

# STANDARDIZZAZIONE DI UNA SOLUZIONE DI TIOCIANATO DI AMMONIO TRAMITE TITOLAZIONE DI PRECIPITAZIONE

## SCOPO DELL' ESPERIENZA:

Determinazione della concentrazione di una soluzione di  $\text{NH}_4\text{SCN}$  tramite titolazione di precipitazione con  $\text{AgNO}_3$ .

### REAGENTI:

- soluzione  $\text{AgNO}_3$  0.1 M (già pronta);
- soluzione di  $\text{HNO}_3$  2 N (già pronta);
- soluzione satura di allume ferro-ammonico ( $(\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  - indicatore);
- $\text{NH}_4\text{SCN}$

### APPARECCHIATURA:

- Materiale corrente da laboratorio, in particolare:
- Buretta da 50 ml;
  - Matracci;
  - Beute e becher;
  - Bilancia analitica;
  - pipetta graduata;
  - pipette Pasteur.

## SCHEDE DI SICUREZZA:

Consultare le schede di sicurezza dei reagenti (disponibili in laboratorio) e riportare sul quaderno di laboratorio, se presenti, le indicazioni di pericolo (frasi H) per ogni reagente, che si trovano nella SEZIONE 2 della scheda.

Inoltre leggere in particolare: i consigli di prudenza (frasi P), se presenti, nella SEZIONE 2; la SEZIONE 4 ("*Misure di primo soccorso*") e la SEZIONE 8 ("*Controllo dell'esposizione/protezione individuale*").

## PROCEDURA:

- Pesare con bilancia analitica circa esattamente (c.e.) 4 g di  $\text{NH}_4\text{SCN}$  su un vetrino da orologio (precisione di 0.1 mg);
- Trasferire il solido pesato in un matraccio tarato da 1 l;
- Aggiungere  $\text{H}_2\text{O}$  fino a circa 3/4 del volume totale;
- Agitare senza girare il matraccio sottosopra e senza tapparlo, fino alla completa dissoluzione del solido;
- Aggiungere altra  $\text{H}_2\text{O}$  (con pipetta Pasteur) stando attenti a non oltrepassare la tacca sul collo del matraccio;
- Tappare e agitare anche mettendo il matraccio sottosopra ed eventualmente aggiungere altra  $\text{H}_2\text{O}$  se si osserva una contrazione di volume;
- Prelevare 25 ml della soluzione di  $\text{NH}_4\text{SCN}$  e trasferirli in una beuta da 250 ml;
- Aggiungere circa 80 ml di  $\text{H}_2\text{O}$  distillata;
- Aggiungere 5 ml di  $\text{HNO}_3$  2N;
- Aggiungere 2 ml della soluzione satura di allume ferro-ammonico (indicatore), la soluzione rimane incolore;
- Avvinare una buretta da 50 ml con circa 10 ml della soluzione di  $\text{AgNO}_3$  0.1 M e versare poi nel becher degli scarti i 10 ml di soluzione utilizzata per l'avvinamento;
- Riempire e azzerare la buretta con la soluzione di  $\text{AgNO}_3$  0.1 M (attenzione alle bolle nel beccuccio);
- Mettere sotto alla beuta un foglio di carta bianca per poter meglio apprezzare il viraggio;

- Titolare sotto agitazione manuale la soluzione di  $\text{NH}_4\text{SCN}$  con la soluzione di  $\text{AgNO}_3$  (lavare periodicamente le pareti della beuta, usando la spruzzetta, per portare in soluzione eventuali goccioline di reattivo schizzate via). **ATTENZIONE:** titolare sotto agitazione lenta e costante, la soluzione limpida diventa bianca opaca per precipitazione di  $\text{AgSCN}$ . Al punto equivalente la soluzione assume un colore rosso sangue dovuto alla formazione del complesso di ferro tiocianato. Annotare il volume aggiunto leggendo il volume al punto di arresto a due cifre decimali.
- Ripetere la titolazione altre 2 volte (per un totale di 3) e fare la media dei risultati.

#### **SMALTIMENTO DEI RIFIUTI:**

Tutte le soluzioni e sospensioni DEVONO essere smaltite nelle apposite taniche presenti in laboratorio, NON versare nel lavandino!!!

