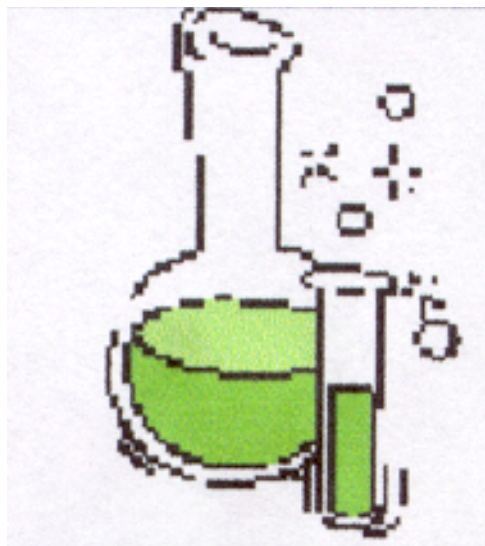


Metodiche di Analisi Chimica Quantitativa



GRAVIMETRIA

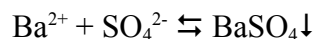
Determinazione gravimetrica del Ba come BaSO₄

Reattivi: HCl conc., H₂SO₄ 2N, Whatman n° 42

Si trasferisce la soluzione in becher da 400 ml e si porta a 200 ml, si acidifica con circa 1 ml di HCl conc.⁽¹⁾ e si porta a lenta ebollizione,⁽²⁾ si toglie il becher dalla fiamma e si aggiunge lentamente⁽³⁾ sotto agitazione una soluzione di H₂SO₄ 2N (15/20 ml). Si controlla la fine della precipitazione aggiungendo 2-3 gocce di H₂SO₄, dopo aver fatto sedimentare il precipitato. Si aggiunge un eccesso di 1 ml di H₂SO₄.⁽⁴⁾ Si fa digerire il precipitato su bunsen a fiamma bassa e ossidante, dopo averlo coperto con vetrino per 2 h. Durante la digestione portare in muffola il crogiolo e quindi a costanza di peso. Terminata la digestione del precipitato si lascia raffreddare e si prepara il filtro n.42.

Si decanta la soluzione sopra il precipitato controllando la velocità di filtrazione. Si lava 3-4 volte con H₂O acidulata per H₂SO₄ (30 ml totali) e si decanta. Si trasferisce il precipitato su filtro con piccole quantità di H₂O acidulata per H₂SO₄⁽⁴⁾ (10 ml totali), quindi con H₂O. Si controlla l'eliminazione degli ioni Cl⁻₍₅₎ (HNO₃ + AgNO₃) e se sono ancora presenti si continua il lavaggio con H₂O fredda. Si copre il filtro con un disco di carta bucato e contrassegnato, bagnato con H₂O distillata, facendola aderire a l'orlo dell'imbuto. Si fa asciugare in stufa di essiccazione il precipitato, senza far seccare il filtro. Si asporta il filtro dall'imbuto, si piega dall'esterno verso l'interno e si arrotola, si mette nel crogiolo già tarato con la parte aperta verso il fondo. Si inizia a carbonizzare a fiamma bassa e a crogiolo inclinato, evitando di farlo prendere fuoco.⁽⁶⁾ Una volta incenerito si alza la fiamma e si pone il crogiolo in posizione verticale fino a scomparsa di residui carboniosi. Si porta in muffola a 900°C per 30 minuti⁽⁷⁾ e si trasferisce in essiccatore per 30 minuti prima di portarlo a costanza di peso.

Reazione:



Calcoli:

$$\text{g Ba} = \text{g BaSO}_4 \times \frac{\text{Ba}}{\text{BaSO}_4}$$

- NOTE: (1) Condizione di massima solubilità per BaSO₄ (SO₄²⁻ + H⁺ ⇌ HSO₄⁻). Diminuisce la contaminazione del precipitato, evita l'inquinamento da carbonati, cromati, fosfati di bario insolubili in ambiente neutro.
- (2) Condizione di massima solubilità per temperature elevate. Migliora le caratteristiche fisiche del precipitato.
- (3) Cristalli più grandi, più facilmente filtrabili.
- (4) Si utilizza l'effetto ione a comune per diminuire la solubilità. L'eccesso di H₂SO₄ causa l'effetto pH nel precipitato (SO₄²⁻ + H⁺ ⇌ HSO₄⁻) aumentandone la solubilità.
- (5) I cloruri vanno eliminati perché volatili. Durante la calcinazione producono perdite del campione.
- (6) Il carbonio proveniente dalla parziale combustione della carta da filtro può ridurre il BaSO₄ a BaS, a temperature inferiori a 600°C. BaSO₄ + 4C → BaS + 4CO
- (7) La calcinazione va effettuata a 900°C perché a temperature superiori il BaSO₄ può decomporre
- $$\text{BaSO}_4 \rightarrow \text{BaO} + \text{SO}_3$$
- Il colore grigiastro del precipitato indica la presenza di BaS che può essere riossidato a BaSO₄ con H₂SO₄ conc. a caldo: BaS + H₂SO₄ → BaSO₄ + H₂S

Determinazione gravimetrica del Fe come Fe₂O₃

Reattivi: HNO₃ conc, NH₄NO₃ solido, NH₄NO₃ al 2%, NH₃ (1:1), HCl (1:1), filtro Whatman n. 41.

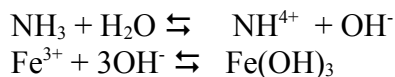
Si trasferisce la soluzione in becher da 400 ml e si diluisce a 100 – 120 ml. Si porta all'ebollizione e si aggiungono goccia a goccia circa 1 – 2 ml di HNO₃ conc⁽¹⁾. Si prosegue il riscaldamento per circa un minuto per eliminare gli ossidi di azoto e si aggiungono 2 – 3 g di NH₄NO₃ solido⁽²⁾.** Si scalda la soluzione fino ad incipiente ebollizione e dopo averla tolta dalla fiamma, si aggiunge sotto agitazione una soluzione di NH₃ (1:1) in getto sottile da una pipetta posta poco al di sopra del livello della soluzione⁽³⁾.

Si cessa l'aggiunta di NH₃ non appena si avverte un leggero odore sopra la soluzione. Si mantiene all'ebollizione per circa un minuto, si copre il becher con un vetrino da orologio e si tiene a digerire il precipitato, rosso bruno fioccoso, per ½ h. su piccola fiamma. Si controlla la fine della precipitazione e si decanta con filtro Whatman n.41, si lava 2 – 3 volte il precipitato per decantazione evitando di lasciarlo secco, con una soluzione bollente di NH₄NO₃ al 2% *

Si trasferisce il precipitato nel filtro e si lava con la soluzione di NH₄NO₃ al 2% fino all'eliminazione degli ioni Cl⁻ ⁽⁴⁾ Si secca in stufa, si pone il filtro nel crogiolo precedentemente tarato e si inizia la carbonizzazione a crogiolo inclinato con piccola fiamma. Si prosegue con fiamma più alta con il crogiolo in posizione eretta fino a che il carbone è bruciato⁽⁵⁾. Si calcina in muffola a 800°C⁽⁶⁾, si raffredda in essiccatore e si porta a costanza di peso il crogiolo con il precipitato.

