il sale ha la percentuale di iodato che avete calcolato (...e sperabilmente verificato con l'etichetta commerciale!) quanto sale iodato dovrebbe consumare in un giorno un adulto sano per incorporare la dose raccomandata giornaliera di 150 microgrammi di ioduro?

- Tale dose è compatibile con la soglia massima della dose giornaliera raccomandata per l'assunzione di NaCl (1.5-8.8g)?
- L'acqua di mare contiene approssimativamente 32 g dm^{-3} di sali disciolti, tra cui 60 mg di ioduro. Perché nonostante ciò non è possibile assumere la dose giornaliera raccomandata di iodio utilizzando sale marino integrale?

3. DETERMINAZIONE IODIMETRICA DELLA VITAMINA C NEL SUCCO DI LIMONE

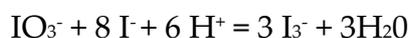
(in gruppo tra compagni di banco)

- Pesare il frutto, spremerlo e colarne o filtrarne il succo per toglierne le particelle in sospensione. (un frutto basta per più banchi)
- Riempire la buretta da 50 cm^3 con la soluzione standard di tiosolfato diluito fornita ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01 M, la stessa già utilizzata al punto 2)
- Prelevare con pipetta a due tacche 10 cm^3 esatti di succo filtrato e porli nella beuta o nel bicchiere di titolazione (da 100 cm^3).
- Diluire moderatamente con acqua deionizzata (ad esempio, portando a circa 25 cm^3).
- Aggiungere mezza spatolata (spatola medio piccola) di KI.
- Sotto cappa (occhiali e guanti) aggiungere 1-2 cm^3 approssimativi (1 pipettata con pipetta Pasteur) di H_2SO_4 ~0.5 M. (L'acido è già pronto e deve rimanere sotto la cappa)
- Aggiungere con una seconda pipetta a due tacche 25 cm^3 precisi di soluzione 0.001 M di KIO_3 (già disponibile).

Si forma iodio (bruno), solubilizzato per complessazione con lo ioduro:



o meglio, visto che lo iodio è solubilizzato come ione I_3^- :



Tuttavia all'inizio scompare subito perché reagisce 1 : 1 con l'acido ascorbico



poi invece rimane quando la reazione si è completata.

- Aggiungere nel bicchiere l'ancoretta magnetica e iniziare a titolare con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.01 M.
- Quando la soluzione si è schiarita fin quasi ad eguagliare il campione di riferimento aggiungere la salda d'amido. La soluzione deve diventare nera.

Completare la titolazione determinando il p.e. (da nero a incolore o meglio al colore del succo di limone diluito). Calcolate i mg di Vitamina C per 100 g di frutto fresco.

4. STANDARDIZZAZIONE DEL TIOSOLFATO ~0.1 M CON POTASSIO IODATO

Standardizzate ora la soluzione di sodio tiosolfato preparata al punto 1 con lo iodio prodotto aggiungendo un eccesso non misurato di KI ad un volume standard di una soluzione standard di KIO_3 in condizioni acide.

Si prepara la buretta con il sodio tiosolfato ~0.1 M da titolare.

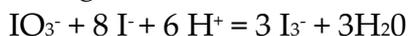
Poi, nella beuta, a 100 cm^3 di acqua si aggiungono, IN QUESTO ORDINE,

- 50 cm^3 esatti della soluzione di KIO_3 0.01 M preparata al punto 2;
- 2 cm^3 di H_2SO_4 diluito 1:5 (ATTENZIONE! OCCHIALI! GUANTI! CAPP!) ;
- circa 1 g di KI.

Si forma iodio, solubilizzato per complessazione con lo ioduro:

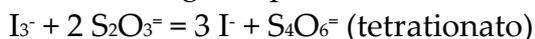


o meglio, visto che lo iodio è solubilizzato come ione I_3^- :



La soluzione assume una colorazione bruno intensa.

Si titola immediatamente con la soluzione di sodio tiosolfato fino a raggiungere una colorazione giallo pallido.



Solo allora si aggiungono la salda d'amido (la soluzione diventa nera).

Si completa quindi la titolazione, fino a scomparsa totale della colorazione scura. Questo é il punto finale.

Ottenete 2 risultati che differiscano meno dell'1% e assegnate il titolo alla vostra soluzione di tiosolfato facendo la media coi vostri compagni di banco.

5. DETERMINAZIONE IODIMETRICA DELL'ACIDO ASCORBICO IN CAMPIONE

INCOGNITO (a banco singolo)

La metodica é analoga al caso 3) del succo di limone, ma il campione é molto più concentrato e quindi utilizzerete il tiosolfato 0.1 M preparato al punto 1 e lo iodato 0.01 M preparato al punto 2, e anche l'acido sarà più concentrato.

Ritirate, annotando il numero, il campione incognito di acido ascorbico e introducetelo QUANTITATIVAMENTE nel vostro matraccio tarato da 250 cm³ (recuperando con acqua deionizzata anche le ultime tracce rimaste nella beutina) e portate a volume.

Inserite nella beuta con la pipetta tarata 50 cm³ di soluzione e aggiungete IN QUESTO ORDINE:

- circa 2 g di KI
- 20 cm³ di H₂SO₄ diluito 1: 5 (ATTENZIONE! OCCHIALI! GUANTI! CAPPA!)
- 50 cm³ misurati esattamente della soluzione di KIO₃ 0.01 M (preparata al punto 2). Si forma iodio (solubilizzato per complessazione con lo ioduro):
$$IO_3^- + 5 I^- + 6 H^+ = 3 I_2 + 3H_2O$$

che reagisce in rapporto 1 : 1 con l'acido ascorbico.
Acido L-ascorbico + I₂ = Acido L-deidroascorbico + 2 HI
- Lo iodio in eccesso viene poi titolato con tiosolfato 0.1 M (preparato al punto 1 e standardizzato al punto 4) aggiungendo come in precedenza la salda d'amido solo in prossimità del punto di equivalenza.

Vi si richiedono almeno 2 titolazioni con una differenza di meno dell'1% sul risultato.

Sul quaderno riportate:

- Numero della beutina assegnata
- Titolo della soluzione standard di KIO₃ utilizzata
- Titolo della soluzione standard di Na₂S₂O₃ utilizzata
- Volume di titolante al p.e. di ciascuna titolazione
- Volume medio di titolante al p.e.
- Moli di iodio iniziali, rimaste, reagite (nel campione titolato)
- Grammi di AA nel campione originario