#### **LAVAGGIO VETRERIA:**

Risciacquare con acqua di rubinetto, poi sciacquare tutta la vetreria con acqua distillata.

#### **ESPRESSIONE DEI RISULTATI:**

- ✓ Scrivere la reazione di precipitazione che avviene tra  $\text{AgNO}_3$  e  $\text{NH}_4\text{SCN}$ ;
- ✓ Scrivere le formule necessarie per calcolare la concentrazione di  $\text{NH}_4\text{SCN}$  ottenuta ed esprimere il risultato in M. Esprimere il risultato finale come media delle 3 titolazioni, calcolare la deviazione standard. Esprimere l'incertezza utilizzando la t di Student per un livello di confidenza del 95% ( $t_{0,05,2} = 4.303$ ). Fare attenzione alle cifre significative.

#### **DOMANDE:**

- Costruire un grafico con la curva di titolazione utilizzando la media dei risultati ottenuti per effettuare i calcoli necessari;
- Spiegare il funzionamento dell'indicatore;
- Spiegare perché è necessario aggiungere  $\text{HNO}_3$  2 N.

## Frosi H:

### $\text{AgNO}_3$ 0,05M

H290 Può essere corrosivo per i metalli

H315 Provoca irritazione cutanea

H319 Provoca grave irritazione oculare

H410 Molto tossico per gli organismi acquatici con effetti di lunga durata

### $\text{HNO}_3$ 2N

H290 Può essere corrosivo per i metalli

H314 Provoca gravi ustioni cutanee e gravi lesioni oculari

### Allume ferro-ammonico

H318 Provoca gravi lesioni oculari

### $\text{NH}_4\text{SCN}$

H302 + H312 + H332 Nocivo se ingerito, o contatto con la pelle o inalato

H318 Provoca gravi lesioni oculari

H412 Nocivo per gli organismi acquatici con effetti a lunga durata



Peso ~~4,0541 g~~ di  $\text{NH}_4\text{SCN}$ .

↓  
Vento parte del materiale sul banco!!!

↙  
Peso in nuovo vetrino ologico → 3,9651 g

$M_{\text{NH}_4\text{SCN}} = 76,122 \text{ g/mol}$

↓  
In metro cubo  
di 1 l

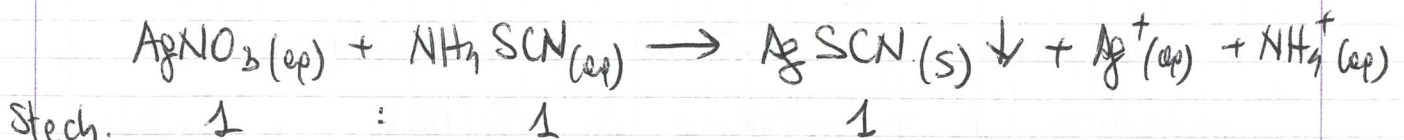
$$n_{\text{NH}_4\text{SCN}} = \frac{3,9651 \text{ g}}{76,122 \text{ g/mol}} = 5,2089 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

$$\Rightarrow [\text{NH}_4\text{SCN}] = \frac{5,2089 \times 10^{-2} \text{ mol}}{1 \text{ l}} = 5,2089 \times 10^{-2} \text{ M}$$

PRESUNTA

- Titolazioni: 25 ml <sup>di  $\text{NH}_4\text{SCN}$</sup>  prelevati con pipette tarate per ogni titolazione

Titolazione	Vineppo (ml)	Conc. $\text{NH}_4\text{SCN}$ (M)
1	13,5	$5,40 \times 10^{-2}$
2	13,7	$5,48 \times 10^{-2}$
3	<del>13,8</del>	→ "PERSO" IL VIRAGGIO! RIFATTO ← 4 <sup>a</sup> titolazione
4	13,5	$5,40 \times 10^{-2}$



$$m_{\text{NH}_4\text{SCN}} = m_{\text{AgNO}_3} = C_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3}$$

$$C_{\text{NH}_4\text{SCN}} = \frac{m_{\text{NH}_4\text{SCN}}}{V_{\text{NH}_4\text{SCN}}} \rightarrow 25 \text{ ml}$$

