
1. PREPARAZIONE DI SOLUZIONI

Le soluzioni utilizzate nell'analisi chimica possono essere di due tipi:

1. **a titolo (o concentrazione) approssimato**, che si utilizzano sia nell'**analisi qualitativa** che nell'**analisi quantitativa**; se vengono utilizzate nell'analisi quantitativa volumetrica queste soluzioni, preparate in un primo tempo a titolo approssimato, devono essere standardizzate prima di essere utilizzate. La **standardizzazione** è una titolazione, perciò un procedimento pratico, il cui risultato serve per determinare con accuratezza il titolo, ovvero la concentrazione accurata; la modalità di preparazione di queste soluzioni, come vedremo in seguito, cambia a seconda della finalità per le quali vengono utilizzate;
2. **a titolo (o concentrazione) accuratamente noto, dette anche soluzioni standard**, aventi un'incertezza che di solito è dello 0,1%; queste soluzioni si utilizzano solo **nell'analisi quantitativa**.

3.1. SOLUZIONI A TITOLO APPROSSIMATO

3.1.a. Da soluti solidi (non standard primari)

Calcoli iniziali

Esempio:

Calcolare la massa in g di $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ al 98% m/m necessaria per preparare 250 mL di soluzione 0,50 M.

3.1.b. Da soluti in soluzione acquosa diluita

Calcoli iniziali

Esempio:

Calcolare il volume in mL di soluzione di HCl 2,5 M da prelevare per preparare 500 mL di soluzione di HCl 0,5 M.

3.1.c. Da soluti in soluzione acquosa concentrata

Calcoli iniziali

Dati relativi alla soluzione concentrata (rilevabili sull'etichetta del recipiente)				
Nome	Formula	Massa Molare (g/mol)	Concentrazione (% m/m)	Densità (g/mL)
Acido acetico	CH_3COOH	60,05	99	1,055
Acido cloridrico	HCl	36,46	37	1,184
Acido fosforico	H_3PO_4	98,00	85	1,689
Acido nitrico	HNO_3	63,01	65	1,391
Acido solforico	H_2SO_4	98,08	96	1,836
Ammoniaca	NH_3	17,03	30	0,898

Tale soluzione è detta "acido acetico glaciale" perché ha un punto di solidificazione di 16,6°C, perciò a 0°C solidifica come fosse acqua, cioè "ghiaccia".

Esempio:

Calcolare il volume in mL di soluzione di H_2SO_4 al 96% m/m da prelevare per preparare 400 mL di soluzione di H_2SO_4 3,5 M.

Parte pratica

- ◆ Pesare su bilancia tecnica (*incertezza $\pm 0,01$ g*) la massa di solido calcolata all'interno di un becher pulito e secco sia all'esterno che all'interno.
- ◆ Versare nel becher un volume di acqua distillata inferiore al volume totale di soluzione da preparare, mescolando con una bacchetta di vetro fino a sciogliere completamente il solido.
- ◆ Se il solido non si scioglie completamente a freddo, scaldare su bunsen fino a completa dissoluzione.
- ◆ Se, anche scaldando, il solido non si scioglie completamente (*il che significa che la soluzione è satura*) occorre filtrare via il solido in eccesso prima di portare a volume: *una soluzione è tale solo se non contiene un corpo di fondo, ovvero è un miscuglio omogeneo.*

Parte pratica

- ◆ Prelevare con un adatto strumento per la misura del volume (*senza frazionare, se possibile, il volume calcolato e con incertezza la più bassa possibile*) il volume di soluzione di partenza calcolato.

Parte pratica

Occorre prestare estrema attenzione quando si diluiscono le soluzioni concentrate di acidi e di base, sia perché esse sono corrosive, sia perché sviluppano calore quando vengono mescolate con acqua.

Occorre lavorare sotto cappa e indossare occhiali e guanti.

