

Attrezzatura di laboratorio per l'analisi quantitativa

Misure di massa

Le misure di massa in laboratorio sono effettuate utilizzando le bilance che permettono il confronto del peso dell'oggetto in esame con il peso di masse di riferimento.

Le normali bilance elettroniche in commercio sono classificabili in:

- **ANALITICHE:** elevata sensibilità e alta risoluzione
- **TECNICHE:** utilizzate per pesare q.tà relativamente grandi e che non richiedono una elevata risoluzione ma un'alta portata

Bilance analitiche per misure di massa

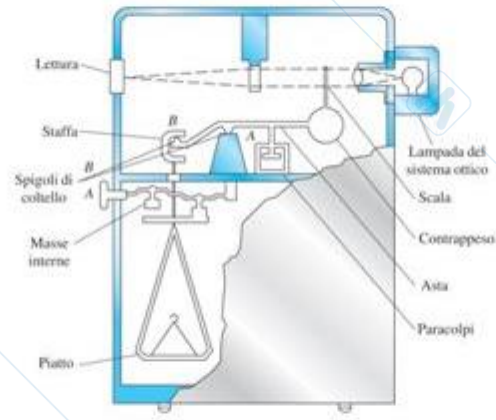
La bilancia ci permette di determinare la massa di un campione.

Spesso la si chiama pesata, ma deve essere chiara la differenza fra **peso** (che è il prodotto della massa per l'accelerazione di gravità, che quindi dipende dal valore di g nel luogo di pesata) e **massa** (proprietà costante almeno in reazioni non nucleari).

La massa è misurata per confronto del peso dell'oggetto in esame con il peso di masse di riferimento.



**Bilancia analitica
a due piatti**



**Bilancia analitica
meccanica a piatto unico**



**Bilancia analitica
elettronica**



MODALITA' DI PESATA

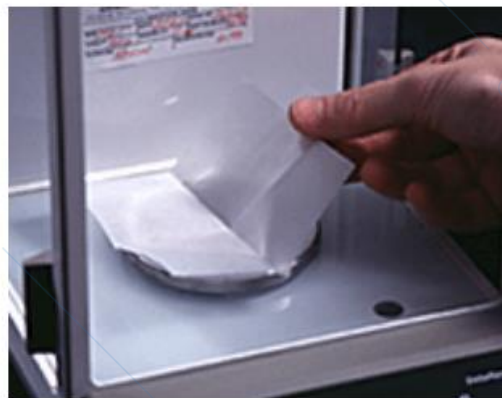
1. Pesata diretta

LA BILANCIA ANALITICA ELETTRONICA





Accendere la bilancia ed attendere che sul display compaia 0.0000 g



Aprire uno sportello e porre sul piatto un contenitore adatto all'oggetto da pesare (un pezzetto di carta o un pesafiltro).



Chiudere lo sportello e attendere che il peso sia costante.



**Premere la barra per azzerare la bilancia
(operazione di tara)**

**Aggiungere con cautela la sostanza da pesare,
fino ad avvicinarsi al peso voluto.**



**Chiudere lo sportello e
attendere che il peso sia
stabile, una volta stabilizzato
annotare il peso sul quaderno
di laboratorio con tutte le cifre
decimali.**



MODALITA' DI PESATA

2. Pesata per differenza

(da utilizzare per sostanze igroscopiche e liquidi)

- Pesare il pesafiltro con il contenuto
- Versare parte del contenuto nel recipiente di raccolta
- Pesare nuovamente pesafiltro e il contenuto rimasto
- La massa della sostanza trasferita nel recipiente di raccolta viene determinata per differenza

Precauzioni per l'uso corretto delle bilance:

- La bilancia deve essere collocata in un **opportuno locale**, salabrilmente, separato dal laboratorio per minimizzare l'azione corrosiva di gas o fumi.
- La bilancia deve essere collocata su un **tavolo anti-vibrante**, posta a livello con piedini regolabili attraverso una bolla.
- Quando non in uso, va lasciata bloccata, con gli sportelli chiusi, ricoperta con custodia.
- La sostanza da pesare deve essere contenuta in **appositi recipienti** (pesafiltri di vetro o polietilene, vetri d'orologio, navicelle) puliti ed essiccati, mantenuti alla stessa T della bilancia. In caso di forti differenze di T, possono crearsi delle convettive d'aria sopra il piatto e portare a false pesate.
- **Non si deve sporcare o sovraccaricare il piattello**; nel caso in cui cada parte della sostanza, deve essere immediatamente rimossa utilizzando il pennello; non si devono mai usare solventi.
- **Il piatto non va toccato con le dita**; gli oggetti da pesare vanno maneggiati con le pinze e in ogni modo evitando il contatto diretto con le dita

Operazioni per l'uso corretto della bilancia elettronica analitica

1. Dopo l'accensione effettuare la **calibrazione** (manuale o automatica)
2. **Pulire** il piatto con opportuno pennello
3. Inserire la navicella da pesata di dimensioni idonee rispetto alla massa da pesare
4. Chiudere lo sportello ed aspettare fino a che il valore di massa sia stabile e quindi effettuare la taratura
5. Trasferire con opportuna spatola (perfettamente pulita ed asciutta) il materiale nella navicella
6. Per registrare il valore di massa, chiudere lo sportello ed attendere che il valore di massa si stabilizzi
7. Trasferire la sostanza pesata nel recipiente di raccolta
8. Pulire accuratamente il piatto con opportuno pennello

Fonti di errore nella pesata

Errore di spinta fluidostatica: è l'errore di pesata che si verifica quando l'oggetto che si sta pesando ha una densità abbastanza diversa da quella delle masse standard.

Effetto della temperatura: si commette un errore significativo quando si pesa un oggetto con temperatura differente rispetto a quella ambiente.

Altre fonti di errore:

- Materiale non al centro del piatto
- Manipolazione non corretta del campione (fuoriuscita dalla navicella)
- Sportello bilancia tenuto aperto
- Vibrazioni eccessive
- Uso di mani nude per recipienti per la tara (le dita possono trasferire umidità o grasso che influenzano la pesata)
- Pesata di oggetti e campioni che hanno una carica elettrostatica
- Navicella di pesata di dimensioni non idonee
- Pesata su bilancia non calibrata
- Impiego di spatole contaminate
- Confusione sulle scale di conversione
- Cattiva manutenzione e pulizia bilancia

Misure di volume

Vetreteria Graduata

Cilindri

Il cilindro graduato è uno degli strumenti di precisione media che il chimico utilizza in laboratorio. Si tratta di un tubo con una estremità chiusa e dotata di supporto e l'altra aperta con un piccolo beccuccio per facilitare le operazioni di travaso. È generalmente costruito con vetro borosilicato o vetro pyrex e viene usato per misurazioni o dosaggi di volumi di liquidi.