* Si continuano i lavaggi sempre con la soluzione di NH₄NO₃ al 2% fino all'eliminazione degli ioni Cl⁻ cercando di non trasferire il precipitato nel filtro; a questo punto si solubilizza con HCl (1:1) nel becher di precipitazione l'eventuale precipitato che è passato sul filtro, si continua l'aggiunta fino a completa dissoluzione del precipitato. Si riprecipita⁽⁷⁾ partendo da **.

Reazioni:



Calcoli:

$$g \text{ Fe} = g \text{ Fe}_2\text{O}_3 \times \frac{2\text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3}$$

NOTE: (1) l'HNO₃ è un energico ossidante (Fe²⁺ → Fe³⁺ + 1e).

(2) l'NH₄NO₃ ha effetto coagulante sul precipitato di natura colloidale.

(3) Si esegue la precipitazione "in fase omogenea" (NH₃ + H₂O → NH₄⁺ + OH⁻)

(4) I cloruri vanno eliminati perché l'FeCl₃ è volatile.

(5) E' necessario perché l'Fe₂O₃ può essere ridotto dal carbone del filtro.

(6) Non si devono superare i 1000°C perché l'Fe₂O₃ rosso, passa a Fe₃O₄ nero, per perdite di O₂.

(7) E' necessario per purificare il precipitato di natura colloidale che ha un basso rapporto massa/volume.

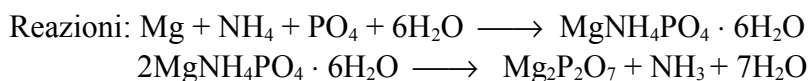
Determinazione gravimetrica del Mg Come $Mg_2P_2O_7$

Reattivi : HCl conc., soluzione $(NH_4)_2PO_4$ al 25%, $NH_3 \cdot H_2O$ (1:1), NH_4Cl solido
 $NH_3 \cdot H_2O$ (1:20), indicatore rosso metile.

Si trasferisce la soluzione nel becher e si diluisce a 150 ml. Si acidifica con 5ml di HCl conc., + 2g di NH_4Cl e si aggiungono 10 cc di soluzione di $(NH_4)_2HPO_4$ al 25% preparata di fresco. Si aggiunge qualche goccia di indicatore rosso metile, si raffredda la soluzione sotto il rubinetto e sotto agitazione si aggiunge $NH_3 \cdot H_2O$ (1:1) goccia a goccia fino a che l'indicatore vira al giallo. Sotto agitazione si aggiunge l'eccesso di 5-10 ml di $NH_3 \cdot H_2O$ (1:1). Si agita ancora per 10 minuti. Si lava la bacchetta e si toglie. Si lascia a riposo per almeno 4 ore. Si filtra il precipitato su filtro W n° 42. Si lava il precipitato per decantazione più volte con una soluzione di NH_3 (1:20) fino a scomparsa degli ioni Cl^- .

Si trasferisce il precipitato con la soluzione di NH_3 (1:20) sul filtro. Si secca il filtro in stufa a 110° e si inizia la carbonizzazione con fiamma piccolissima fino a che il filtro è completamente carbonizzato. Si alza la fiamma e si pone il crogiolo in verticale fino a che il precipitato di $Mg_2P_2O_7$ è completamente bianco.

Si calcina in muffola a $1100^\circ C$ per 30 minuti, si raffredda in essiccatore e si porta a costanza di peso.



Calcoli:

$$g \text{ Mg} = g_{Mg_2P_2O_7} \times \frac{2 \text{ Mg}}{Mg_2P_2O_7}$$

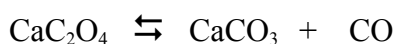
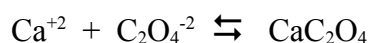
Determinazione del Ca come CaCO₃

Reattivi: HCl 1:1, NH₃ 1:1, (NH₄)₂C₂O₄, Rosso metile, W 42.

La soluzione viene trasferita in becher e diluita a circa 120 ml; si tratta con 2,5 ml di HCl 1:1 e con una soluzione di 2 g di (NH₄)₂C₂O₄ in 50 ml di H₂O, dopo averla scaldata all'ebollizione. A circa 70°C si versa con pipetta goccia a goccia NH₃ 1:1 fino a che l'indicatore rosso metile, aggiunto precedentemente vira dal rosa al giallo. Si tiene a digerire per più di un'ora e si controlla la fine della precipitazione con qualche goccia di Ammonio ossalato.

Si filtra e si lava per decantazione con una soluzione fredda di ossalato di ammonio a 0,1%, fino a scomparsa degli ioni Cl⁻. Dopo essiccamento in stufa a 110°C, si carbonizza molto lentamente e si calcina a CaCO₃ per un'ora a 500°C e si porta a costanza di peso.

Reazioni:



Calcoli:

$$\text{g Ca} = \text{g CaCO}_3 \times \frac{\text{Ca}}{\text{CaCO}_3} = \text{g CaCO}_3 \times 0,4004$$

$$\text{g CaO} = \text{g CaCO}_3 \times \frac{\text{CaO}}{\text{CaCO}_3} = \text{g CaCO}_3 \times 0,5603$$

Determinazione del Ni come Nicheldimetilgliossima e come NiO

Reattivi: HCl 1:1, NH₃ 1:1, (CH₃)₂-C₂(N OH)₂ (dimetilgliossima, soluz. All'1% in alcol etilico), acido tartarico (soluzione di 25 g/l), cartina di indicatore universale.

La soluzione in esame si travasa in becher da 400cc (perfettamente sgrassato) e si diluisce a ca. 250cc. Si scalda fino a ca. 80°C e si aggiungono 5 ml di HCl 1:1 e 25 ml di acido tartarico e quindi 60 ml di dimetilgliossima (se si forma precipitato si solubilizza con HCl 1:1). Si tratta goccia a goccia con NH₃ 1:1 sotto agitazione fino a reazione alcalina (cartina indicatrice universale umida sopra la soluzione).

Si fa digerire per 30 minuti e si controlla l'alcalinità. Si raffredda e si filtra su Gooch G3 (precedentemente tarato a 150°C). Si lava con acqua fredda fino a scomparsa degli ioni Cl⁻ (saggio con HNO₃ + AgNO₃). Si pone il crogiolo in stufa a 150°C per un'ora. Per la determinazione come NiO si calcina il precipitato in muffola a 700°C. I due trattamenti termici si ripetono fino a costanza di peso.

