



ISTITUTO TECNICO INDUSTRIALE DI STATO
"ENRICO FERMI"



Via Luosi n. 23 – 41124 Modena
Tel: 059211092 059236398 – Fax: 059226478
E-mail: info@fermi.mo.it Pagina web: www.fermi.mo.it

Luisa Capitani

LABORATORIO DI ANALISI CHIMICA

Classe terza

- A. Le operazioni di base e gli strumenti dell'analisi chimica
- B. L'analisi chimica qualitativa
- C. L'analisi chimica quantitativa gravimetrica
- D. L'analisi chimica quantitativa volumetrica

Studente

Classe

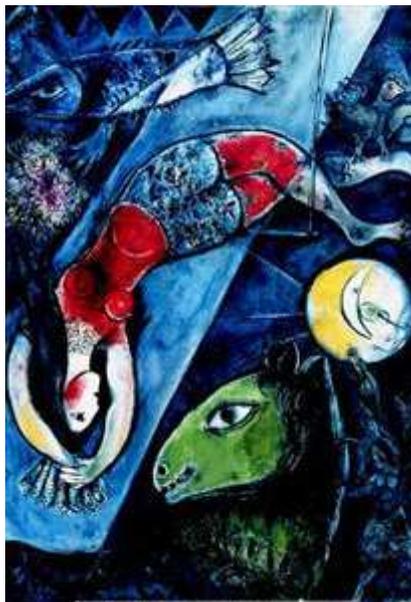
Anno Scolastico

2014 - 2015



DISSOCIAZIONE DELL'ACQUA

Nell'acqua pura, $[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = 10^{-7} \text{ mol/L}$. Solo una molecola su 500 milioni è dissociata in ioni H^+ e OH^- . In questa pagina sono disegnate 300 molecole di acqua, di cui una sola in forma dissociata. In media si dovrebbero passare in rassegna 3000 libri di 600 pagine l'uno come questa prima di trovare una molecola dissociata.



«Quando un lettore si stupisce del fatto che io, chimico, abbia scelto la via dello scrivere, mi sento autorizzato a rispondergli che scrivo proprio perché sono un chimico: il mio vecchio mestiere si è largamente trasfuso nel nuovo».

Primo Levi

MODULO A
LE OPERAZIONI DI BASE E GLI STRUMENTI DELL'ANALISI CHIMICA

1.	L'ANALISI CHIMICA	1
1.1.	Classificazione dei metodi di analisi	1
2.	STRUMENTAZIONE DI BASE	2
2.1.	Il bunsen	2
2.2.	La bilancia	3
2.3.	L'essiccatore	4
2.4.	La stufa e il forno a muffola	5
2.5.	Il pH-metro con elettrodo a vetro	6
2.6.	La vetreria tarata e graduata	7
LABORATORIO	Determinazione della precisione e dell'accuratezza della buretta	12
3.	PREPARAZIONE DI SOLUZIONI	15
3.1.	Soluzioni a titolo approssimato	16
3.2.	Soluzioni a titolo accuratamente noto	19
4.	CONSTRUZIONE DI GRAFICI CON FOGLIO ELETTRONICO	22
4.1.	Curve di titolazione acido – base	22