Pipetta

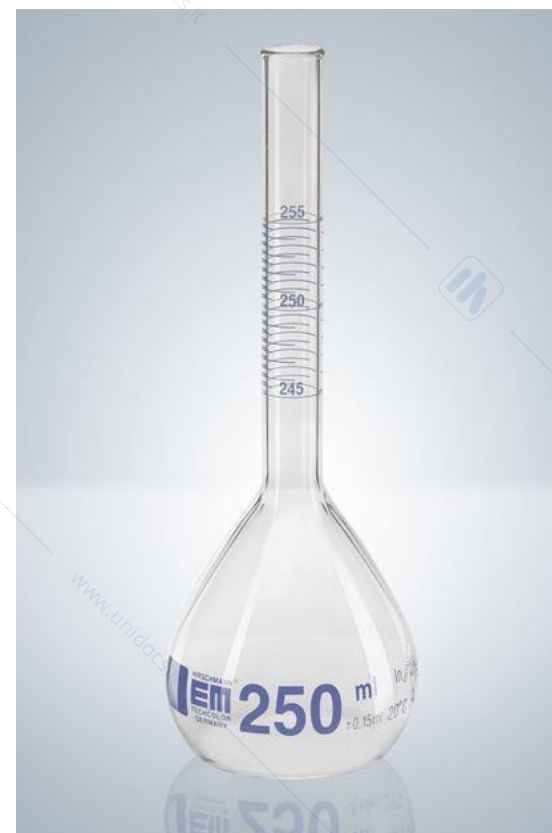
Mediante una pipetta è possibile prelevare quantità definite o non definite di un liquido. Le pipette tarate presentano una scala graduata che permette di misurare la quantità esatta di liquido prelevato. Nella misura è prevista dal costruttore una tolleranza, o errore sistematico, che ne inficia la precisione e che è funzione di vari fattori, come il grado di precisione della scala graduata, la capienza della pipetta, la tipologia di materiale usato.



Vetreria Graduata

Matraccio

Un matraccio è un recipiente tarato, provvisto di tappo ermetico, sono contenitori il cui volume è fisso ed indicato da una tacca sul collo. Vengono usati per la preparazione di soluzioni a titolo noto. Sono tarati per “riempimento” e generalmente, oltre al volume di taratura viene indicata sul matraccio la tolleranza di misura del volume (accuratezza, o sensibilità) e la temperatura alla quale la taratura è stata effettuata (normalmente 20°C). Per portare a volume la soluzione in un matraccio occorre riempirlo fino a quando il menisco inferiore della soluzione di riempimento diventa tangente alla tacca di misura tracciata sul collo del matraccio stesso.

