

Allegato A

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

Sessione GIUGNO 2015

**TITOLI PRIMA PROVA SCRITTA
Sezione A**



BUSTA n. 1

- 1) Sintesi, proprietà e reattività dei composti carbonilici.
- 2) Ruolo dei catalizzatori eterogenei nella conduzione di reazioni chimiche.
- 3) Tecniche strumentali accoppiate in chimica analitica.
- 4) La distillazione sotto vuoto in ambito di laboratorio. Giustificazione della scelta di questa tecnica.
- 5) La determinazione dell'acqua secondo Karl Fisher: principio del metodo e strumentazione occorrente.

BUSTA n. 2

- 1) Reazioni chimiche: aspetti cinetici.
- 2) I rivelatori nell'analisi cromatografica: descrizione ed esempi applicativi.
- 3) Monitoraggio di emissioni industriali in atmosfera: metodologia di campionamento e analisi.
- 4) La validazione di un metodo analitico: parametri e specifiche.
- 5) Sintesi, proprietà e reattività dei composti amminici.

BUSTA n. 3

- 1) Preparazione di materiali polimerici.
- 2) Procedimenti analitici per la determinazione di inquinanti in matrici ambientali.
- 3) Gestione del rischio chimico in un'azienda a scelta tra: farmaceutica, chimica, ospedaliera.
- 4) Tipologie di cromatografia liquida: ripartizione (fase diretta ed inversa), adsorbimento, scambio ionico ed esclusione sterica.
- 5) Strumentazione in un laboratorio chimico a scelta del candidato.

Allegato A

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

Sessione GIUGNO 2015

TITOLI SECONDA PROVA SCRITTA Sezione A



BUSTA n. 1

- 1) Purificazione di una miscela di reazione con particolare riferimento alle sintesi di prodotti farmacologicamente attivi.
- 2) Produzione industriale di polimeri: illustrare alcuni esempi.
- 3) Principi ed applicazioni della gascromatografia nello studio di composti di rilevanza industriale.

BUSTA n. 2

- 1) Formulazione e caratterizzazione di oli lubrificanti.
- 2) Principi ed applicazioni della cromatografia liquida nello studio di composti organici di rilevanza nell'industria farmaceutica.
- 3) Metodi di campionamento ed analisi per il controllo della qualità delle acque, con particolare riferimento ai reflui industriali.

BUSTA n. 3

- 1) Tecniche di caratterizzazione di materiali polimerici.
- 2) Durezza dell'acqua: tecniche per la determinazione e processi applicabili all'addolcimento.
- 3) Descrivere una o più tecniche di purificazione di sostanze organiche farmacologicamente attive.

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

Sessione GIUGNO 2015

PROVA PRATICA

Sezione A

BUSTA n° 1

DETERMINAZIONE DELLA QUANTITA' DI ACIDO ASCORBICO PRESENTE NELL'ASPIRINA EFFERVESCENTE

DESCRIZIONE DEGLI ANALITI E PRINCIPIO DEL METODO

Una pasticca effervescente del farmaco Aspirina C (un noto antiinfiammatorio in commercio), dal peso approssimativo di 3 g, è composta per un decimo circa dal principio attivo (acido acetilsalicilico) e per larga parte dagli eccipienti che hanno lo scopo di generare al contatto con l'acqua il sistema effervescente che consente la completa solubilizzazione della pasticca (tamponi acido citrico/citrato e carbonato/idrogenocarbonato).

Circa l'8% in peso è il contenuto corrispondente all'acido L - ascorbico, più comunemente noto come vitamina C, aggiunto nella formulazione come nutraceutico essendo ormai noti da tempo i suoi effetti positivi (e alcuni essenziali) sul funzionamento del sistema immunitario.

La vitamina C è inoltre un eccellente antiossidante e, vista la composizione estremamente semplice della pasticca, si può sfruttare questa peculiarità per effettuare l'analisi quantitativa diretta tramite una titolazione redox, senza necessariamente ricorrere a metodiche strumentali.

L'analisi si basa dunque su una titrimetria iodimetrica di una pasticca direttamente sciolta in acqua: i sistemi tamponi presenti garantiscono un pH di lavoro adeguato, aggiungendo alla soluzione solo il canonico indicatore di ossido-riduzione per determinare il punto equivalente nelle titolazioni che coinvolgono una soluzione di iodio standardizzata: la salda d'amido.