Reazioni:



Calcoli:

$$\text{g Ni} = \text{g } (\text{CH}_3)_2 \text{C}_2(\text{NO})_2 \cdot (\text{CH}_3)_2 \text{C}_2(\text{NOH})_2 \times 0,2032$$

$$\text{g Ni} = \text{g NiO} \times \frac{\text{Ni}}{\text{NiO}} = \text{g NiO} \times 0,7858$$

ACIDIMETRIA E ALCALIMETRIA

Preparazione di una soluzione di NaOH 0,1N

Reattivi: NaOH in pastiglie, H₂O distillata decarbonatata⁽¹⁾.

Si pesano su bilancia tecnica in becher circa 5 g di NaOH. Si lavano con H₂O distillata⁽²⁾ e si gettano le acque di lavaggio. Si portano in soluzione e si trasferiscono con poca H₂O decarbonatata in bottiglia con tappo di gomma. Si diluisce ad 1l.

NOTE: (1) l'acqua decarbonatata elimina l'influenza dell'acido carbonico sul titolo della soluzione.

(2) Il lavaggio serve per eliminare i carbonati depositatisi sulla soda che altererebbero il titolo della soluzione basica.

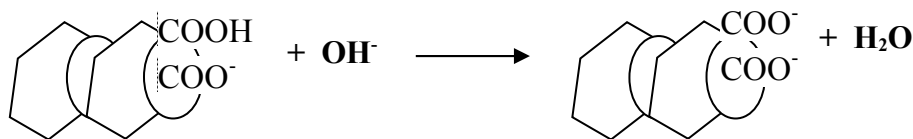
Controllo del titolo di una soluzione di NaOH 0,1N con ftalato acido di potassio

Reattivi: Ftalato acido di Potassio⁽¹⁾ (sostanza madre), fenolftaleina⁽²⁾

Si pesano su bilancia analitica 0,6-0,7 g di ftalato acido di potassio seccato in stufa a 120°C, si trasferiscono in beuta da 300ml aiutandosi con 50-70ml di H₂O decarbonatata⁽³⁾.

Si aggiungono 3-5 gocce di indicatore e si titola a freddo con la soluzione di NaOH di cui si vuol controllare il titolo, fino al viraggio da incolore a rosa.

Reazioni:



Calcoli:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{\text{g Ftalato}}{\text{PE Ftalato}} \times \frac{1000}{V_{(\text{ml}) \text{ NaOH}}}$$

NOTE: (1) si comporta come acido debole monoprotico.

(2) il campo di viraggio della fenolftaleina è pH 8-10 adatto per titolazioni acido debole base forte.

(3) vedi nota (1) su preparazione soluzione NaOH.

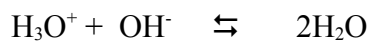
Controllo del titolo di una soluzione di NaOH con HCl 0,1 N standard

Reattivi:

HCl 0,1 N, Fenolftaleina (soluzione allo 0,1 % in alcol a 70°)

Con buretta, dopo avvinamento, si prelevano 25 ml della soluzione da titolare, si diluisce con acqua decarbonatata e si aggiungono 2-3 gocce di fenolftaleina. Si titola a freddo con HCl a titolo noto fino a viraggio da rosa a incolore. Si fa bollire(per eliminare la CO₂) e se ritorna rosa si continua a titolare(a freddo) fino a incolore. Si ripete il controllo con un altro prelievo di 25 ml di NaOH.

Reazioni:



Calcoli:

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{N_{\text{HCl}} \times V_{\text{ml HCl}}}{V_{\text{ml NaOH}}}$$

Preparazione di una soluzione di HCl 0,1 N

Si prepara a partire da una soluzione di HCl conc

Si misura la d dell'acido conc e si trova sulle tabelle del Kuster il % p. si risale alla Normalità:

$$N_1 = \frac{\% \times 1000 \times d}{P E_{HCl}}$$

Si calcola il V_1 da prelevare dalla formula $V_1 N_1 = V_2 N_2$ e si porta a volume con un matraccio tarato da 1000 ml

$$V_1 = \frac{V_2 \times N_2}{N_1}$$

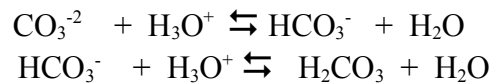
Controllo del titolo di HCl 0,1 N con Na_2CO_3

Reattivi: Na_2CO_3 , rosso metile(soluzione allo 0,1 % in acqua del sale sodico)

Si pesa esattamente una quantità da 0,15 / 0,20 g di Na_2CO_3 seccato in stufa per 2 ore a $260^\circ C$.

Si trasferisce in beuta da 250 ml e si diluisce a 100 ml. Si aggiungono due-tre gocce di rosso metile e si titola con la soluzione di HCl da controllare fino a viraggio da giallo a rosa arancio. Si fa bollire la soluzione per eliminare la CO_2 , si raffredda e se ricompare il colore giallo si continua a titolare fino al nuovo viraggio. Si ripete il controllo con quantità diverse di Na_2CO_3 .

Reazioni:



Calcoli :

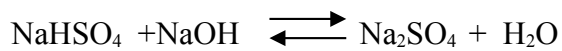
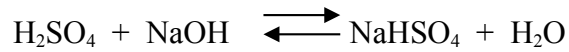
$$N_{HCl} = \frac{g Na_2CO_3 \times 1000}{PE Na_2CO_3 \times ml HCl}$$

Titolazione di una soluzione di H_2SO_4 con NaOH 0,1N

Reattivi: soluzione di NaOH 0,1N standard, rosso di metile

Si porta a 100 ml la soluzione di H_2SO_4 , si prelevano con buretta 10 ml su beuta e si diluiscono a circa 100cc. Si aggiungono 2 – 3 gocce di rosso metile e si titola con la soluzione di NaOH 0,1N. Si ripete la titolazione prelevando sempre 10 ml di H_2SO_4 e si fa la media dei ml di NaOH usati.

Reazioni:



Calcoli:

$$\text{g H}_2\text{SO}_4 = \frac{V(\text{ml})_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}}{1000} \times 10 \times PE_{\text{H}_2\text{SO}_4}$$

Titolazione di H₃PO₄ con NaOH 0,1 N standard

Reattivi: NaOH 0,1 N standard, metil-arancio (soluzione acquosa del sale sodico allo 0,1%), timolftaleina (soluzione alcolica allo 0,1%)

a) Come acido monoprotico.

Indicatore: metil-arancio

Si prelevano 20 ml della soluzione di H₃PO₄ con buretta in una beuta da 250 ml e si diluiscono a circa 60 ÷ 70 ml con acqua decarbonatata. Si aggiungono 3 gocce di metil-arancio e si titola con NaOH standard fino a viraggio giallo.

b) come acido diprotico

Indicatore: timolftaleina

Si prelevano 10 ml della soluzione di H₃PO₄ con buretta in una beuta da 250 ml e si diluiscono a circa 60-70 ml con acqua decarbonatata. Si aggiungono 3 gocce di timolftaleina e si titola con NaOH standard fino a viraggio da incolore a celeste.

