

Allegato A

**ESAMI DI STATO PER L'ABILITAZIONE ALL'ESERCIZIO DELLA
PROFESSIONE DI CHIMICO**

Sessione GIUGNO 2014

**TITOLI PRIMA PROVA SCRITTA
Sezione B**

BUSTA n. 1 (sorteggiata)



1. L'atomo: struttura e caratteristiche.
2. Tecniche cromatografiche: principi ed applicazioni.
3. La costante di equilibrio: cosa rappresenta e come si valuta.

BUSTA N. 2

1. Il legame chimico
2. Il pH: cosa esprime e come si misura.
3. I vetri: caratteristiche, proprietà e tecniche di preparazione.

BUSTA N. 3

1. La distillazione sotto vuoto in ambito di laboratorio ed industriale.
2. Proprietà periodiche e proprietà chimiche di un gruppo del sistema periodico.
3. Metodi sperimentali di analisi termica.

Allegato A

**ESAMI DI STATO PER L'ABILITAZIONE ALL'ESERCIZIO DELLA
PROFESSIONE DI CHIMICO**

Sessione GIUGNO 2014

**TITOLI SECONDA PROVA SCRITTA
Sezione B**

BUSTA n. 1

1. La chimica dell'azoto e la produzione di ammoniaca.
2. Metodi chimici e strumentazione di uso comune in un campo dell'attività professionale del chimico.
3. Concetti di catalisi ed applicazione: descrivere un processo industriale o una sintesi di laboratorio.

BUSTA n. 2

1. Metodi di indagine per la determinazione di impurezze in un campione.
2. Analisi delle acque potabili.
3. Il gruppo carbonilico: esempi e descrizione di gruppi funzionali contenenti ossigeno legato con legame multiplo al carbonio (aldeidi, chetoni, ammidi, esteri ecc.)

BUSTA n. 3

1. Correlazione tra legame chimico e proprietà dei materiali.
2. Applicazione della cromatografia HPLC alla determinazione quali-quantitativa di una miscela.
3. Polimeri e loro caratterizzazione.

Allegato A

**ESAMI DI STATO PER L'ABILITAZIONE ALL'ESERCIZIO DELLA
PROFESSIONE DI CHIMICO**

Sessione GIUGNO 2014

**PROVA PRATICA
Sezione B**

BUSTA n° 1 (SORTEGGIATA)



**DETERMINAZIONE DELLA DUREZZA DI UN CAMPIONE DI ACQUA
DESTINATA ALL'USO UMANO**

DESCRIZIONE DEGLI ANALITI E PRINCIPIO DEL METODO

Si determina la durezza totale di un campione di acqua potabile per titolazione complessometrica. Dettagli sull'analisi non vengono forniti direttamente, ma si richiede che il candidato interpreti in maniera critica la metodica ufficiale allegata, fornita dall'Istituto Superiore di Sanità ai sensi del D.Lgs. 31/2001, e la applichi adeguatamente al campione fornito.

APPARECCHIATURE, VETRERIA, REAGENTI

- bunsen a norma per gas metano dotato di treppiede e reticella;
- burette capacità 50 mL;
- beute capacità 250/300 mL, pipetta graduata da 10 mL;
- soluzione acquosa di HCl 2 M;
- soluzione tampone ammoniacale pH 10;
- soluzione indicatore Nero Eriocromo T ;

NOTE DI SICUREZZA

- Utilizzare i DPI e indossare abiti adeguati per lavorare in laboratorio.
- Manipolare con cura i reagenti e seguire le indicazioni del responsabile per lo smaltimento.
- Prelevare e trasferire nella propria soluzione il tampone ammoniacale sotto cappa aspirante.

PROCEDURA

- Si faccia riferimento alla metodica fornita.

Tenere presente che, nei pressi del punto di viraggio, è utile scaldare blandamente la soluzione per favorire la rottura del complesso tra l'indicatore e gli analiti.



CALCOLI ED ESPRESSIONE DEL RISULTATO

Eseguire almeno tre repliche del parametro descritto sulla metodica allegata come “Durezza totale” e utilizzare il valore medio di durezza così determinata per fornire il risultato finale.

