

Analisi Chimica

Relazione

Titolo

Determinazione del manganese presente in un acciaio per via colorimetrica

Obiettivo

Determinare la quantità di manganese presente in un acciaio sottoponendolo ad analisi spettroscopica dopo opportune reazioni di preparazione

Prerequisiti

Spettrofotometria Visibile; Reazioni Redox

Reagenti, Materiali, Attrezzature

Strumenti di misura:	<ul style="list-style-type: none">• Bilancia tecnica ($s=1\text{mg}$)• Spettrofotometro UV-Visibile (o colorimetro analogico)• Pipette da 20ml• Pipette da 10ml• Matracci da 100ml• Matracci da 250ml
Vetreteria:	<ul style="list-style-type: none">• Beuta da 400ml• Becker da 100ml• Vetrino da orologio
Materiale di consumo:	<ul style="list-style-type: none">• Acciaio da analizzare• HNO_3 65% m/m• Sol. AgNO_3 0,1M• $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ polvere
Altro:	<ul style="list-style-type: none">• Mantello riscaldante• Cuvette per analisi spettrofotometrica• Soluzioni a titolo noto per eseguire la retta di taratura dello spettrofotometro

Procedimento

Preparazione del campione

Si pesa una quantità di circa 0,1g di acciaio e si attaccano con 20ml di acido nitrico in una beuta da 400ml portando lentamente all'ebollizione. Quest'operazione deve essere assolutamente eseguita sotto cappa al fine di eliminare le anidridi di azoto (biossido di azoto NO_2 di colore rosso bruno e ipoazotide N_2O_4) che si formano nel corso della reazione redox. Quando tutto l'acciaio è stato dissolto e la soluzione dal colore rosso bruno è passata al giallo vivo si aggiunge lentamente e con cautela 10ml di soluzione 0,1M di nitrato d'argento, questa sostanza fungerà da catalizzatore nella reazione redox di ossidazione del manganese. Si toglie dalla fiamma quindi si lascia intiepidire e si aggiungono dai 2g ai 5g di persolfato di ammonio sciolti nel minor volume possibile di acqua distillata mescolando bene. Si noterà in breve tempo il cambiamento della colorazione dal giallo al viola intenso: in realtà l'intensità della colorazione dipende dalla quantità effettiva di manganese presente nel campione iniziale.

Ora la soluzione deve essere rapidamente raffreddata per evitare la decomposizione dei reattivi utilizzati e la reversione della reazione.

La soluzione ottenuta viene versata in un matraccio da 250ml quindi si porta a volume con acqua distillata e si conserva al buio fino al momento della misurazione.

Per l'analisi spettrofotometrica è necessario preparare il bianco: per questo si versano in un matraccio di analogo volume gli stessi reattivi utilizzati durante l'analisi nelle stesse quantità e si porta a volume finale con acqua distillata.

L'analisi allo spettrofotometro viene effettuata con le metodologie usuali utilizzando quattro soluzioni a titolo noto in permanganato che abbiano la concentrazione nell'intorno stimato della misurazione.

Dati Sperimentali

Quantità iniziale di acciaio: 0,116g

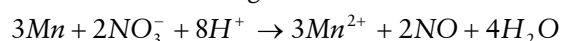
Costruzione della retta di lavoro:

[MnO ₄ ⁻] ppm	10	20	30	40
ABS @ 526.5nm	0,25	0,44	0,60	0,86

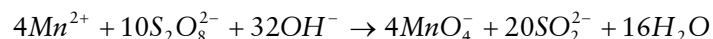
Assorbanza della soluzione ottenuta: 0,14

Elaborazione Dati

Il primo attacco redox all'acciaio trasforma il manganese da metallo a ione bivalente in soluzione:



L'azione del persolfato (catalizzata da ioni Ag⁺) ossida ulteriormente il manganese a permanganato di colore viola:

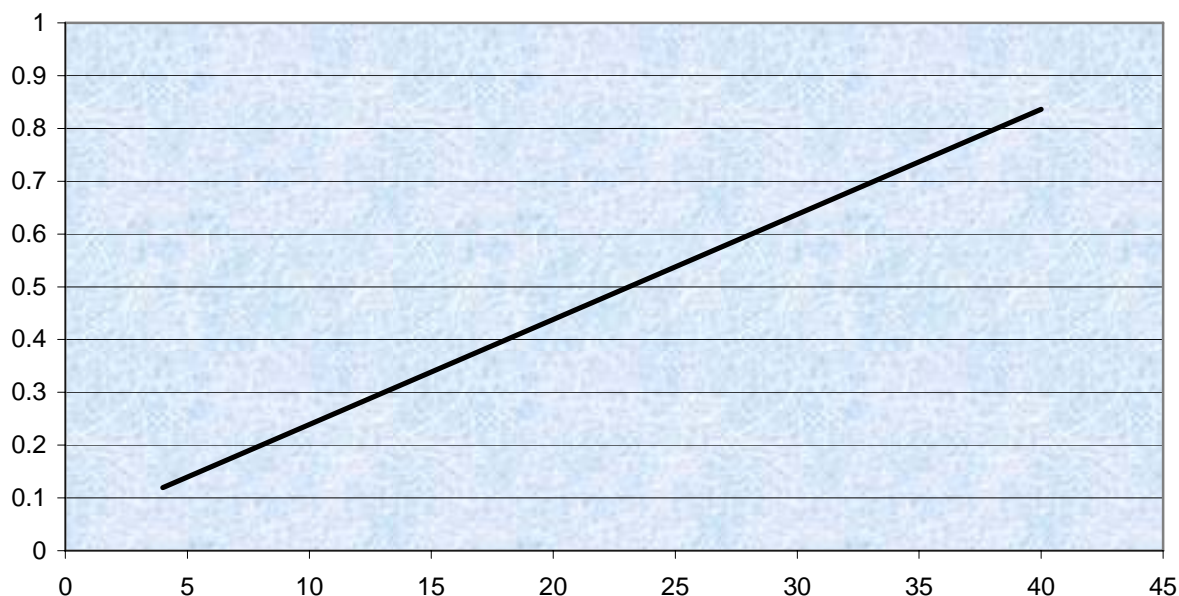


Con i dati ricavati dalla misurazione dell'assorbanza delle soluzioni note si traccia la retta di lavoro e si ricava l'equazione della retta:

Retta di lavoro

$$y = 0.0199x + 0.04$$

$$R^2 = 0.9897$$



Sostituendo nell'equazione della retta il valore dell'assorbanza della soluzione incognita otteniamo la concentrazione della soluzione di permanganato ottenuta:

$$x = \frac{y + 0.04}{0.00199} = 9.045 \text{ ppm} = 9.045 \text{ mg / L}$$

$$\text{mg}_{\text{MnO}_4^-} = 9.045 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \cdot 0,250 \text{ L} = 2.261 \text{ mg}$$

$$\text{mg}_{\text{Mn}} = \frac{2.261 \text{ mg}}{118.938} \cdot 54.938 = 1.04 \text{ mg}$$

$$\% = \frac{1.04 \text{ mg}}{116 \text{ mg}} \cdot 100\% = 0.9\%$$

Osservazioni

Se la soluzione è ancora calda, quando si aggiunge il persolfato, la reazione può non avvenire, in quanto il reattivo si decompone, oppure compare la colorazione, ma successivamente scompare. E' quindi meglio raffreddare la soluzione fino a che è possibile toccare la superficie del recipiente quindi versare il sale precedentemente disciolto in una minima quantità di acqua.

Conclusioni

L'acciaio analizzato conteneva lo 0,9% di manganese.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Acido nitrico 65%

Classificazione di pericolosità: C Corrosivo

Valore di rischio = 18

Classificato come intervallo di incertezza del rischio moderato

Fraasi di rischio: 35

Indice di pericolosità intrinseca (P): 5,85

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica
allo stato liquido
con T°ebollizione = 121 °C
T°operativa = 20 °C
presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: meno di 15 minuti

L'intensità esposizione è bassa poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 6

Rischio cute = 18

Rischio cumulativo = 18

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Indossare guanti protettivi in vinile, proteggersi gli occhi con occhiali protettivi, non inalare i vapori.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Ammonio persolfato

Classificazione di pericolosità: O Comburente; Xn Nocivo

Valore di rischio = 22

Classificato come rischio superiore al moderato

Fraasi di rischio: 8 22 36/37/38 42/43

Indice di pericolosità intrinseca (P): 6,9

Vie di assorbimento: inalatoria e cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica
allo stato solido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è basso poiché C = 1

Tempo di esposizione giornaliero: meno di 15 minuti

L'intensità esposizione è bassa poiché I = 1

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 1

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecuta = 3

Rischio inalatorio = 7

Rischio cute = 21

Rischio cumulativo = 22

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Indossare guanti protettivi in vinile o PVC e occhiali a tenuta.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Argento nitrato da 5% a 10%

Classificazione di pericolosità: Xi Irritante

Valore di rischio = 8

Classificato come rischio moderato

Fraasi di rischio: 36/38

Indice di pericolosità intrinseca (P): 2,75

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica
allo stato liquido

con T°ebollizione = 100 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: ventilazione generale

Il livello di tipologia di controllo è alto poiché C = 3

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/alta poiché I = 7

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 7

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 19

Rischio cute = 8

Rischio cumulativo = 21

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Consigliati guanti protettivi e occhiali a tenuta.