APPARECCHIATURE, VETRERIA, REAGENTI

- buretta graduata capacità 25 mL;
- matraccio tarato capacità 200 mL;
- pipetta tarata capacità 50 mL con propipetta;
- beute capacità 250/300 mL;
- cilindro graduato capacità 50 mL e becker capacità 150 mL;
- vetrini da orologio, agitatore e pipetta Pasteur (con tettarella in lattice);
- soluzione di Iodio (~0,05 N) a titolo noto;
- soluzione indicatrice salda d'amido;

NOTE DI SICUREZZA

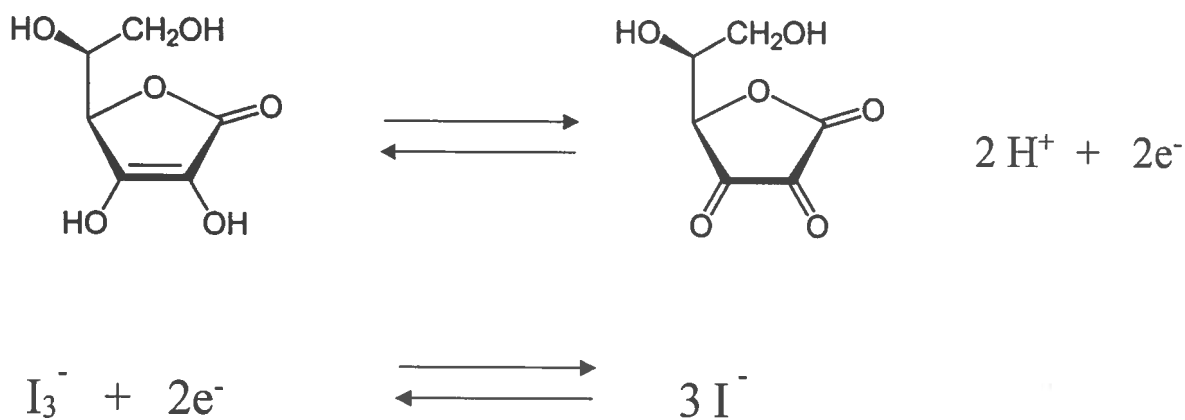
- Utilizzare i DPI forniti e indossare abiti adeguati per lavorare in laboratorio.
- Manipolare con cura i reagenti e smaltirli negli appositi contenitori ad analisi conclusa.
- Pulire accuratamente la vetreria fornita, assicurandosi di lasciarla ad asciugare deionizzata.

PROCEDURA

- Dissolvere una pasticca di Aspirina C in circa 30 – 50 mL di acqua deionizzata all'interno del becker, ponendo attenzione all'effervescenza che si svilupperà. A dissoluzione completa, trasferire quantitativamente la soluzione all'interno di un matraccio tarato da 200 mL.
- Portare a volume accuratamente il matraccio e agitare per omogeneizzare la soluzione.
- Prelevare esattamente tre aliquote da 50.0 mL trasferendole nelle beute a disposizione.
- Aggiungere alla prima aliquota circa 50 mL di acqua, circa 1 – 2 mL di soluzione indicatrice e procedere alla titolazione con la soluzione acquosa di iodio (~0,05 N) adeguatamente preparata nella buretta. Rallentare la velocità in prossimità del punto equivalente ed annotare esattamente i mL necessari a pervenire al viraggio (da incolore a blu chiaro).
- Ripetere le operazioni sulle altre aliquote a disposizione, in modo da ottenere almeno due repliche con risultati congruenti.

CALCOLI ED ESPRESSIONE DEL RISULTATO

In quanto antiossidante, l'acido ascorbico si comporta da riducente e viene ossidato dalla soluzione acquosa di iodio a titolo noto, sciolto sotto forma di ione I_3^- (aq):



Tenendo conto di ciò, determinare la quantità in mg di acido ascorbico presenti nella pasticca iniziale basandosi sulla quantità usata di iodio standardizzato.

Fornire i risultati con la media aritmetica di almeno due repliche con valori concordi e stilare una breve relazione sull'attività svolta.

BUSTA n° 2

DETERMINAZIONE DELLO IODIO NEL SALE IODATO DA CUCINA

DESCRIZIONE DEGLI ANALITI E PRINCIPIO DEL METODO

Lo iodio è un micronutriente essenziale presente nell'organismo umano in piccole quantità (15–20 mg) e concentrato quasi esclusivamente nella tiroide, ghiandola endocrina posta alla base del collo, che produce due ormoni (tiroxina o T4 e triiodotironina, o T3, contenenti iodio nella loro struttura) i quali regolano numerosi processi metabolici nella maggior parte delle cellule e svolgono un ruolo importantissimo nelle prime fasi della crescita e nello sviluppo di diversi organi, in particolare del cervello.