Esprimere adeguatamente la durezza totale come milligrammi di CaCO_3 (il composto più rappresentativo) su un litro di acqua; indicarla inoltre, come è d'uso convenzionalmente sulle etichettature delle acque minerali, in gradi francesi ($^\circ\text{f}$).

Stilare una breve relazione sintetica sull'attività svolta, aggiungere eventuali osservazioni critiche sulla metodica utilizzata e classificare l'acqua analizzata secondo il criterio indicato nella tabella seguente: tenere presente che non vi è un limite di legge per la durezza, ma vengono indicati valori guida per le acque destinate ad uso umano compresi tra 7 e 54 $^\circ\text{f}$.

“DUREZZA TOTALE”	
<i>Contenuto di ioni di calcio e magnesio espresso in gradi francesi $^\circ\text{f}$</i>	
Valore	Tipo di acqua
Minore di 7	Molto dolce
7-14	Dolce
15-22	Poco dura
23-32	Mediamente dura
33-54	Dura
maggiore di 54	Molto Dura

BUSTA n° 2

DETERMINAZIONE DEL GRADO DI ACIDITA' DI UN ACETO COMMERCIALE DI VINO BIANCO

DESCRIZIONE DEGLI ANALITI E PRINCIPIO DEL METODO

L'aceto è una soluzione acquosa di numerose sostanze organiche ed inorganiche in tracce e contenente il 3-6% di acidi organici, di cui il più massivamente presente è l'acido acetico frutto dell'ossidazione dell'etanolo da parte di alcuni batteri del genere *Acetobacter*.

La determinazione viene eseguita tramite una titolazione di neutralizzazione, utilizzando la fenolftaleina come indicatore per determinare il punto equivalente del viraggio. Vista la colorazione rosa tenue della soluzione virata, dovuta alla goccia in eccesso di titolante (idrossido di sodio), il metodo è limitato agli aceti incolori (come nel caso del nostro campione), quasi incolori o opportunamente decolorati.

APPARECCHIATURE, VETRERIA, REAGENTI

- burette capacità 50 mL;

- pipette tarate per prelievi da 20,0 mL;
- beute capacità 250/300 mL;
- soluzione acquosa di idrossido di sodio a titolo noto circa 0,1 M;
- soluzione fenolftaleina 0,1% in etanolo.



NOTE DI SICUREZZA

- Utilizzare i DPI e indossare abiti adeguati per lavorare in laboratorio.
- Manipolare con cura i reagenti e seguire le indicazioni del responsabile per lo smaltimento.
- Assicurarsi non vi siano fiamme libere nelle immediate vicinanze durante l'utilizzo della soluzione alcolica di fenolftaleina.

PROCEDURA

- Si preleva un campione di 20,0 mL di aceto con l'apposita pipetta tarata e lo si porta a volume in un matraccio tarato da 200 mL con acqua deionizzata.
- Si preleva dal matraccio un'aliquota da 20,0 mL di aceto diluito e la si trasferisce in una beuta.
- Diluire fino a circa 100 mL l'aliquota nella beuta e aggiungere 2-3 gocce di indicatore.
- Procedere alla titolazione con la soluzione acquosa di NaOH, fino a viraggio rosa tenue persistente della soluzione.
- Eseguire almeno tre repliche.

CALCOLI ED ESPRESSIONE DEL RISULTATO

L'acidità di un aceto è espressa convenzionalmente come percentuale massa/volume di acido acetico in acqua: utilizzare come massa molecolare dell'acido acetico il valore di 60 g/mol. Utilizzare il valore medio di acidità così determinata su almeno tre repliche congruenti e stilare una breve relazione sull'attività svolta: verificare che il valore ottenuto sia conforme alle linee guida delle normative in materia che prevedono per l'etichettatura come aceto di vino bianco un valore minimo di acido acetico pari al 6%.

BUSTA n° 3

DETERMINAZIONE DELL'ACIDITA' DI UN CAMPIONE DI LATTE DESTINATO AD USO UMANO

DESCRIZIONE DEGLI ANALITI E PRINCIPIO DEL METODO

Un campione di latte viene analizzato e valutato in funzione del parametro di acidità, determinato tramite una titolazione acido-base utilizzando come titolante una soluzione di idrossido di sodio standardizzata e come indicatore una soluzione di fenolftaleina.