MODULO B
L'ANALISI CHIMICA QUALITATIVA

5.	L'ANALISI CHIMICA QUALITATIVA	25
5.1.	Classificazione dei metodi	25
5.2.	Il reagentario	26
LABORATORIO	Determinazione della solubilità dei composti ionici in acqua	27
	Determinazione della solubilità dei composti ionici poco solubili in acqua in acido forte	35
6.	SAGGI DI RICONOSCIMENTO DI CATIONI SULLA SOSTANZA SOLIDA INIZIALE	41
6.1.	Saggio alla fiamma per i cationi Ba^{2+} , Ca^{2+} , Cu^{2+} , K^+ , Li^+ , Na^+ , Sr^{2+}	42
6.2.	Saggio per lo ione ammonio, NH_4^+ , con NaOH 2 M	47
7.	SAGGI DI RICONOSCIMENTO DI ANIONI SULLA SOSTANZA SOLIDA INIZIALE	50
7.1.	Saggio per lo ione carbonato, CO_3^{2-} , con HCl concentrato	51
7.2.	Saggio per lo ione carbonato, CO_3^{2-} , con HCl 2 M e $Ba(OH)_2$ slz. satura	52
7.3.	Saggio per gli ioni acetato, CH_3COO^- e solfuro, S^{2-} , con $KHSO_4(s)$	53
7.4.	Saggio per lo ione nitrato, NO_3^- , con NaOH 2 M e Lega di Devarda	55
8.	SAGGI DI RICONOSCIMENTO DI ANIONI SULLA SOLUZIONE ALCALINA	59
8.1.	La soluzione alcalina	60
8.2.	Saggio per gli ioni cloruro, Cl^- , bromuro, Br^- , ioduro, I^- , con HNO_3 2 M e $AgNO_3$ 0,1 M	62
8.3.	Saggio per gli ioni bromuro, Br^- , ioduro, I^- , con CH_3COOH 2 M, NaClO e cicloesano	64
8.4.	Saggio per lo ione solfato, SO_4^{2-} , con HNO_3 2 M e $BaCl_2$ 0,5% m/v	66
8.5.	Saggio per lo ione ossalato, $C_2O_4^{2-}$, con CH_3COOH 2 M e $CaCl_2$ 0,5 M	67
8.6.	Saggio per lo ione fosfato, PO_4^{3-} , con HNO_3 2 M e conc., $NH_4NO_3(s)$ e $(NH_4)_2MoO_4$ 0,06 M	69
9.	ESPERIENZE DI ANALISI CHIMICA QUALITATIVA	70
LABORATORIO	Identificazione di un catione	71
	Identificazione di un composto	74
	Identificazione di un miscuglio di due composti	76
	Identificazione di un miscuglio di più composti	78

MODULO C**L'ANALISI CHIMICA QUANTITATIVA GRAVIMETRICA**

10.	L'ANALISI CHIMICA QUANTITATIVA GRAVIMETRICA	80
10.1.	Classificazione dei metodi	80
11.	TECNICA OPERATIVA GENERALE	81
12.	ESPERIENZE DI ANALISI GRAVIMETRICA	85
LABORATORIO	Determinazione dell'acqua di cristallizzazione di un composto idrato	86
	Determinazione dei solfati come solfato di bario	89

MODULO D**L'ANALISI CHIMICA QUANTITATIVA VOLUMETRICA**

13.	L'ANALISI CHIMICA QUANTITATIVA VOLUMETRICA	94
13.1.	Classificazione dei metodi	95
14.	TECNICA OPERATIVA GENERALE	96
14.1.	Come si calcola la concentrazione accurata di una soluzione dopo standardizzazione con standard primario	97
14.2.	Come si determina il volume di campione da prelevare per la titolazione	98
14.3.	Come si calcola la concentrazione accurata del campione in esame dopo una titolazione	104
15.	TITOLAZIONI ACIDO – BASE	107
15.1.	Curve di titolazione	107
15.2.	Come si ricava il punto di fine titolazione sulla curva di titolazione	116
15.3.	Come si sceglie l'indicatore acido-base sulla curva di titolazione	117
15.4.	Esperienze sulle titolazioni acido – base	119
LABORATORIO	Curva di titolazione di acido forte con base forte	120
	Curva di titolazione di acido debole con base forte	124
	Preparazione e standardizzazione di una soluzione di idrossido di sodio	128
	Preparazione e standardizzazione di una soluzione di acido cloridrico	132
	Determinazione dell'acido solforico	136
	Determinazione del tris-idrossimetilamminometano	139
	Determinazione dell'acido fosforico	143
	Preparazione e verifica di alcune proprietà delle soluzioni tampone	147
16.	TITOLAZIONI COMPLESSOMETRICHE	152
16.1.	Esperienze sulle titolazioni complessometriche	153
LABORATORIO	Preparazione e standardizzazione di una soluzione di EDTA	154
	Determinazione del rame	159
	Determinazione del manganese	163
	Determinazione della durezza totale di un'acqua	167
17.	TITOLAZIONI ARGENTOMETRICHE	171
17.1.	Esperienze sulle titolazioni argentometriche	172
LABORATORIO	Determinazione del prodotto di solubilità dell'acetato d'argento	173
	Preparazione e standardizzazione di una soluzione di argento nitrato	175
	Determinazione dei bromuri	178
	Determinazione dei tiocianati	181
	Determinazione dei cloruri	184
18.	TITOLAZIONI DI OSSIDORIDUZIONE	188
19.	TITOLAZIONI PERMANGANOMETRICHE	190
19.1.	Esperienze sulle titolazioni permanganometriche	192
LABORATORIO	Preparazione e standardizzazione di una soluzione di potassio permanganato	193
	Determinazione del ferro (senza riduzione iniziale)	197
	Determinazione del ferro (con riduzione iniziale) – Metodo di Zimmermann – Reinhardt	200
	Determinazione dell'acqua ossigenata	203
	Determinazione dei persolfati	207
	Determinazione del calcio	210