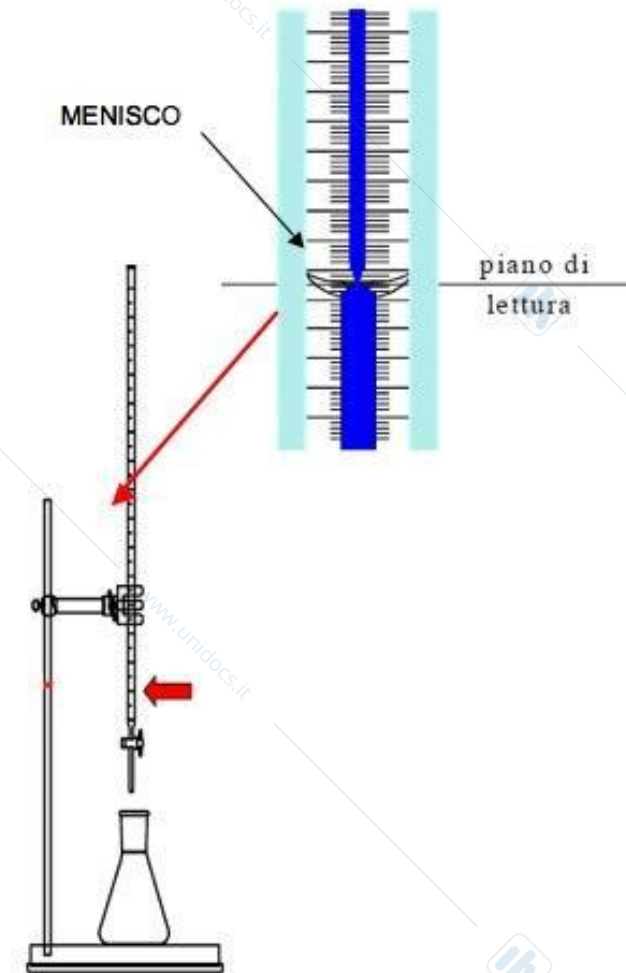


Vetreteria Graduata

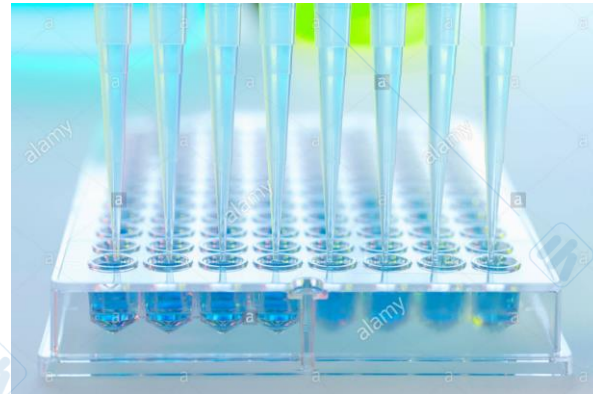
Buretta

È uno strumento di misurazione costituito da un tubo di vetro graduato utilizzato nei laboratori chimici per la misurazione accurata di liquidi. Viene riempita caricandola dall'alto e dosando esattamente il volume di soluzione agendo sul rubinetto posto in fondo. Viene utilizzata di solito nelle titolazioni ed in prove sperimentali in cui è necessario dosare un liquido con precisione.

Le burette sono classificate per precisione, le burette di classe A sono precise fino a $\pm 0,05$.



Micropipette



Analisi volumetrica

L'analisi volumetrica è la procedura o il metodo analitico secondo cui è possibile risalire al titolo (Concentrazione) di un analita in soluzione misurando il volume di una soluzione standard di un opportuno reagente a titolo esattamente noto impiegato nell'operazione.

Alla base del procedimento vi è una reazione tra la sostanza detta **titolante** e l'**analita** detto **titolando o titolato**.

Il procedimento più comune consiste nell'erogare il titolante con una buretta in una beuta contenente la soluzione incognita; questa tecnica analitica prende il nome di **titolazione**.

titolazioni

Si basano su diverse reazioni:

- neutralizzazione
- precipitazione
- complessazione
- ossido-riduzione

Caratteristiche delle titolazioni

- la reazione su cui si basa deve essere completa
(L'equilibrio deve essere spostato completamente a destra)
- la reazione deve essere rapida
- la stechiometria della reazione deve essere nota
- il punto finale della titolazione identificabile e riproducibile

Il titolo corrisponde alla concentrazione del reattivo.

Come dovrebbe essere ormai noto, la concentrazione può essere espressa in diversi modi.

$$\text{Molarità (M)} = \frac{\text{Moli}}{\text{Litro}}$$

$$\text{Moli} = \frac{\text{Massa (g)}}{\text{Peso molecolare (g/mol)}}$$

Millimol = 1/1000 di mole

$$\text{Normalità (N)} = \frac{\text{Numero equivalenti}}{\text{Litro}}$$

$$\text{Neq} = \frac{\text{Massa (g)}}{\text{Peso equivalente (PEq)}}$$

Millieq = 1/1000 di equivalenti

punto di equivalenza

una titolazione viene eseguita mediante lenta aggiunta di una soluzione standard da una buretta ad una soluzione dell'analita fino a che la reazione tra i due non viene giudicata completa.

Ma quando una titolazione può essere giudicata completa?

una titolazione può considerarsi terminata quando gli equivalenti di titolante e di analita sono uguali (punto equivalente).

Il punto di equivalenza è proprio quel punto della titolazione in cui la quantità di titolante aggiunta è esattamente quella richiesta dalla reazione stechiometrica dell'analita.

Il punto di equivalenza costituisce il risultato ideale da ricercare in una titolazione. Ciò che effettivamente si misura è il punto finale attraverso un'improvvisa variazione di una proprietà fisica o chimica della soluzione.