Risulta importante fornire una prima distinzione tra pH del latte ed il suo grado di acidità: mentre il pH è semplicemente la misura della concentrazione degli ioni idrogeno liberi presenti nella soluzione, il grado di acidità del latte è dato anche dalla somma delle funzioni acide apportate dalle proteine (principalmente caseina) e dai sali minerali (fosfati, citrati, anidride carbonica disciolta), oltre che dagli acidi organici deboli (principalmente acido lattico e alcuni acidi grassi). Questa viene anche detta “acidità titolabile” e, insieme ad altri parametri, consente di valutare sia le attitudini alimentari sia l'utilizzo industriale del latte in esame (ad esempio è uno dei principali parametri per differenziare il latte destinato ad uso umano o destinato a caseifici per la produzione di formaggio).

APPARECCHIATURE, VETRERIA, REAGENTI



- buretta capacità 25 mL;
- pipetta tarata per prelievi da 50,0 mL;
- beute capacità 250/300 mL;
- soluzione acquosa di idrossido di sodio a titolo noto circa 0,1 M;
- soluzione fenolftaleina 0,1% in etanolo.

NOTE DI SICUREZZA

- Utilizzare i DPI e indossare abiti adeguati per lavorare in laboratorio.
- Manipolare con cura i reagenti e seguire le indicazioni del responsabile per lo smaltimento.
- Assicurarsi non vi siano fiamme libere nelle immediate vicinanze durante l'utilizzo della soluzione alcolica di fenolftaleina

PROCEDURA

- Prelevare un'aliquota di 50,0 mL di latte, versandola quantitativamente in una beuta di capacità pari a 250/300 mL.
- Aggiungere 2 -3 gocce di soluzione di fenolftaleina.
- Titolare lentamente l'aliquota con la soluzione di NaOH a titolo noto.
- Proseguire fino a viraggio dell'indicatore (rosa tenue persistente almeno 10-20 secondi).
- Eseguire almeno tre repliche.

CALCOLI ED ESPRESSIONE DEL RISULTATO

L'acidità del latte viene generalmente indicata in equivalenti di acido lattico, ossia il valore in g per litro di latte di acido lattico, come se tutta l'acidità fosse fornita solo da questo composto: i valori indicativi per il latte destinato ad uso umano sono tra 1,0 e 2,2 g/L.

Utilizzare come massa molecolare dell'acido lattico il valore di 90 g/mol e fornire il risultato con la media aritmetica delle tre determinazioni.

Invece le unità di misura più utilizzate a livello industriale sono principalmente tre:

- Gradi °SH Soxhlet-Henkel: sono usati in Italia e nell'industria svizzera e tedesca.

E' il volume in mL di NaOH 0,25 N necessari per neutralizzare la fenolftaleina (pH viraggio circa 8.4) per 100 mL di latte.

- Gradi °D Dornic: sono usati in Francia.

E' il volume in mL di NaOH al 0,1 N necessari per neutralizzare 100 mL di latte.

- Gradi °T Turner: sono usati in Inghilterra e U.S.A.

E' il volume in mL di NaOH al 0,1 N necessari per neutralizzare 10 mL di latte.

I valori a lattazione fresca sono compresi tra 4,5 e 6,5 e possono crescere nel latte fresco destinato ad uso umano (compresi in genere tra 6.5 e 8 °SH); valori molto più bassi possono indicare presenza di malattie nella vacca o di cattiva alimentazione; valori alti comportano difficoltà operative nei trattamenti di sterilizzazione (9 °SH); a 10 °SH il latte non sopporta la cottura o la pastorizzazione e a 25 ° SH il latte inizia a coagulare già a temperatura ambiente.

Elaborare i risultati ottenuti in gradi Soxhlet – Henkel e classificare grossolanamente il latte seguendo questa tabella:

MACROCLASSIFICAZIONE °SH	
Valore	Tipo di acqua
Minore di 6,5	ipoacido
7-8	normale
Maggiore di 8,5	iperacido





DETERMINAZIONE DELLA DUREZZA TOTALE. METODO TITRIMETRICO ALL' EDTA



0. Generalità e definizioni

Con il termine "durezza" di un'acqua si identifica la caratteristica connessa alla limitata capacità dell'acqua a sciogliere saponi sodici e potassici quando siano presenti ioni bivalenti alcalino-terrosi (Ca^{2+} e Mg^{2+}) che determinano la precipitazione dei saponi stessi sotto forma dei corrispondenti sali di calcio e magnesio. Si distinguono diverse tipologie di durezza:

" Durezza temporanea "

E' il contenuto salino attribuibile ai sali di calcio e magnesio sotto forma di bicarbonati. Questi quando sottoposti a riscaldamento, all'ebollizione precipitano come carbonati a seguito della perdita dell'anidride carbonica (CO_2) presente nel campione.