L'assunzione di piccole quantità di iodio nella dieta (150 – 200 µg al giorno) è dunque fondamentale per l'organismo, tuttavia si trova in effetti solo in tracce in molti cibi (salvo alcune eccezioni, come alghe e crostacei, poco caratteristici della dieta mediterranea e centro europea). Per gli abitanti delle zone costiere, parte dell'assunzione può essere mediata dalla respirazione dell'aerosol marino, ma spesso non è sufficiente (specie in località poco ventose): per sopperire alla povertà di iodio nella dieta ed evitare così le relative patologie, negli ultimi anni sono diffusi commercialmente sali da cucina arricchiti in iodio.

Le principali fonti di iodio usate sono sali di ioduri o di iodati (di sodio o potassio). Gli ioduri tendono, a contatto con l'ossigeno (specie in ambiente acido) ad ossidarsi a iodio molecolare, che causa un ingiallimento del prodotto: spesso quindi sono aggiunti conservanti adeguati per impedire questo deterioramento (tiosolfati o destrosio, come antiossidanti). Per questo motivo, quasi ovunque in Italia i “sali iodurati” sono stati soppiantati da “sali iodati”, in concentrazione circa 0,005 % (m/m).

L'analisi si svolge con titolazione iodometrica: facendo reagire gli ioni iodato con una soluzione satura di ioduro, il quale viene dunque ossidato a iodio molecolare che può essere determinato con una soluzione a titolo noto di ione tiosolfato, tramite una titolazione in presenza del canonico indicatore redox che coinvolge lo iodio: la salda d'amido.

APPARECCHIATURE, VETRERIA, REAGENTI

- bilancia tecnica;
- becco bunsen a metano, sormontato da treppiedi e reticella spargifiamma;
- buretta capacità 25 mL e beute capacità 500 mL;
- pipette graduate capacità 5 mL;
- soluzione di tiosolfato di sodio (o potassio), standardizzata ~0,01 N;
- soluzione indicatrice salda d'amido;
- acido solforico diluito 0,5 M;
- soluzione di ioduro di sodio (o potassio) satura.

NOTE DI SICUREZZA

- Utilizzare i DPI e indossare abiti adeguati per le attività di laboratorio.
- Manipolare con cura i reagenti e smaltirli negli appositi contenitori a esperienza conclusa.
- Prestare particolare attenzione alle soluzioni acide e durante le fasi di riscaldamento.

PROCEDURA

- Pesare esattamente un'aliquota di circa 55 - 65 grammi su bilancia tecnica, direttamente in una beuta pulita ed asciutta di capacità 500 mL.
- Sciogliere il campione in circa 250 – 350 mL di acqua deionizzata, aiutandosi scaldando la

beuta sul Bunsen; non effettuando purificazioni, la soluzione potrebbe contenere residui di impurità insolubili, che tuttavia non inficiano l'efficacia dell'analisi.

- Aggiungere 5 mL di acido solforico diluito.
- Inserire, non a caldo, 3 mL di soluzione satura di KI (o NaI); nel frattempo che la soluzione si avvicini a temperatura ambiente, è possibile sciogliere una seconda aliquota di campione.
- Appena aggiunta la soluzione satura, si formerà lo iodio (la soluzione si colorerà di giallo bruno): mescolare per circa un minuto per omogeneizzare adeguatamente il sistema, inserire circa 1-2 mL di salda d'amido con l'apposita pipetta e titolare lo iodio presente con la soluzione a titolo noto di $S_2O_3^{2-}$, fino al viraggio dell'indicatore (scuro in presenza di iodio).
- Eseguire almeno due repliche con risultato congruente.

CALCOLI ED ESPRESSIONE DEL RISULTATO

Lo iodio viene in genere aggiunto nel sale sotto forma di iodato di potassio (KIO_3 , M.M.: 214,0) ed è questa specie che viene coinvolta nelle reazioni.