Risultato:

$$\text{Media} = \frac{5,40 \times 10^{-2} + 5,48 \times 10^{-2} + 5,40 \times 10^{-2}}{3} = 5,43 \times 10^{-2} \text{ M}$$

$$\text{Dev. std. (s)} = \frac{\sum_i^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} = 4,62 \times 10^{-4} \text{ M}$$

$$\sigma = \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}} = \frac{4,303 \cdot 4,62 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 1,15 \times 10^{-3} \text{ M}$$

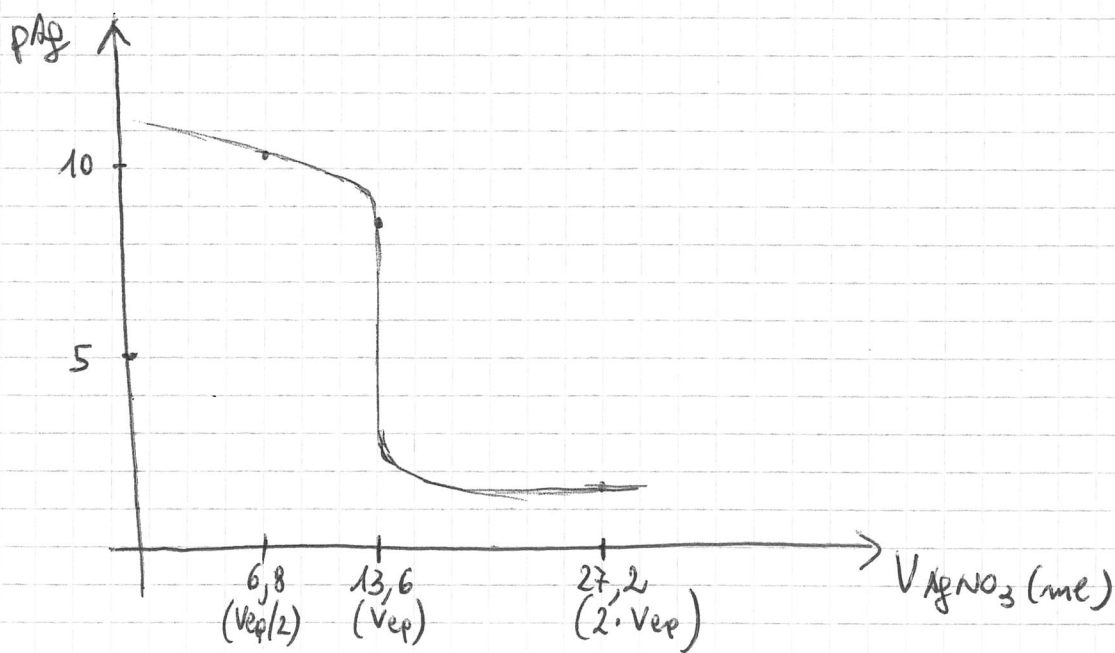
$$\text{Misura} = (0,0543 \pm 0,0012) \text{ M}$$

Domande

- L'indicatore contiene  $\text{Fe}^{3+}$ , che in presenza di  $\text{SCN}^-$  libero, cioè appena superato il punto di equivalenza, forma il complesso  $[\text{FeSCN}]^{2+}$  dal tipico colore rosso sangue.
- Si usa  $\text{HNO}_3$  per mantenere un ambiente acido ed impedire la precipitazione di  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  e anche

per mantenere l'equilibrio  $\text{NH}_4^+(\text{aq}) + \text{H}_2\text{O}(\text{l}) \rightleftharpoons \text{H}_3\text{O}^+(\text{aq}) + \text{NH}_3(\text{aq})$  spostato a sinistra, perché altrimenti  $\text{NH}_3$  andrebbe a complessare  $\text{Ag}^+$  sottraendolo alla reazione di precipitazione con  $\text{SCN}^-$ .

•  $K_{ps \text{AgSCN}} = 1,0 \times 10^{-12}$



$$p_{\text{Ag}} \text{ a } V_{\text{ep}}/2 = 10,4$$

$$p_{\text{Ag}} \text{ a } V_{\text{ep}} = 8,4$$

$$p_{\text{Ag}} \text{ a } 2 \cdot V_{\text{ep}} = 1,6$$