" Durezza permanente "

E' il contenuto salino di un'acqua in ioni calcio e magnesio che non hanno subito trasformazioni a seguito del processo di ebollizione in quanto derivanti dalla ionizzazione o dalla dissociazione dei corrispondenti cloruri, nitrati, solfati, ecc.

" Durezza totale "

E' il contenuto in ioni calcio e magnesio espresso come carbonato di calcio (CaCO_3), che corrisponde alla somma della durezza permanente e della durezza temporanea. Questa viene determinata sull'acqua prima di essere sottoposta a trattamento termico.

La durezza temporanea viene pertanto valutata come differenza tra la durezza totale e la durezza permanente.

1. Campo di applicazione

La procedura analitica viene utilizzata per le acque sorgive, di falda, di fiume, di lago e acque da destinare al consumo umano dopo adeguati trattamenti.

2. Principio del metodo

La procedura analitica si basa sulla titolazione complessometrica degli ioni calcio e magnesio, disciolti nel campione tamponato a pH 10, con una soluzione di sale disodico dell'acido etilendiamminotetracetico (EDTA) in presenza di eriocromo T come indicatore. In tali condizioni il campione da titolare assume un colore rosso-violetto che al raggiungimento del punto equivalente (quando tutti gli ioni calcio e magnesio sono stati complessati dall'EDTA) vira al blu.



3. Interferenze e cause di errore

In acque con elevato contenuto di altri ioni alcalino-terrosi e di ioni metallici appartenenti al terzo gruppo, la determinazione della *durezza totale* può essere affetta da errori in eccesso rispetto al valore calcolato a partire dal contenuto reale in ioni calcio e magnesio. Ciò è dovuto al consumo di EDTA da parte dei suddetti ioni polivalenti interferenti.

4. Campionamento e conservazione dei campioni

Prelevare i campioni in bottiglie di vetro o polietilene, pulite con acido cloridrico, detersivo e risciacquate con acqua distillata o demineralizzata. L'analisi va eseguita al più presto possibile; se necessario conservare i campioni al buio e a 4°C per non più di 24 ore. I campioni devono essere riportati a temperatura ambiente prima della misura.

Il volume minimo di campione per la determinazione deve essere pari a 100 mL.

5. Apparecchiatura

Tutta la vetreria graduata utilizzata per l'esecuzione di questa analisi deve avere una precisione almeno equivalente alla classe "B" e preferibilmente deve essere di classe "A".

6. Reagenti

Nel corso dell'analisi, se non è altrimenti indicato, utilizzare solo reagenti di riconosciuta qualità analitica ed acqua distillata o acqua di purezza equivalente.

6.1. Soluzione di EDTA 0,01 M

Essiccare per 2 ore a 80°C il sale disodico diidrato dell'EDTA ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$); pesare 3,725 g di sale essiccato, scioglierlo in acqua e portare al volume di 1000 mL in un matraccio tarato. Conservare la soluzione di EDTA in bottiglia di polietilene e controllare la sua concentrazione periodicamente.

6.2. Soluzione tampone di ammonio cloruro (NH_4Cl) e del sale di sodio e magnesio dell'EDTA

Sciogliere 67,5 g di ammonio cloruro (NH_4Cl) in 570 mL di soluzione di ammoniaca al 25% m/m, aggiungere 5,0 g del sale di sodio e magnesio dell'EDTA e portare a 1000 mL con acqua.