In presenza di ioduro, lo iodato viene ridotto a iodio molecolare:



Lo iodio che si forma viene nuovamente ridotto a ioduro da parte della soluzione di tiosolfato di sodio a concentrazione ~0,01 N (per il tiosolfato, normalità e molarità coincidono), secondo la seguente reazione in forma ionica:



Bilanciando correttamente le due reazioni e sommandole, si ottiene di fatto la reazione tra il tiosolfato e l'anione iodato, che permette di valutare direttamente gli equivalenti di elettroni scambiati.

Fornire i risultati in percentuale di iodato di potassio con la media aritmetica delle prove e stilare una breve relazione sull'attività svolta, verificando che il valore ottenuto sia conforme con quello indicato negli ingredienti sull'etichetta.

BUSTA n° 3

DETERMINAZIONE DEI SOLFITI NEL VINO BIANCO

DESCRIZIONE DEGLI ANALITI E PRINCIPIO DEL METODO

I solfiti sono naturalmente presenti in una certa misura in tutti i vini e sono comunemente introdotti per vari scopi: come antisettici per eliminare i batteri, come reattivo per sostanze organiche sgradite (come l'etanale) e come conservante per impedire il deterioramento e l'ossidazione del prodotto finito. Nell'Unione Europea è entrato in vigore nel Novembre 2005 un decreto che obbliga i produttori ad indicare la presenza di solfiti nel caso in cui superino la concentrazione di 10 mg/L, principalmente a causa dei suoi effetti allergenici.

L'analisi si basa su una titolazione iodimetrica del campione in due step, per determinare tre tipi di parametri, utilizzando per determinare il punto equivalente il canonico indicatore di ossido-riduzione delle titolazioni che coinvolgono una soluzione di iodio: la salda d'amido.

APPARECCHIATURE, VETRERIA, REAGENTI

- pipetta tarata capacità 20 mL, pipette graduate da 10 mL;
- buretta, beute capacità 250/300 mL;
- soluzione di Iodio (~0,01 N) a titolo noto;
- soluzione indicatrice salda d'amido;
- soluzione di H₂SO₄ al 10% (p/p);
- soluzione di NaOH 4 M;

NOTE DI SICUREZZA

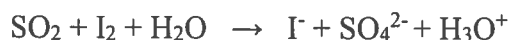
- Utilizzare i DPI e indossare abiti adeguati per lavorare in laboratorio.
- Manipolare con cura i reagenti e smaltirli negli appositi contenitori a esperienza conclusa.
- Prestare particolare attenzione quando si utilizzano le soluzioni acide e caustiche.

PROCEDURA

- Prelevare un'aliquota di 20 ml di vino bianco, versandola quantitativamente in una beuta di capacità pari a 250/300 mL.
- Aggiungere 3 mL di soluzione di H₂SO₄ al 10% (p/p) e successivamente 2 mL di salda d'amido (tramite l'apposito contagocce fornito).
- Titolare l'aliquota con la soluzione 0,01 N di iodio, fino a viraggio dell'indicatore.
- Aggiungere nella stessa beuta 8 mL di soluzione di NaOH 4 M: si attendono 5 minuti, mescolando soventemente, affinché la soda degradi tutta la sostanza organica; quindi si aggiungono altri 10 mL di acido solforico diluito.
- Si titola con la soluzione a titolo noto di iodio fino al viraggio dell'indicatore.
- Eseguire almeno tre repliche.

CALCOLI ED ESPRESSIONE DEL RISULTATO

I solfiti sono espressi convenzionalmente come mg/L di SO₂ disciolta: l'aggiunta dell'anidride solforosa è in effetti il principale (anche se non l'unico) metodo per introdurre solfiti nei vini. Si consideri la reazione di ossidazione dell'anidride solforosa da parte dello iodio, secondo la seguente reazione da bilanciare:



Dal volume di iodio (massa molare: 253,80 g/mol) a titolo esatto consumato nella titolazione, si calcolano i grammi che hanno reagito di anidride solforosa (massa molecolare: 64.066 g/mol) che si è liberata per trattamento con l'acido.

Si distinguano tre parametri: *SO₂ libera* (prima parte della titolazione), *SO₂ legata* (dopo la degradazione delle sostanze organiche con soda) e *SO₂ totale* (corrispondente al valore che determina l'obbligo o meno per il produttore di indicare la presenza di solfiti).

Fornire i risultati con la media aritmetica delle tre determinazioni e stilare una breve relazione sull'attività svolta, specificando se il fornitore è obbligato o meno (secondo normativa) a inserire nell'etichetta la dicitura inerente al contenuto di solfiti.