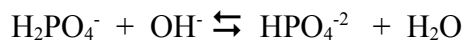
a) Reazione:



Calcolo:

$$\% \text{H}_3\text{PO}_4 = \frac{V(\text{ml})_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}}{1000} \times \text{PE}_{\text{H}_3\text{PO}_4} \times \frac{100}{\text{Prelievo}} \times 6,25$$

b) Reazione:



Calcolo:

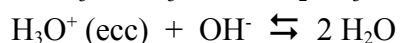
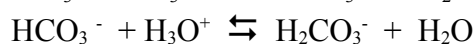
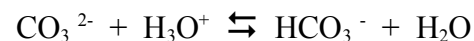
$$\% \text{H}_3\text{PO}_4 = \frac{V(\text{ml})_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}}{1000} \times \text{PE}_{\text{H}_3\text{PO}_4} \times \frac{100}{\text{Prelievo}} \times 12,5$$

Titolazione di CO_3^{2-} con HCl 0,1 N per retrotitolazione con NaOH 0,1 N

Reattivi: NaOH 0,1 N standard, HCl 0,1 N standard, indicatore: metil-arancio.

Si pesano in modo accurato $0,15 \div 0,17$ g di carbonato ($\text{K}_2\text{CO}_3 - \text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{BaCO}_3 - \text{NaHCO}_3$) e si portano in soluzione con H_2O in beuta da 250 ml. Si aggiungono con buretta 50 ml esatti di HCl standard. Si fa bollire per 10 minuti, si raffredda, si aggiungono 3 gocce di metil-arancio e si retrotitola l'eccesso di HCl con NaOH standard fino a viraggio giallo.

Reazioni:



Calcoli:

$$\% \text{CO}_3^{2-} = \left(\frac{V(\text{ml})_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}}}{1000} - \frac{V(\text{ml})_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}}{1000} \right) \times \text{PE}_{\text{CO}_3^{2-}} \times \frac{100}{\text{Prelievo}}$$

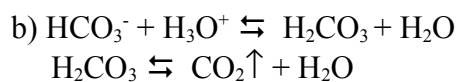
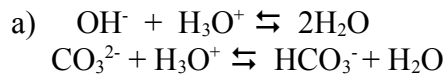
Idrossido e carbonato di sodio nella soda caustica commerciale
(NaOH 1M+ Na₂CO₃)
metodo Warder

Reattivi: HCl 0,1M standard, metil-arancio, fenolftaleina.

Si pesano esattamente 1,... ÷ 2,... g di soda caustica commerciale. Si trasferiscono in matraccio tarato da 250 ml con H₂O decarbonata e si porta a volume .

- a)** Si prelevano 25 ml con buretta e si diluiscono a 100 ml. Si aggiungono 3 gocce di fenolftaleina e si titola con HCl standard fino a viraggio incolore. ($V_1 = \text{ml}_{\text{HCl}}$).
- b)** Si prelevano 25 ml con buretta e si diluiscono a 100 ml. Si aggiungono 3 gocce di metil-arancio e si titola con HCl standard fino a viraggio rosa - arancio. ($V_2 = \text{ml}_{\text{HCl}}$).

Reazioni:



Calcoli:

$$\% \text{ NaOH} = \frac{[N_{\text{HCl}} \times V_2(\text{ml})_{\text{HCl}} - 2(V_2\text{ml}_{\text{HCl}} - V_1\text{ml}_{\text{HCl}})]}{1000} \times 10 \times \text{PE}_{\text{NaOH}} \times \frac{100}{\text{prel.}}$$

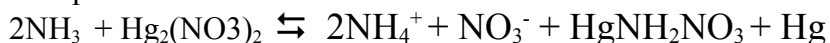
$$\% \text{ Na}_2\text{CO}_3 = \frac{N_{\text{HCl}} \times 2[V_2(\text{ml})_{\text{HCl}} - V_1(\text{ml})_{\text{HCl}}]}{1000} \times 10 \times \text{PE}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \times \frac{100}{\text{prel.}}$$

Titolazione di N₂ e di NH₃ in un sale ammoniacale



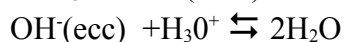
Reattivi: NaOH 0,1 N standard, HCl 0,1 N standard, soluzione all'1% di Hg₂(NO₃)₂, metil-arancio

Si pesano in modo accurato 0,16 – 0,20 g del sale e si portano in soluzione con H₂O in beuta da 250 ml. Si aggiungono con buretta 50ml di NaOH 0,1N e si fa bollire per eliminare l'NH₃ per 15 minuti. Si controlla l'eliminazione di NH₃ con cartina inumidita della soluzione di Hg₂(NO₃)₂ che diventa nera per la reazione:



Si raffredda la soluzione, si aggiungono 3 gocce di metil-arancio e si titola con HCl standard.

Reazioni:



Calcoli:

$$\% \text{N}_2 = \left(\frac{V(\text{ml})_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}}{1000} \right) - \left(\frac{V(\text{ml})_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}}}{1000} \right) \times \text{PEN}_2 \times \frac{100}{\text{prelievo}}$$

$$\% \text{NH}_3 = \left(\frac{V(\text{ml})_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}}{1000} \right) - \left(\frac{V(\text{ml})_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}}}{1000} \right) \times \text{PENH}_3 \times \frac{100}{\text{prelievo}}$$

ARGENTOMETRIA

Preparazione di una soluzione di AgNO₃ 0,1N

Si pesano 17 g di AgNO₃ con bilancia tecnica, si sciolgono con H₂O e si portano a volume in un matraccio da 1l. Si conserva in bottiglia scura al riparo dalla luce.⁽¹⁾

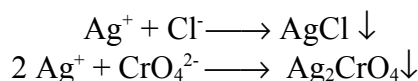
Controllo del titolo di AgNO₃ con il metodo Mohr

Reattivi: NaCl, K₂CrO₄ al 5 %.

Si pesano da 0,12 a 0,16 g di NaCl già seccato in stufa per due ore a 110°C e si portano in soluzione in beuta (becher).

Si aggiungono 2 ml di K₂CrO₄ e si titola rapidamente ⁽²⁾ agitando ⁽³⁾ con la soluzione di AgNO₃ fino a viraggio da giallo canarino a rosa.

Reazioni:



Calcolo:

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{g NaCl} \times 1000}{\text{PE NaCl} \times \text{ml AgNO}_3}$$

Controllo del titolo di AgNO₃ con il metodo Fajans

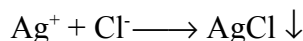
Reattivi: NaCl, diclorofluoresceina (sol alcolica al 0,1% del sale sodico al 70%)

Si pesano da 0,12 a 0,16 g di NaCl già seccato in stufa per due ore a 110°C e si portano in soluzione in beuta (becher) fino a 50 ml.