Ricordare che occorre aggiungere la soluzione concentrata dentro all'acqua e non viceversa, ovvero

NON DAR MAI DA BERE AD UN ACIDO

- ◆ Preparare in una bacinella di rame un bagno refrigerante di acqua e ghiaccio.
 - ◆ Prelevare con adatto cilindro graduato (*senza frazionare, se possibile, il volume calcolato e con incertezza la più bassa possibile*) (*che può essere anche leggermente bagnato di acqua distillata all'interno*) il volume di soluzione di partenza calcolato.
 - ◆ Versare in un becher di adatta capacità un volume di acqua distillata inferiore a
- [volume totale di soluzione da preparare – volume di soluzione concentrata da prelevare]***
- ◆ Versare lentamente, a filo, il contenuto del cilindro dentro al becher contenente l'acqua distillata, mescolando di continuo con una bacchetta di vetro e controllando che la soluzione non si riscaldi troppo.
 - ◆ Se la soluzione si riscalda eccessivamente, interrompere l'aggiunta della soluzione concentrata ed immergere il becher dentro al bagno refrigerante.
 - ◆ Al termine del mescolamento, a seconda dell'accuratezza richiesta per la preparazione della soluzione, seguire uno dei due seguenti procedimenti:

A seconda dell'accuratezza richiesta per la preparazione della soluzione, proseguire uno dei due seguenti procedimenti:

DIRETTAMENTE IN BECHER

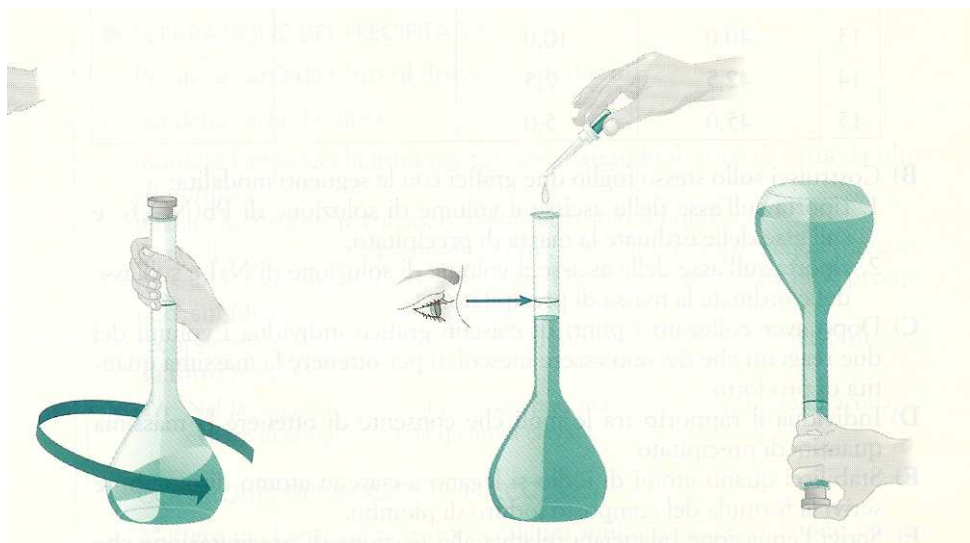
(procedimento meno accurato)

- ◆ Portare a volume la soluzione utilizzando la graduazione del becher. *Se è stato necessario riscaldare, occorre far raffreddare fino a temperatura ambiente prima di compiere tale operazione.*
- ◆ Travasare la soluzione all'interno di un recipiente di vetro o di plastica (che può essere anche leggermente bagnato di acqua distillata all'interno).
- ◆ Chiudere il recipiente con il tappo e capovolgerlo più volte per omogeneizzare la soluzione.
- ◆ Etichettare il recipiente in modo adeguato (*nome alunno, formula e concentrazione della soluzione*).

IN MATRACCIO TARATO

(procedimento più accurato)

- ◆ Preparare la soluzione all'interno di un becher di adatta capacità, quindi travasarla, facendo uso di un imbuto e di un'anella da filtrazione, all'interno di un matraccio tarato (può essere leggermente bagnato all'interno con acqua distillata) di capacità uguale al volume di soluzione da preparare. *Se la soluzione è calda, occorre far raffreddare fino a temperatura ambiente prima di compiere tale operazione.*
- ◆ Lavare il becher con piccoli volumi per volta di acqua distillata, travasando anche questi all'interno del matraccio tarato (*attenzione a non superare la tacca del volume finale*).
- ◆ Portare a volume il matraccio dapprima utilizzando una spruzzetta con acqua distillata, successivamente con un contagocce.
- ◆ Tappare il matraccio tarato e capovolgerlo più volte per omogeneizzare la soluzione.
- ◆ Travasare la soluzione all'interno di un recipiente di vetro o di plastica (che può essere anche leggermente bagnato di acqua distillata all'interno).
- ◆ Etichettare il recipiente in modo adeguato (*nome alunno, formula e concentrazione della soluzione*).



