

Le relazioni devono essere pdf (non allegare file xls usati per i calcoli)

entro il **22 dicembre** (esame il 17 gennaio (probabilmente))

l'esame è a domande aperte (non es. con calcoli), bisogna descrivere ciò che si è fatto in laboratorio

Titolazione acido/base: consegnare la relazione tramite form

Titolazione complessometrica: compilare file form

Determinazione fosfati: consegnare la relazione tramite form

ESAME: 2 CFU, prova scritta in 30 minuti (in un girone diverso rispetto agli altri 2 moduli)

La valutazione dei 2 CFU terrà conto delle esperienze di laboratorio e di una prova scritta.

La prova scritta consisterà in due domande aperte sui protocolli/metodi utilizzati in laboratorio.

Per le esperienze di laboratorio verrà assegnato un **+0.3 per ogni relazione se il dato viene misurato e presentato correttamente**. Il totale verrà sommato al voto in trentesimi della prova scritta. Se le relazioni non vengono consegnate (o vengono consegnate in ritardo) verrà assegnato un punteggio di **-1 per ogni relazione mancante**

Titolazioni acido/base

- **Determinazione titolo aceto commerciale.** *Una volta inseriti nella beuta un numero noto di equivalenti (prelievo volume noto di campione o pesata esatta) è possibile aggiungere un volume non noto di acqua prima di iniziare la misura. Perché non cambia il numero degli equivalenti, non stiamo guardando la concentrazione.*
- **Determinazione concentrazione acido fosforico:**
 - (a) titolazione potenziometrica utilizzando misure di mV, non occorre tarare lo strumento, il punto equivalente viene determinato dalla curva s vs mL, non dal solo valore dei mV. *Una volta inseriti nella beuta un numero noto di equivalenti (prelievo volume noto di campione o pesata esatta) è possibile aggiungere un volume non noto di acqua prima di iniziare la misura*
 - (b) Misura del pH. Lo strumento va prima tarato in modo da eliminare gli errori strumentali associati ad una risposta diversa da elettrodo nerstiano. In questo caso *non si deve aggiungere acqua al campione di cui misurare il pH* altrimenti viene modificata la concentrazione di H⁺ e quindi la misura del pH

Titolazioni complessometriche

- **determinazione durezza dell'acqua.** Come nella titolazione dell'aceto durante la titolazione si agita manualmente man mano che il titolante viene aggiunto. Occorre agitare molto bene e attendere qualche secondo prima di proseguire con l'aggiunta del titolante per favorire la completa reazione del complessante aggiunto prima con il Ca e Mg libero poi con quello legato all'indicatore.

Determinazione spettrofotometrica

- **Determinazione concentrazione di fosfati in un campione di acqua.** E' stato utilizzato un metodo di riferimento per le analisi delle acque, caratterizzato da un basso LoD. Questo impone di lavorare in maniera estremamente controllata (accurata) e riproducibile. Si lavora per calibrazione con il metodo degli standard esterni: preparazione del bianco e soluzioni standard. Applicazione del protocollo identico al bianco, campioni std e campione incognito (il segnale di A misurato deve dipendere solo dalla concentrazione di analita-fosfato).

Le relazioni devono essere allegate al form in formato pdf. Devono contenere le seguenti sezioni per un massimo di 3 pagine, compresi eventuali grafici/tabelle aggiunte.

Titolo

*Es. Determinazione della concentrazione di **aceto commerciale***

Metodo analitico (se si è usato un metodo strumentale aggiungere il tipo di strumento utilizzato per leggere il segnale)

*Es. **Analisi volumetrica/ titolazione acido/base***

Reagenti e campione (non la vetreria a disposizione, solo i **reagenti necessari**)

ES. Titolante: NaOH X M

Aceto commerciale, indicatore,.....

Protocollo (breve descrizione del protocollo usato per la determinazione quantitativa)

Es. Si titolano x mL di una soluzione X (diluizione 1/10 di aceto commerciale in acqua distillata), osservando il punto di viraggio da trasparente a rosa dell'indicatore...

Risultati (con unità di misura!)

ES. V titolante = ... V soluzione aceto = ...

Calcoli e commento ai risultati

Dare il risultato con intervallo confidenza e unità di misura e corretto numero di cifre significative. Specificare i gradi di libertà (numero ripetute utilizzate per il calcolo delle medie).

Commentare il risultato:

- valutare la precisione: se nella determinazione dell'intervallo di confidenza delle concentrazioni determinate risulta un dato poco preciso provare a fare ipotesi del perché.
- valutare accuratezza: se c'è un dato noto confrontare con il valore ottenuto. per le titolazioni acido base confrontare la concentrazione aceto ottenuta con il valore 6% dichiarato
- confronto del risultato ottenuto con due metodi: confrontare la concentrazione ottenuta di acido fosforico con la titolazione e tramite misura pH
- commentare la «validità» del metodo: per la determinazione dei fosfati commentare la curva di calibrazione valutando se si è ottenuta una buona linearità e in caso contrario fare ipotesi del perché.

ES. Conc aceto (% CH₃COOH) +/- Δc Il valore ottenuto è concorde con il 6% dichiarato nella confezione di aceto

Il valore ottenuto è superiore al valore dichiarato sulla confezione, probabilmente questo è dovuto ad un errore nella preparazione della diluizione di aceto che quindi risulta superiore allo 0,6% .

lavoriamo per interpolazione, non per estrapolazione (abbiamo interpolato il dato x, ...)