20.	TITOLAZIONI CON IL SISTEMA IODIO - IODURO	213
20.1.	Titolazioni iodometriche	215
20.2	Titolazioni iodimetriche	216
20.3	Esperienze sulle titolazioni iodometriche e iodimetriche.....	217
LABORATORIO	Preparazione e standardizzazione di una soluzione di sodio tiosolfato	218
	Determinazione del rame	222
	Determinazione del cloro attivo negli ipocloriti.....	225
	Determinazione dell'ossigeno disciolto	228
	Determinazione dell'acqua ossigenata	230
	Preparazione e standardizzazione di una soluzione di iodio.....	233
	Determinazione dei solfiti (titolazione iodimetrica diretta)	236
	Determinazione dei solfiti (titolazione iodimetrica di ritorno)	239
	Determinazione dello stagno.....	242
	Determinazione della vitamina C	245
21.	ANALISI VOLUMETRICA FINALE	248

Il premio Nobel per la chimica (1981) Roald Hoffmann sostiene che l'ignoranza della chimica costituisce una seria barriera per lo sviluppo democratico di una civiltà. Hoffmann insiste parecchio su un punto: la cosiddetta gente comune ha il dovere, sì, di essere informata correttamente su scelte che riguardano l'ingegneria genetica, il rischio e i benefici che alcune fabbriche possono, ad esempio, arrecare o offrire a una comunità, ma, di contro, la gente comune ha il dovere di studiare chimica abbastanza bene, affinché possa resistere sia alle rassicuranti seduzioni dei chimici esperti (quelli che secondo Hoffmann sono capaci di vendersi al miglior offerente), sia all'atteggiamento apocalittico dei letterati puri che, da veri presuntuosi, sono fermamente convinti di essere così fortunati da vedere la fine del mondo. È fondamentale, secondo Hoffmann, che la chimica si rivolga soprattutto agli studenti delle discipline umanistiche, ai cittadini informati, ai non professionisti: «Nuovi chimici, brillanti trasformatori di materia usciranno dai corsi di chimica. Essi però non saranno in grado di sfruttare appieno le loro potenzialità se noi non insegneremo a quel 99% di persone che non sono chimici, cosa fanno i chimici».

ANTONIO PASCALE, tratto dal libro **Scienza e sentimento**,
Einaudi Editore, 2008

Il segno del chimico

tratto da *L'altrui mestiere*
di Primo Levi

Si racconta che i massoni si riconoscessero tra loro grattandosi reciprocamente il palmo della mano nell'atto in cui si stringevano la mano. Proporrei che i chimici (o gli ex chimici, come me) della mia generazione, quando vengono fra loro presentati, si mostrino a vicenda il palmo della mano destra: la maggior parte di loro, verso il centro, là dove il tendine flessore del dito medio incrocia quella che i chiromaniti chiamano la linea della testa, conserva una cicatrice professionale altamente specifica di cui spiegherò l'origine.

Oggi, nei laboratori chimici, si montano in pochi minuti apparecchi anche molto complessi usando vetreria a cono smerigliato unificato: è un sistema rapido e pulito, i giunti tengono bene anche al vuoto, i pezzi sono intercambiabili, ce n'è un vasto assortimento, e il montaggio è semplice come giocare con il Lego o il Meccano. Ma fin verso il 1940 i coni unificati, in Italia, erano sconosciuti o costosissimi, comunque preclusi agli studenti.