6.3. Soluzione di ione calcio di riferimento ($CaCO_3$ 0,01 M)

Essiccare circa 2,0 g di $CaCO_3$ puro per 2 ore a 150°C, lasciare raffreddare a temperatura ambiente in essiccatore. Pesare 1,0010 g di $CaCO_3$ essiccato, porre in una beuta da 500 mL, inumidire con acqua, aggiungere goccia a goccia una soluzione di HCl 4 mL/L finché il carbonato sia disciolto. Evitare un eccesso di acido; aggiungere 200 mL di acqua e bollire per alcuni minuti per liberare la CO_2 dalla soluzione. Raffreddare a temperatura ambiente, aggiungere alcune gocce di indicatore rosso metile, aggiungere ammoniaca 3 M finché la soluzione ritorna di colore arancio. Trasferire quantitativamente la soluzione in un matraccio tarato da 1000 mL, portare a volume con acqua ed omogeneizzare.

6.4. Indicatore nero eriocromo T (MB 11) [sale sodico dell'acido (1-idrossi-2-naftilazo)-2-naftol-6 nitro-4-solfonico]

Miscelare accuratamente 0,2 g di MB 11 ($C_{20}H_{12}N_3O_7SNa$) in 75 mL di trietanolammina e 25 mL di etanolo. In alternativa al "mordent black" si può usare come indicatore l'eriocromo T (nero).



7. Procedure di misura

7.1. Standardizzazione della soluzione di EDTA (6.1.)

Standardizzare la soluzione (6.1.) verso la soluzione di riferimento di ioni calcio (6.3.) tramite la procedura descritta al punto (7.2.), usando 20 mL della soluzione di riferimento di ioni calcio (6.3.) diluiti a 50 mL con acqua. La concentrazione C_1 della soluzione di EDTA, espressa in moli/L, è data da:

$$C_1 = \frac{C_2 \cdot V_1}{V_2}$$

dove:

- C_2 = concentrazione, espressa in moli/L, della soluzione di riferimento di ioni calcio (6.3.);
 V_1 = volume, espresso in mL, della soluzione di riferimento di ioni calcio (nel nostro caso 20 mL);
 V_2 = volume, espresso in mL, di soluzione di EDTA usato per la standardizzazione.

7.2. Determinazione

Per mezzo di una pipetta tarata, trasferire 50,0 mL del campione da analizzare in una beuta da 250 mL, aggiungere 4 mL di tampone (6.2.) e circa 0,2 g di indicatore MB 11 (6.4.). Agitare e titolare immediatamente con la soluzione di EDTA (6.1.) tramite buretta e sotto continua agitazione. Titolare piuttosto rapidamente all'inizio e più lentamente verso la fine; il punto finale si raggiunge quando il colore cambia al blu netto. Il colore non dovrebbe cambiare aggiungendo un'ulteriore goccia di soluzione di EDTA.

8. Calcolo ed espressione dei risultati

La durezza totale può essere espressa secondo scale di riferimento di tipo francese (F), tedesco (T) ed inglese (I).

In Tabella 1 sono riportati i fattori di conversione tra le diverse scale di riferimento e la conversione al contenuto in mg/L di $CaCO_3$ e in mg/L di CaO.

La durezza, espressa in gradi francesi °F, è data da:

$$\text{Durezza (°F)} = \frac{V_3 \cdot M \cdot 10}{V_4}$$

dove:

- V_3 = volume, in mL, consumato per la titolazione del campione (7.2.);
 M = molarità esatta della soluzione di EDTA (6.1.);
 V_4 = volume, in mL, del campione esaminato.

Versione on-line su sito www.iss.it

Tabella 1. - Durezza delle acque: confronto e corrispondenza tra le varie unità di misura ^(a).

Unità di misura	° F	° T	° I	CaCO ₃ (mg/L)	CaO (mg/L)
1° F	1	0,56	0,7	10	5,6
1° T	1,79	1	1,25	17,9	10
1° I	1,43	0,8	1	14,3	8
CaCO ₃ (mg/L)	0,1	0,056	0,069	1	0,56
CaO (mg/L)	0,179	0,1	0,125	1,79	1

(a): ° F = gradi francesi, ° T = gradi tedeschi, ° I = gradi inglesi.



9. Precisione ed accuratezza del metodo

Al presente l'accuratezza e la precisione del metodo non vengono indicati.

BIBLIOGRAFIA

- ISO 6059. Water Quality. Determination of the Sum of Calcium and Magnesium - EDTA titrimetric method, 1984.
DIN 38406/3. Determination of Calcium and Magnesium, 1983.
IRSA-CNR-C013. Determinazione del Magnesio nelle Acque, 1986.
UNICHIM METODO 935, 1994.