Si aggiungono 10 gocce di indicatore.

Si titola agitando lentamente⁽⁴⁾ fino a viraggio da bianco caseoso a rosa.

Reazioni:



Calcolo:

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{\text{g NaCl} \times 1000}{\text{PE NaCl} \times \text{ml AgNO}_3}$$

NOTE (1) Il titolo dello standard si abbassa per la decomposizione fotochimica $\text{Ag}^+ + h\nu \longrightarrow \text{Ag}^0 + 1e$

(2) come sopra

(3) L'agitazione si rende necessaria per impedire la precipitazione del Ag₂CrO₄ prima del punto di equivalenza

(4) Il precipitato deve essere il più possibile disperso, per rendere visibile al massimo l'adsorbimento del fluoresceinato sulla sua superficie

Preparazione di una soluzione di NH₄CNS 0,1N

Si pesano 7,6 g di NH_4CNS su bilancia tecnica e si sciolgono in H_2O portando a 1 l.

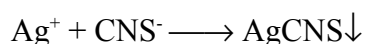
Controllo del titolo di NH_4CNS con il metodo Volhard

Reattivi: AgNO_3 0,1 N standard, HNO_3 (1:1), allume ferrico ammonico (indicatore preparato a freddo del sale più HNO_3 conc. fino a $\text{pH} = 2$).

Si prelevano da buretta 20 ml di AgNO_3 e si diluiscono a 100 ml in beuta da 250 ml.

Si aggiungono 4 ml di HNO_3 e 2 ml di indicatore. Si titola con NH_4CNS agitando continuamente (1)
Fino a colorazione rosa della soluzione.

Reazione:



Calcoli:

$$\text{mlCNS}^- \times \text{NCNS}^- = \text{mlAg}^+ \times \text{N}_{\text{Ag}^+}$$

$$\text{NCNS}^- = \frac{\text{mlAg}^+ \times \text{N}_{\text{Ag}^+}}{\text{mlCNS}^-}$$

NOTE: (1) Si deve ben agitare per evitare l'adsorbimento del tiocianato sul precipitato che potrebbe assumere una colorazione rossastra

INFORMAZIONI

Il metodo mohr si usa per cloruri e bromuri; ioduri e tiocianati vengono tenacemente adsorbiti sul precipitato

Il metodo Fajans può essere utilizzato oltre che per i cloruri, per i bromuri, ioduri e tiocianati.

Con la fluoresceina il pH deve essere esclusivamente 7, con gli alogeno derivati si può lavorare anche in ambiente debolmente acido.

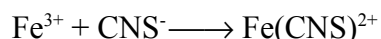
Il metodo Volhard si usa in ambiente acido per HNO_3 ; può essere utilizzato per cloruri, ioduri, bromuri e cianuri.

Determinazione dei cloruri con il metodo Volhard

Reattivi: AgNO_3 0,1N, HNO_3 (1:1), allume ferrico ammonico (indicatore).

La soluzione si porta a volume in matraccio tarato da 100 ml. Si prelevano da buretta 10 ml (20 ml se NaCl) di soluzione in beuta da 300 ml e si aggiungono (se neutra), 4 ml di HNO_3 (1:1) e 50 ml di AgNO_3 0,1N. Si fa bollire per 5 minuti, si raffredda, si aggiunge 1 ml di indicatore e si retrotitola con NH_4CNS 0,1N fino a colorazione rosa.

Reazioni:



Calcoli:

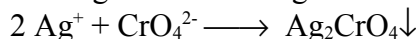
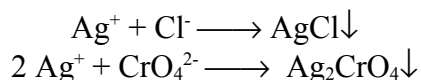
$$\text{g Cl} = \left(\frac{\text{ml Ag}^+ \times \text{N Ag}^+}{1000} - \frac{\text{ml CNS}^- \times \text{N CNS}^-}{1000} \right) \times \text{PE}_{\text{Cl}} \times 5$$

Determinazione dei cloruri con il metodo Mohr

Reattivi: AgNO_3 0,1N standard, CaCO_3 , K_2CrO_4 al 5%.

Si porta la soluzione a volume in matraccio da 100 ml. Si agita e si prelevano da buretta 20 ml di soluzione in beuta da 300 ml (se la soluzione non è neutra si aggiunge CaCO_3)₍₁₎. Si diluisce a circa 80 ml, si aggiungono 2 ml di K_2CrO_4 e si titola sotto lenta agitazione₍₂₎, al riparo dalla luce₍₃₎ con AgNO_3 0,1 N standard fino a viraggio da giallo chiaro a rosa arancio.

Reazioni:



Calcoli:

$$\text{g Cl} = \frac{\text{ml AgNO}_3 \times \text{N AgNO}_3}{1000} \times \text{PE}_{\text{Cl}} \times 5$$

NOTE: (1) Si può neutralizzare anche con bicarbonato di sodio, ossido di magnesio o borace.

(2) L'agitazione si rende necessaria per impedire la precipitazione del Ag_2CrO_4 prima del p.e.

(3) Il titolo dello standard si abbassa per la decomposizione fotochimica $\text{Ag}^+ + h\nu \longrightarrow \text{Ag}^0 + 1e$

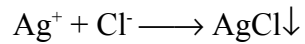
Determinazione dei cloruri con il metodo Fajans

Reattivi: AgNO_3 0,1N, fluoresceina.

La soluzione si porta a volume in matraccio tarato da 100 ml. Si prelevano da buretta 20 ml di soluzione in beuta da 300 ml e si diluiscono a 50 ml.

Si aggiungono 10 gocce di indicatore e si titola cautamente⁽¹⁾ fino a viraggio del precipitato da bianco caseoso a rosa.

Reazioni:



Calcoli:

$$\text{g Cl} = \frac{\text{ml}_{\text{AgNO}_3} \times N_{\text{AgNO}_3}}{1000} \times P_{\text{Cl}} \times 5$$

NOTE: (1) Il precipitato deve essere il più possibile disperso, per rendere visibile al massimo l'adsorbimento del fluoresceinato sulla sua superficie.

OSSIDIMETRIA

Permanganometria

Preparazione di una soluzione di KMnO_4 0,1 N

Si pesano da 3,2 a 3,4 g di KMnO_4 e si portano in soluzione con H_2O bollita. Si porta ad 1 l in bottiglia scura lasciando riposare la soluzione almeno 48 ore prima di controllare il titolo.

Controllo del titolo del KMnO_4 0,1N con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Reattivi: $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, H_2SO_4 (1:4).