Per la tenuta, si usavano tappi di sughero o di gomma; quando (cosa frequente, ad esempio, per collegare un pallone con un refrigerante) occorre infilare in un tappo forato un tubo di vetro piegato a squadra, si afferrava quest'ultimo e si premeva girando: spesso il vetro si rompeva, e il troncone affilato si piantava nella mano: sarebbe stato facile, anzi doveroso, avvertire gli adepti di questo piccolo pericolo agevolmente prevenibile: ma è noto che, in qualche oscuro recesso tribale della nostra natura, sopravvive un impulso che ci spinge a far sì che ogni iniziazione sia dolorosa, sia memorabile e lasci il segno. Questo, nel palmo della mano operante, era il nostro segno: di chimici ancora un poco alchimisti, ancora un poco costituiti in setta segreta.

Del resto, e sempre in materia di tenuta ermetica, i professori più anziani ci parlavano ancora, con curiosa nostalgia, dei «luti», usati dai pionieri della chimica al tempo in cui i tappi stessi non esistevano: erano impasti (*lutum*, in latino, è il fango) di argilla e olio di lino, o di litargirio e glicerina, o di amianto e silicato, o altro ancora, che servivano a collegare i loro rozzi attrezzi. Ne è un lontano figlio il mastice per vetri rossiccio, a base di minio, che è caduto in disuso da qualche decennio.

Veramente l'ingresso in laboratorio aveva in sé qualcosa del rituale iniziatico. C'era il camice bianco, per ragazzi e ragazze: solo qualche eretico, o desideroso di apparire tale, lo portava grigio o nero. C'era la spatola nel taschino, insegna della corporazione. C'era la cerimonia della consegna della vetreria: fragile, sacra perché fragile, e se romperai pagherai; per la prima volta nella carriera scolastica, anzi nella vita, rispondevi di qualcosa non tuo, che ti veniva solennemente affidato (contro ricevuta firmata).

Ne nasceva un curioso commercio. Spesso, un vetro malamente esposto alla fiamma libera faceva un *tic* sinistro e si incrinava. Se l'incrinatura era piccola, si faceva finta di niente, sperando che alla riconsegna il magazzino non la notasse; se era grossa, il pezzo veniva messo all'asta: a qualcosa poteva ancora servire. Poteva servire a quello a cui era andata male una preparazione, o che aveva seminato un precipitato da pesare, o che comunque, anche per ragioni private, aveva bisogno di scaricarsi i nervi; acquistava per poche lire il vetro ferito, e pubblicamente, con la maggior violenza possibile, lo scaraventava contro il muro sopra l'acquaio.

L'enorme acquaio e i suoi dintorni erano sede di un perenne assembramento. Ci si andava per fumare, per chiacchierare, ed anche per corteggiare le ragazze: ma il lavoro di laboratorio, specie quello di analisi, è serio ed impegnativo, ed anche in sede di corteggiamento era difficile scrollarsi di dosso l'ansia che vi era connessa. C'era un vivace scambio di informazioni, consigli e lamenti.

Era strano: essere rimandati ad un esame orale non era certo gradevole, ma veniva preso sportivamente, sia dall'interessato, sia dai suoi colleghi; era più un infortunio che un fallimento, era una disavventura da raccontare con una certa allegria, quasi con vanto, come quando ci si prende una distorsione sciando. Sbagliare un'analisi era più brutto: forse perché, inconsciamente, ci si rendeva conto che il giudizio degli uomini (in questo caso dei professori) è arbitrario e contestabile, mentre il giudizio delle cose è sempre inesorabile e giusto: è una legge uguale per tutti.

Chi aveva «perso» un elemento in analisi qualitativa non se ne vantava mai; tanto meno si vantava quello che invece ne aveva «inventato» uno, aveva cioè, nel misterioso grammo di polverina che ci veniva sottoposto, trovato qualcosa che non c'era. Il primo poteva essere un distratto o un miope; il secondo, solo uno sciocco: un conto è non vedere quello che c'è, un altro vedere quello che non c'è.