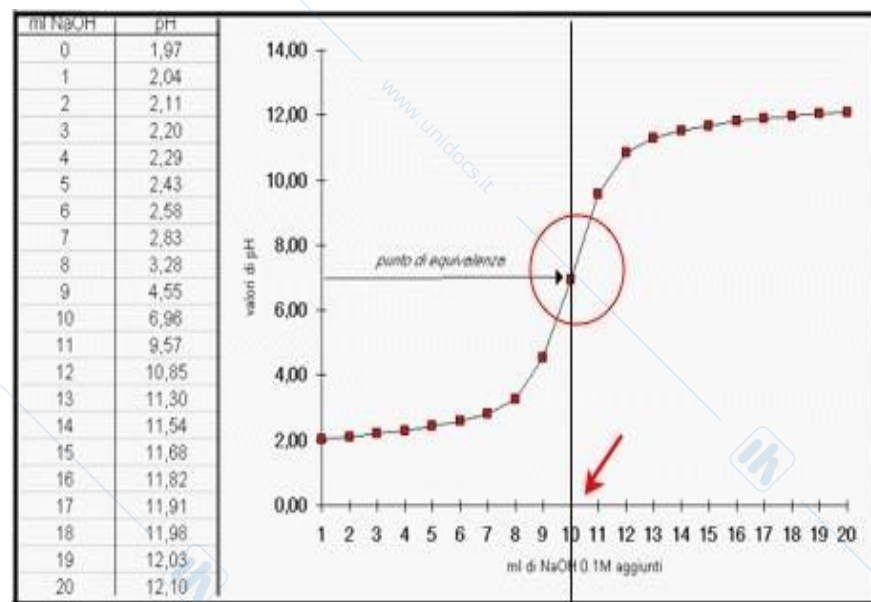
Variazioni chimico fisiche associate al punto di equivalenza della titolazione:

- cambiamento di colore dell'analita o di una sostanza appositamente introdotta definita indicatore
- intorbidamento della soluzione per formazione di una fase insolubile
- variazione della conducibilità elettrica della soluzione
- variazione della differenza di potenziale tra due elettrodi immersi nella soluzione
- variazione dell'indice di rifrazione della soluzione
- variazione della temperatura
- variazione della quantità di corrente che passa attraverso la soluzione

Curve di titolazione

Per tutti i tipi di titolazioni è possibile costruire le curve teoriche di titolazione; queste servono a capire la base teorica dei punti finali e le sorgenti degli errori di titolazione. Esse consistono in un diagramma che ha sull'asse delle ascisse il volume del reagente e su quello delle ordinate una qualche funzione della concentrazione dell'analita o del reagente.

Di norma la curva risultante è una sigmoide, nella quale le osservazioni importanti sono limitate ad una piccola zona (da $\pm 0,1$ a $\pm 0,5$ mL) intorno al punto di equivalenza.



Indicatore

Il punto finale di una titolazione si evidenzia in genere mediante l'uso di indicatori. Con il termine indicatore si intende un composto, o un sistema costituito da più composti, in grado di subire delle modificazioni facilmente osservabili, generalmente il colore, in funzione dell'ambiente chimico in cui si trova.

Oltre agli indicatori, possono essere adoperati degli strumenti (Chimica Analitica Strumentale) per rilevare il punto di equivalenza. Questi rispondono a certe proprietà della soluzione che cambiano in modo caratteristico durante la titolazione. Fra tali strumenti ci sono i voltmetri, gli amperometri, gli ohmmetri, i colorimetri, i pHmetri, i registratori di temperatura o i rifrattometri.

Le soluzioni standard

La validità di un procedimento analitico dipende dalla conoscenza della quantità di uno dei reagenti utilizzati. E' possibile conoscere la concentrazione esattamente nota del titolante.

standard primario (sostanza madre): è un composto, sufficientemente puro, dal quale si può preparare la soluzione standard pesandone (Misura gravimetrica) direttamente una certa quantità e quindi diluendo fino ad un volume definito di soluzione, in un matraccio.

standard secondario: è una sostanza la cui concentrazione è stata determinata in riferimento ad uno standard primario (standardizzazione)