Si pesano da 0,2 a 0,3 g di $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ già essiccato in stufa a 110°C , si portano in soluzione con 200 ml di H_2O in beuta da 500 ml. Si aggiungono 30 ml di H_2SO_4 (1:4) e si scalda blandamente a 60°C ⁽¹⁾. Si titola la soluzione con KMnO_4 0,1N⁽²⁾ fino a colorazione rosa persistente per almeno 30 sec.

Reazione:



Calcolo:

$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{g_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times 1000}{PE_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times ml_{\text{KMnO}_4}}$$

NOTE: (1) Se si supera la temperatura di 80°C , l' $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ formatosi per l'aggiunta di H_2SO_4 (1:4), si decompone.

(2) La titolazione deve essere effettuata velocemente per evitare la decomposizione fotochimica del KMnO_4 .

Determinazione del Fe^{3+} (metodo Zimmerman Reinhard)

Reattivi: HCl (1:1), soluzione di SnCl_2 , soluzione satura di HgCl_2 , KMnO_4 0,1 N, reattivo di Zimmerman (MnSO_4 , H_2SO_4 , H_3PO_4).

Alla soluzione in esame si aggiungono 10 ml di HCl (1:1) in un becher da 500 ml e si porta ad incipiente ebollizione.

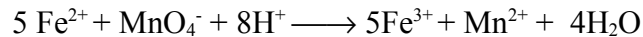
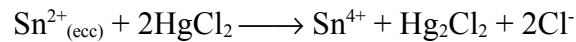
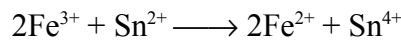
Si aggiunge goccia a goccia SnCl_2 fino a decolorazione della soluzione più 2 – 3 gocce in eccesso.

Si raffredda rapidamente sotto getto di H_2O e si aggiungono tutti in una volta 10 ml di HgCl_2 .

Si ottiene un precipitato bianco sericeo (se il precipitato si presenta di colore grigio si deve ripetere l'analisi).

Si lascia riposare per 5 minuti e si diluisce il tutto con H_2O fino a 300 ml. Si aggiungono 25 ml di reattivo di Zimmerman e si titola con KMnO_4 0,1N fino a colorazione rosa persistente per 15 sec.

Reazioni:



Calcolo:

$$\text{g Fe}^{3+} = \frac{\text{ml}_{\text{MnO}_4^-} \times \text{N}_{\text{MnO}_4^-}}{1000} \times \text{PE}_{\text{Fe}}$$

Determinazione del Ca^{2+} con KMnO_4 0,1N

Reattivi: HCl conc., soluzione al 5% di $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, NH_3 (1:1), H_2SO_4 (1:4), KMnO_4 0,1N, rosso di metile.

Si diluisce la soluzione in esame a 150 ml con H_2O in becher e si aggiungono 10 ml di HCl conc., 3 gocce di rosso metile, 50 ml di $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ al 5% (si porta in soluzione a caldo) sotto agitazione.

Si scalda a 60°C e se la soluzione è torbida si aggiunge ancora HCl conc.

Si aggiunge NH_3 (1:1) goccia a goccia agitando fino a neutralizzazione (vira al giallo).

Si fa digerire il precipitato su piccola fiamma per almeno un'ora. Se la soluzione vira al rosa, si aggiunge NH_3 fino al viraggio giallo.

Si controlla la completa precipitazione con gocce di $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ e si filtra a freddo per decantazione su carta W42.

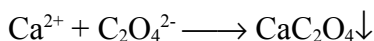
Si lava il precipitato con H_2O fredda con poche gocce di NH_3 fino a scomparsa degli ioni Cl^- .

(saggio con $\text{HNO}_3 + \text{AgNO}_3$) e ioni $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ (saggio con $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{KMnO}_4$), terminando con sola H_2O .

Per recuperare il precipitato sul filtro si tratta alternativamente con H_2SO_4 1:4 (30 ml complessivi) e H_2O bollente. Si buca il filtro e si lava ancora con H_2O bollente. Se necessario si apre e si lava con H_2O .

Alla fine di questa operazione si porta il volume a $150 \div 200$ ml. Si scalda a 60°C e si titola con KMnO_4 fino a colorazione persistente.

Reazioni:



Calcoli:

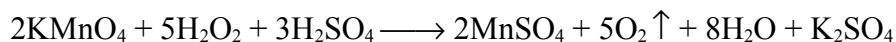
$$\text{g di Ca}^{2+} = \frac{\text{ml MnO}_4^- \times \text{N MnO}_4^-}{1000} \times \text{PE Ca}^{2+}$$

Determinazione di H₂O₂ con KMnO₄ 0,1N

Reattivi: soluzione di H₂SO₄ (1:4), soluzione di KMnO₄ 0,1N.

La soluzione in esame si porta a 100 ml in un pallone contenente già 20 ml di H₂SO₄ (1:4). Si prelevano 10 ml e si titola a freddo con KMnO₄ 0,1N fino a rosa persistente per 30 sec.

Reazioni:



calcoli:

$$V_{\text{O}_2 \text{ (ml)}} = \text{ml}_{\text{MnO}_4^-} * N_{\text{MnO}_4^-} * 5,6 \text{ (a } 0^\circ\text{C e } 760 \text{ mm di Hg)}$$

$$\text{g di H}_2\text{O}_2 = \frac{\text{ml}_{\text{MnO}_4^-} * N_{\text{MnO}_4^-}}{1000} * \text{PE}_{\text{H}_2\text{O}_2}$$

Bicromatometria

Preparazione di una soluzione di $K_2Cr_2O_7$ 0,1N

Il $K_2Cr_2O_7$ è una sostanza madre. Si pesano 4,9 g su bilancia analitica del sale essiccato in stufa a $110^\circ C$ per due ore e si portano ad un litro con H_2O distillata.

Calcolo:

$$N_{Cr_2O_7} = \frac{g_{K_2Cr_2O_7}}{PE_{K_2Cr_2O_7}}$$

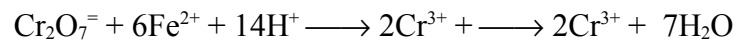
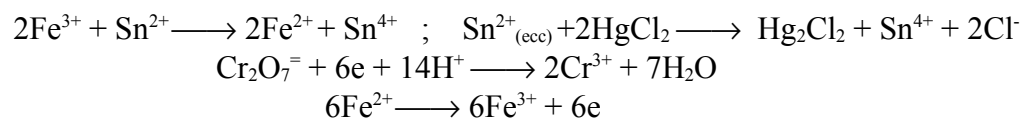
Determinazione del Fe con $K_2Cr_2O_7$ 0,1N

Reattivi: soluzione di HCl (1:1), soluzione di $SnCl_2$, soluzione satura di $HgCl_2$, soluz.di H_2SO_4 (1:4), H_3PO_4 conc., soluzione di $K_2Cr_2O_7$ 0,1N, indicatore ac.difenil-ammino p-solfonico (sale sodico o di Ba^{2+})

Si opera nello stesso modo del Fe secondo Zimmerman Reinhard, si aggiungono 10 ml di H_2SO_4 (1:4) e ml di H_3PO_4 conc. e sei gocce di difenilammina. (si prepara sciogliendo 1 g di sale in 100 cc di H_2SO_4 conc.).