Sotto molti aspetti le due analisi, qualitativa e quantitativa, differivano da tutto quanto fino allora avessimo visto o fatto. Non a caso spesso i valori individuali si capovolgevano, come avveniva a ginnastica nelle scuole medie. I «primi della classe» dalla memoria proverbiale, i trionfatori degli esami orali, bravi a sciogliere le intricatezze della chimica teorica, bravi ad esporre le nozioni acquisite, o magari anche a gabellare per capite le cose non capite, capaci di mostrare sicurezza anche quando non l'avevano, a volte anche dotati di eccellente ingegno, davanti alla pratica di laboratorio non sempre facevano buona prova. Qui occorre altre virtù: umiltà, pazienza, metodo, abilità manuale; ed anche, perché no? Buona vista e olfatto, resistenza nervosa e muscolare, resilienza davanti agli insuccessi.

Soprattutto l'analisi quantitativa, nella sua variante detta ponderale, era un esercizio estenuante. Il pedagogo, professore o assistente, consegnava ad ogni studente una fiala che conteneva, in soluzione, una quantità sconosciuta di un elemento. Bisognava «precipitarlo», cioè renderlo insolubile, mediante un certo reattivo e sotto rigide modalità; raccoglierlo *tutto* (spesso era un lavoro di ore) su un filtro; lavararlo; essiccarlo; calcinarlo; lasciarlo raffreddare e pesarlo alla bilancia di precisione. La sequenza non lasciava spazio all'iniziativa, comportava snervanti tempi morti e un'attenzione maniacale; non era un lavoro attraente, assomigliava troppo a quanto potrebbe fare una macchina (e infatti, oggi lo fanno le macchine, molto meglio e più presto degli uomini).

Posso confessarlo, ora che molti decenni sono passati: il trenta che ho riportato nel 1940 all'esame di chimica quantitativa non era meritato, o meglio, veniva a premiare un merito ambiguo. Mi era venuto in mente di compilare i risultati ottenuti dai miei colleghi nel dosaggio dell'elemento su cui verteva l'esame pratico, e mi ero accorto che, a meno di piccoli scarti, erano «quantizzati»: erano multipli interi di un certo valore:

Non c'era nulla di metafisico, ed il significato era chiaro: per risparmiare tempo e fatica, il professore, invece di pesare per ogni candidato, più o meno a caso, la sua porzioncina, si doveva servire di una buretta, cioè di un lungo tubo verticale calibrato e graduato, assegnando a ciascuno un numero intero di centimetri cubi di soluzione.

Me ne accertai entrando un giorno, con un pretesto, nella camera segreta dove si preparavano i quiz materializzati: sì, la buretta era lì, bene in vista, ancora piena della soluzione azzurrina. Bastava eseguire l'analisi anche in modo corrivo, e poi arrotondare al più prossimo dei gradini della mia scala. Comunicai la mia illegale scoperta solo a due amici intimi, che ebbero trenta come me.

Non so se tuttora le analisi quantitative vengano somministrate con questo sistema. Se sì, valga questa confessione per i professori e per gli studenti pigri. Purtroppo, il trucco non ha alcun valore negli innumerevoli casi pratici in cui il chimico, ormai laureato, viene posto davanti al triste compito di una determinazione quantitativa su una materia di origine vegetale, animale o minerale (o anche commerciale). Come è noto, la natura non fa salti, o almeno non macroscopici.

In laboratorio le ragazze si trovavano più a loro agio dei maschi. In un tempo in cui, almeno in Italia, il femminismo non aveva ancora alcun peso, le studentesse ravvisavano una rassicurante continuità tra il lavoro casalingo e quello di laboratorio: quest'ultimo era solo un po' più preciso nelle prescrizioni, ma l'analogia era evidente, e il disagio della novità proporzionalmente minore. Fra noi era diventato gradevole costume che alle cinque le colleghe offrissero il tè confezionato nella vetreria da lavoro; qualche volta, perfino accompagnato da minuscoli biscotti sperimentali, frettolosi e dissacratori, confezionati con amido e distasi e cotti nel fornello di essiccazione dei precipitati.

Nonostante gli inconvenienti sopra detti, credo che ogni chimico conservi del laboratorio universitario un ricordo dolce e pieno di nostalgia. Non soltanto perché vi si nutriva una *camaraderie* intensa, legata al lavoro comune, ma perché se ne usciva, ogni sera e più acutamente a fine corso,

con la sensazione di avere «imparato a fare una cosa»; il che, la vita lo insegna, è diverso dall'aver «imparato una cosa»