- ◆ Travasare la soluzione all'interno di un recipiente di vetro o di plastica (che può essere anche leggermente bagnato di acqua distillata all'interno).
- ◆ Etichettare il recipiente in modo adeguato (*nome alunno, formula e concentrazione della soluzione*).

3.2. SOLUZIONI A TITOLO ACCURATAMENTE NOTO

Sono soluzioni utilizzate solo nell'**analisi quantitativa volumetrica**, nella quale la determinazione dell'analita si fonda sul postulato che la concentrazione del titolato sia un dato certo e conosciuto.

È evidente pertanto che l'accuratezza del risultato analitico, cioè la sua vicinanza al valore "vero", dipende fortemente da quella con cui è nota la concentrazione del titolante: un valore errato di questa concentrazione comporterebbe un errore sistematico in tutte le analisi condotte con quel titolante.

Occorre perciò prestare molta attenzione nella preparazione delle soluzioni a titolo noto, o soluzioni standard, e all'assegnazione del titolo a ciascuna di esse.

1. Esistono in commercio **soluzioni standard** (certificate dal produttore) **pronte all'uso**, o anche **fiale di soluzioni standard concentrate** che devono essere diluite in modo accurato. Si tratta di un sistema costoso, ma che offre ottime garanzie perché lo scarto massimo dal titolo nominale è molto piccolo, circa dello 0,02%.
2. In alternativa, la soluzione standard può essere preparata in laboratorio portando a volume, in un matraccio tarato, una soluzione contenente una quantità accuratamente nota di soluto. La conoscenza di quest'ultima è possibile, tramite pesata su bilancia analitica, solo se il soluto rientra nella categoria degli **standard primari**, detti anche **sostanze madri**. Sono così definite le sostanze che presentano i seguenti requisiti:
 - a. sono delle sostanze solide a temperatura ambiente;
 - b. possiedono un'elevata purezza ($\geq 98\%$ m/m); l'unica impurezza ammessa è l'umidità, che viene però eliminata in stufa, conservando poi il solido in essiccatore, prima della pesata;
 - c. non sono igroscopiche, cioè non assorbono facilmente l'umidità;
 - d. non sono deliquescenti, cioè non perdono facilmente l'eventuale acqua di cristallizzazione;
 - e. non reagiscono con il solvente (che di solito è acqua distillata di grado analitico), né con le sostanze in esso presenti, come l'anidride carbonica e l'ossigeno;
 - f. reagiscono secondo una reazione stechiometrica ben definita.

Esempio

Confrontiamo il costo di alcuni prodotti commercializzati dalla ditta Carlo Erba per avere a disposizione **1000 mL di soluzione di Acido ossalico (standard primario) 0,0500 M**:

◆ Flacone pronto all'uso (taglio 500 mL)	2 flaconi	Euro	71,12
◆ Fiala da diluire con acqua fino a 1000 mL		Euro	18,10
◆ Acido ossalico solido (Massa molare = 126,07 g/mol; Purezza = 99,5% m/m)		Euro	68,22
◆ Massa di soluto solido da pesare per preparare 1000 mL di slz. 0,0500 M			_____ g
◆ Costo di 1000 mL di slz. preparata con soluto solido		Euro	

3.2.a. Soluzioni a titolo accuratamente noto con standard primari

Sono soluzioni largamente utilizzate nell'analisi quantitativa volumetrica per standardizzare le soluzioni titolanti, i cui soluti, non avendo le caratteristiche degli standard primari, permettono di conoscere dalla pesata effettuata solo la loro concentrazione approssimata.

Calcoli iniziali

La massa di standard primario da pesare per eseguire **una titolazione di standardizzazione** viene calcolata in base ai seguenti criteri:

- ◆ rilevare sull'etichetta dello standard primario disponibile in laboratorio la sua Massa Molare e la sua purezza % m/m;
- ◆ scrivere la reazione bilanciata in forma molecolare che avverrà durante la titolazione di standardizzazione tra lo standard primario e la soluzione a titolo approssimato per ricavare in che rapporto molare esse reagiscono;
- ◆ ipotizzare che la soluzione a titolo approssimato da standardizzare abbia una concentrazione esattamente uguale a quella nominale (0,1 M \pm 0,100 M);
- ◆ ipotizzare che nel corso della titolazione di standardizzazione si voglia utilizzare un volume di soluzione a titolo approssimato compreso tra i 20 e i 30 mL (*se si utilizza una buretta da 50 mL*) per giungere al punto di fine titolazione:
 - non inferiore a 20 mL per non commettere un errore relativo % troppo elevato nella lettura del volume sulla buretta;
 - non superiore a 30 mL per non rischiare, nel corso dell'effettiva titolazione, di superare la capacità totale della buretta).