Si titola con $K_2Cr_2O_7$ 0,1N fino a viraggio da verde chiaro a verde scuro

Reazioni:



Calcoli:

$$gFe = \frac{ml_{Cr_2O_7} \times N_{Cr_2O_7}}{1000} \times PA_{Fe}$$

Iodometria

Preparazione di una soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N

Si pesano circa 25 g di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ e si solubilizzano in pallone da 1 l con H_2O decarbonata e fredda.

Si aggiungono 10 mg di HgI_2 oppure 2 g di borace e si porta a volume.

Si fa stabilizzare per 2 giorni in bottiglia a vetro scuro e si controlla il titolo.

Controllo del titolo di una soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N con $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1 N

Reattivi: KI (o soluzione di KI al 10%), NaHCO_3 , soluzione concentrata di HCl, soluzione di $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1N, indicatore salda d'amido¹.

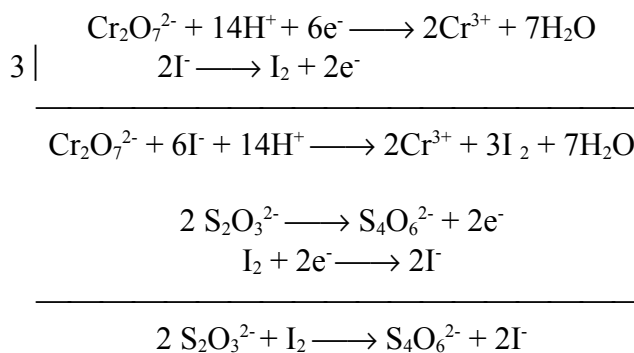
In una beuta a tappo smerigliato da 500 cm³ si sciolgono a freddo 3 g di KI (oppure 25 ml di KI al 10%) e 2 g di NaHCO_3 in 100 ml di H_2O decarbonata.

Si aggiungono lentamente 6 ml di HCl conc. e si fanno sgocciolare da una buretta 30 cm³ di $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1 N agitando.

Si chiude la beuta e si fa riposare per 5 minuti.

Si diluisce con 300 ml di H_2O e si titola con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, agitando. La soluzione diviene giallo-verde per la presenza del sale di Cr^{3+} . Quando la tonalità gialla si è fatta debole si aggiungono 2 ml di salda d'amido (preparata di recente) e si titola fino a quando la soluzione da verde-azzurro scuro vira a verde-celeste.

Reazioni:



Calcoli:

$$N_{\text{S}_2\text{O}_3^{2-}} = \frac{\text{ml}_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}} \times N_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}}}{\text{ml}_{\text{S}_2\text{O}_3^{2-}}}$$

¹ Preparazione della salda d'amido.

A 500 ml di H_2O bollita si aggiungono 5 g di amido solubile. Si scalda fino a completa solubilizzazione, si raffredda e si aggiungono 0,02 g di HgI_2 .

Determinazione del Cu per via iodometrica

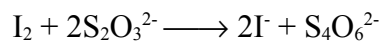
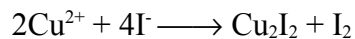
Reattivi: soluzione di H_2SO_4 2N, soluzione di NH_3 (1:4), CH_3COOH , soluzione di KI al 10 %, soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N, NH_4CNS , salda d'amido.

Si porta a 100 ml la soluzione in esame. Si prelevano con buretta 20 ml in beuta da 300 ml a tappo smerigliato e vi si aggiungono 10 ml di H_2SO_4 2N.

Si aggiunge NH_3 (1:4) a gocce agitando fino a colore blu intenso, 10 ml di CH_3COOH glaciale e 30 ml di KI al 10%; si chiude la beuta e si lascia riposare al buio per 5 minuti.

Si titola con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N fino a color crema chiaro, si aggiungono 3 ml di salda d'amido e si continua a titolare aggiungendo 2 g di NH_4CNS (o KCNS) fino a viraggio giallo chiaro.

Reazioni:



Calcoli:

$$\text{g Cu} = \frac{\text{ml } \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \times \text{N } \text{S}_2\text{O}_3^{2-}}{1000} \text{ PE}_{\text{Cu}} \times 5$$

$$\% \text{ Cu} = \frac{\text{ml } \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \times \text{N } \text{S}_2\text{O}_3^{2-}}{1000 \times \text{g campione}} \text{ PE}_{\text{Cu}} \times 5 \times 100$$

Determinazione di H₂O₂ per via iodometrica

Reattivi: soluzione di H₂SO₄ (1:4), KI solido, soluzione di Na₂S₂O₃ 0,1N, salda d'amido.

In un pallone da 100 ml si introducono 20 ml di H₂SO₄ (1:4) e si consegna per il prelievo.

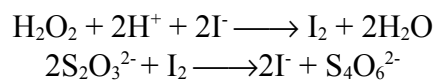
Si porta a volume la soluzione in esame.

Si introducono in una beuta 60 ml di H₂SO₄ (1:4) e si diluisce a 200 ml con H₂O distillata.

Si aggiungono 2 g di KI e 20 ml della soluzione in esame; si tappa e si lascia a riposare per 15-20 minuti.

Si titola con Na₂S₂O₃ fino a giallo paglierino. Si aggiungono 2 ml di salda d'amido e si continua a titolare fino a incolore.

Reazioni:



Calcoli:

$$\text{g H}_2\text{O}_2 = \frac{\text{ml S}_2\text{O}_3^{2-} \times \text{N S}_2\text{O}_3^{2-}}{1000} \times \text{PE H}_2\text{O}_2 \times 5$$

$$\text{V}_{\text{O}_2(\text{ml})} = \text{ml S}_2\text{O}_3^{2-} \times \text{N S}_2\text{O}_3^{2-} \times 5,6 \times 5$$

COMPLESSOMETRIA

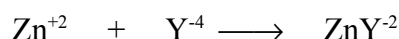
Preparazione di una soluzione di E.D.T.A. 0,05 M

Si pesano 18,7 g del sale bisodico Etilendiamminotetracetico e si sciolgono in 1 l con acqua a caldo.

Controllo del titolo di una soluzione di E.D.T.A. 0,05 M con ZnO

Reattivi: ZnO, soluzione HCl 2 N, soluzione NH₃·H₂O (1:1), soluzione tampone a pH 10 (54 g di NH₄Cl + 300 ml di NH₃·H₂O conc in 1 l di H₂O), soluzione E.D.T.A. 0,05 M, indicatore N.E.T. (1 g di Neroeriocromo T + 99 g di NaCl).

Si pesano 0,1 – 0,15 g di ZnO già essiccato per 2 ore in stufa a 160° C (equivalenti a circa 25 cc di E.D.T.A 0,05 M), su bilancia analitica. Si trasferiscono in beuta e si diluiscono a circa 50 ml. Si trattano con HCl 2 N (165 ml di HCl conc [d = 1,185] portati a un litro) fino a completa dissoluzione (circa 6 cc) e si scaldano blandamente. Si raffredda la soluzione e si diluisce a 100 ml circa. Si neutralizza con NH₃·H₂O (1:1) fino a incipiente intorbidamento. Si aggiungono 10 ml di soluzione tampone a pH 10 e una punta di spatola di indicatore N.E.T. e si titola con E.D.T.A. fino a viraggio da rosso viola a blu.



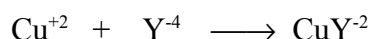
Calcoli:

$$\text{M E.D.T.A.} = \frac{\text{g ZnO} \times 1000}{\text{PM ZnO} \times \text{ml E.D.T.A.}}$$

Determinazione di Cu^{2+} con E.D.T.A. 0,05 M

Reattivi: soluzione di HCl (30 cc di HCl conc + 2 l di H_2O), soluzione di NH_4OH (1:1), soluzione di E.D.T.A. 0,05 M, indicatore muresside (1 g di muresside + 99 g di NaCl).

Si porta al volume di 100 ml la soluzione in esame e si prelevano con buretta 20 cc, si aggiungono 15 ml di soluzione di HCl e si diluisce con H_2O fino a circa 50 cc. Si neutralizza con NH_4OH (1:1) fino a colorazione blu scuro limpido e si diluisce fino a 100 cc. Si aggiunge una punta di spatola di indicatore (muresside) e si titola con E.D.T.A. fino a viraggio azzurro passando per il verde.



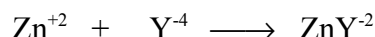
Calcoli:

$$\text{g Cu} = 5 \times \frac{\text{ml}_{\text{E.D.T.A.}} \times M_{\text{E.D.T.A.}}}{1000} \times \text{PA}_{\text{Cu}}$$

Determinazione di Zn^{2+} con E.D.T.A. 0,05 M

Reattivi: soluzione di HCl 2 M (165 ml di HCl conc portati a 1 l), NH_4OH 1:1, soluzione tampone a pH10, E.D.T.A. 0,05 M, indicatore N.E.T.

Si porta al volume di 100 ml la soluzione in esame e si prelevano con buretta 20 cc, si aggiungono 10 ml di HCl 2M e NH_4OH (1:1) fino ad incipiente intorbidamento (circa 3 ml) e 10 ml di soluzione tampone a pH 10. Si aggiunge una punta di spatola di indicatore (N.E.T.) e si titola con E.D.T.A. fino a viraggio da rosso viola a celeste.



Calcoli:

$$\text{g Zn} = 5 \times \frac{\text{ml}_{\text{E.D.T.A.}} \times M_{\text{E.D.T.A.}}}{1000} \times \text{PA}_{\text{Zn}}$$

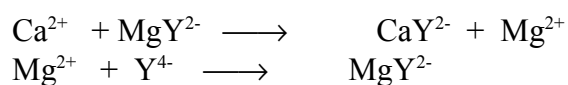
Determinazione del % di Ca^{2+} in un carbonato

Reattivi: CaCO_3 , HCl 2M, NH_4OH 1:1, soluzione tampone a pH10, Mg E.D.T.A.(0,1 g/4 cc)
indicatore N.E.T., E.D.T.A. 0,05M

Si pesano 0,25 g di CaCO_3 seccato in stufa per due ore a 150°C e si trasferiscono in beuta con circa 30 ml di H_2O . si aggiunge HCl 2M goccia a goccia fino a completa dissoluzione del campione (circa 3 ml di HCl 2M) e si fa bollire la soluzione per eliminare la CO_2 .

Si neutralizza con circa 10 ml di NH_4OH (1:1) e si diluisce a 100 ml. Si aggiungono 4 ml di soluzione di Mg E.D.T.A e 5 ml di tampone a pH 10. Si aggiunge l'indicatore e si titola con E.D.T.A. fino a viraggio dal rosso al blu.

Reazioni:



Calcoli:

$$\% \text{Ca} = \frac{\text{ml}_{\text{E.D.T.A}} \times M_{\text{E.D.T.A.}}}{1000 \times \text{g CaCO}_3} \text{PA}_{\text{Ca}} \times 100$$

Dosaggio di miscela alcaline: idrossidi + carbonati ($\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$)

Si pesanog del campione di soda caustica commerciale, impura normalmente per Na_2CO_3 , si sciolgono in acqua e si porta a volume in pallone tarato da 250 ml.

Si prelevano 25 ml di soluzione, si aggiungono 2-3 gocce di fenolftaleina e si titola a freddo con HCl 0,1... N. Il viraggio dell'indicatore da rosa a incolore avverrà quando sarà stato neutralizzato tutto l' NaOH e solo metà del carbonato. Infatti le soluzioni di carbonato sodico, alcaline alla fenolftaleina, divengono neutre per questo indicatore quando il carbonato è stato trasformato in bicarbonato in quantità equivalente alla metà del carbonato. Ciò è dovuto al fatto che la sostituzione del primo H^+ dell' H_2CO_3 avviene ad un pH di circa 8,3 cioè al limite della zona inferiore del viraggio della fenolftaleina, e nella zona alcalina del viraggio sia del metilarancio che del rosso-metile. In pratica tuttavia le soluzioni di bicarbonato sodico possono considerarsi neutre alla fenolftaleina solo se vengono raffreddate a circa 0°C , perché a temperatura ambiente NaHCO_3 subisce già l'idrolisi e accusa una lieve reazione alcalina.

Sia V il numero di ml di HCl 0,1... N usati in questa prima titolazione, e corrispondenti come si è detto a : $\text{NaOH} + \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3$

Ottenuta la decolorazione della soluzione, si aggiungono a questa 2 gocce di metilarancio e si continua a titolare con HCl 0,1... N fino a viraggio da giallo a rosa – arancio.

Sia v il numero dei ml di HCl usati in questa seconda titolazione per neutralizzare il bicarbonato precedentemente formatosi e corrispondente così alla altra metà del carbonato alcalino originariamente presente in soluzione.

$$\text{In definitiva si ha} \quad \left\{ \begin{array}{l} V \text{ (fenolftaleina)} \longrightarrow \text{NaOH} + \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3 \\ v \text{ (metilarancio)} \longrightarrow \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3 \end{array} \right.$$

$$\text{e quindi : } V - v \longrightarrow \text{NaOH} \quad \text{e} \quad 2v \longrightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3$$