Standard primario		Soluzione da standardizzare (ipotesi su cui basare i calcoli)	
Nome	Ftalato acido di potassio	Nome	Iodossido di sodio
Formula	$C_6H_4(COOH)(COOK)$	Formula	NaOH
Massa molare	204,22 g/mol	Concentrazione	0,100 mol/L
Purezza	99,5 % m/m	Volume al p.f.t.	25,0 mL

Reazione e calcoli

La massa così calcolata è però sufficiente per eseguire una sola titolazione di standardizzazione.

- ◆ Per poter eseguire altre titolazioni di controllo è necessario quindi preparare una soluzione di standard primario (tenendo conto dei matracci e delle pipette tarate che si hanno a disposizione) **moltiplicando la massa per una titolazione per un fattore f e da questa prelevarne poi un volume 1/f per ciascuna titolazione che si vorrà effettuare.**
- ◆ Alla massa moltiplicata per f aggiungere e sottrarre il suo 1%, determinando così l'**intervallo di massa di standard primario da pesare.**
- ◆ Nella successiva Tabella vengono indicate le modalità più comuni per la preparazione di questa soluzione:

Massa di standard primario per 1 titolazione (g)	Volume totale di soluzione di standard primario (mL)	Prelievo di soluzione di standard primario da effettuare per ogni titolazione (mL)
x 4 volte	100	1/4 del volume totale = 25
x 5 volte	100	1/5 del volume totale = 20
x 5 volte	250	1/5 del volume totale = 50
x 10 volte	250	1/10 del volume totale = 25

Calcoli:

Parte pratica

Il seguente procedimento deve essere eseguito nel modo più scrupoloso e accurato possibile.

- ◆ **Gli standard primari sono conservati già essiccati dentro ad un essiccatore comune alla classe.**
- ◆ Preparare il matraccio tarato (*può essere bagnato all'interno con acqua distillata*) in cui si dovrà sciogliere lo standard primario.
- ◆ Pesare su bilancia analitica (*incertezza $\pm 0,0001$ g*) la massa di standard primario calcolata all'interno di un piccolo becher o di un pesafiltro pulito e secco sia all'esterno che all'interno: una qualunque massa compresa nell'intervallo preventivamente calcolato e pesata con la massima accuratezza (*cioè utilizzando la bilancia analitica in modo corretto*) soddisfa le condizioni richieste dalla standardizzazione. **Questo metodo di pesata viene indicato con l'espressione: pesare accuratamente circa...**
- ◆ La pesata deve essere accurata ma veloce, in modo che il solido non riassorba umidità.
- ◆ **Annotare la massa di standard primario effettivamente pesata: se questo dato sperimentale viene "perso" occorre ricominciare dall'inizio.**
- ◆ Al termine della pesata lo standard primario deve essere ricollocato in essiccatore e lì conservato.
- ◆ Facendo uso di un imbuto e di un'anella da filtrazione, trasferire quantitativamente tutto il solido pesato all'interno del matraccio tarato.
- ◆ Lavare perfettamente il recipiente che conteneva il solido con piccoli volumi per volta di acqua distillata, travasando anche questi all'interno del matraccio tarato (*attenzione a non superare la tacca del volume finale*).
- ◆ Prima di portare a volume sciogliere tutto il solido con leggeri movimenti rotatori del matraccio.
- ◆ Portare a volume il matraccio dapprima utilizzando una spruzzetta con acqua distillata, successivamente con un contagocce.
- ◆ Tappare il matraccio tarato e capovolgerlo più volte per omogeneizzare la soluzione.
- ◆ Con pennarello vetrografico siglare il recipiente in modo adeguato (*nome alunno, formula e concentrazione della soluzione*).
- ◆ **IMPORTANTE: Sarebbe bene non travasare la soluzione all'interno di un recipiente di vetro o di plastica per non introdurre altri elementi di errore nella preparazione della soluzione; se però questo è necessario, è indispensabile non solo lavare perfettamente il recipiente e risciacquarlo con acqua distillata, ma anche avvinarlo due o tre volte con un po' della soluzione che dovrà contenere per non alterare la sua concentrazione.**