

# Analisi Chimica

## Relazione

### Titolo

Spettrofotometria Visibile

### Obiettivo

Utilizzando un colorimetro a luce visibile effettuare:

- Analisi qualitativa: tracciare lo spettro di assorbimento della sostanza in esame;
- Analisi quantitativa: determinare la concentrazione di un campione a titolo incognito della sostanza analizzata utilizzando il metodo della retta di taratura.

### Prerequisiti

Preparazione, diluizione soluzioni  
Basi di spettrofotometria

### Reagenti, Materiali, Attrezzature

<b>Strumenti di misura:</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Colorimetro analogico (<math>\lambda = 390 \sim 960 \text{ nm}</math>)</li><li>• Buretta (P=50ml, s=0,1ml)</li><li>• Vari matracci da 100ml</li><li>• Vari matracci da 250ml</li></ul>
<b>Vetreteria:</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Provette per spettrofotometria visibile in vetro</li><li>• Becker da 100ml</li></ul>
<b>Materiale di consumo:</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• <math>MnO_4^-</math> 1000ppm</li><li>• <math>MnO_4^-</math> incognita</li><li>• Acqua distillata</li></ul>
<b>Altro:</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Sostegni e pinze</li></ul>

### Procedimento

#### *Operazioni preliminari – Preparazione delle diluizioni necessarie*

Ai fini operativi la soluzione di permanganato preparata sciogliendo 1328mg di permanganato di potassio (vedere elaborazione dati) presenta un'assorbanza troppo elevata da leggere sullo strumento; è quindi necessario preparare soluzioni diluite rispettivamente da 10, 20, 30 e 40ppm per ottenere un campione leggibile. Per far ciò minimizzando gli errori si preparano prima 250ml di soluzione di permanganato 100ppm diluendo 25ml della soluzione concentrata fino al volume finale di 250ml. Questa sarà una soluzione 100ppm. Da questa prelevando prima 10, poi 20,30 e infine 40ml di soluzione da 100ppm e portando in 4 matracci differenti a volume finale 100ml si ottengono le soluzioni per l'analisi a 10ppm, 20ppm, 30ppm e 40ppm.

#### *Analisi Qualitativa – Determinazione dello spettro di assorbimento del permanganato*

Si prende una soluzione (ad esempio la 10ppm) e la si versa in una provetta da analisi spettrofotometrica perfettamente pulita e sgrassata, avendo cura di versare la soluzione senza sporcare la provetta all'esterno e toccandone solo la parte superiore. In un'altra provetta simile si mette acqua distillata che sarà il bianco di riferimento nell'analisi.

Lo strumento dall'accensione deve essere lasciato scaldare per almeno un quarto d'ora, tempo al termine del quale si effettua la taratura. La maggior parte degli strumenti a singolo raggio di questo tipo chiude il

raggio quando nessun campione viene inserito: si settano in queste condizioni, con l'opportuna manopola e portandosi su una lunghezza d'onda qualsiasi, le condizioni di trasmittanza 0% (assorbanza  $\infty$ ). Si inserisce il bianco quindi si porta la lancetta in posizione di trasmittanza 100% (assorbanza 0). A questo punto si comincia l'analisi.

La scansione dello spettro partirà da 400nm per finire a 800nm: ci si porta a 400nm quindi si inserisce il bianco e con l'apposita manopola si regola assorbanza 0 per eliminare l'assorbanza dovuta al bianco (provetta + solvente di analisi) quindi si toglie il bianco e si inserisce la provetta con la soluzione di permanganato 10ppm; la lettura dello strumento dà l'assorbanza del permanganato a quella lunghezza d'onda. Si prosegue con questa metodica eseguendo una misurazione ogni 10nm fino ad 800nm.

I dati raccolti vengono passati al foglio elettronico per elaborare un grafico che sarà il nostro spettro di assorbimento. Il permanganato assorbe pressappoco nell'intervallo fra 520 e 530nm.

### *Analisi Quantitativa – Determinazione della concentrazione di un campione ignoto*

Mediante l'analisi qualitativa si è dimostrato che il permanganato assorbe nell'intervallo fra 520 e 530 nm. Più precisamente con strumenti elettronici si è visto che la sostanza presenta un picco di assorbimento a 526,5nm.

Per l'analisi quantitativa si sfrutta il metodo della retta di taratura. Applicando infatti la legge di Lambert-Beer

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot C$$

che mette in relazione l'assorbanza con la concentrazione di una specie analitica e mantenendo costante il coefficiente di estinzione (che cambia solo da sostanza a sostanza e non varia in funzione della concentrazione), il cammino ottico del raggio (basta utilizzare le medesime provette) e la lunghezza d'onda la legge può essere ricondotta ad una retta costruita mettendo in relazione il variare dell'assorbanza con il variare della concentrazione. In particolare si ha che:

$$A = k \cdot C \quad \rightarrow \quad y = mx + q$$

Misurando quindi l'assorbanza di un campione incognito di cui però si conosce la natura è semplice determinarne la concentrazione invertendo la formula della retta.

Operativamente ci si porta alla lunghezza d'onda di massima assorbanza (per massimizzare la precisione di misurazione) e si eseguono le tarature come descritto precedentemente.

Si effettuano quindi le misurazioni dei quattro campioni di riferimento a concentrazione nota e si annotano i valori di assorbanza. Infine si misura il valore dell'assorbanza del campione incognito.

Costruita la retta di taratura il risultato si ottiene sostituendo il valore di assorbanza letto dallo strumento all'interno dell'equazione della retta, e moltiplicando infine per i fattori di correzione se è stata fatta una diluizione del campione incognito per favorire la lettura.

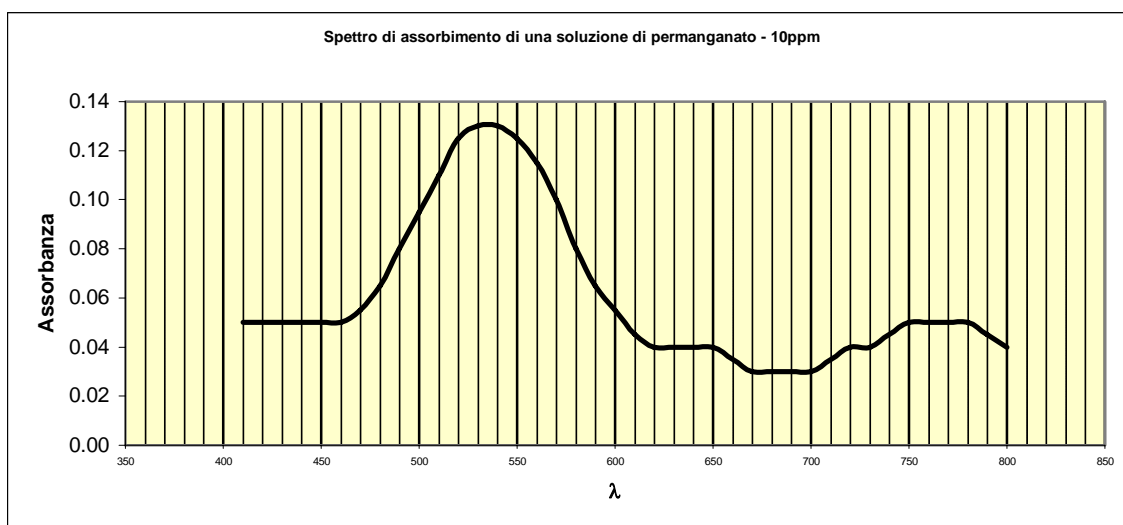
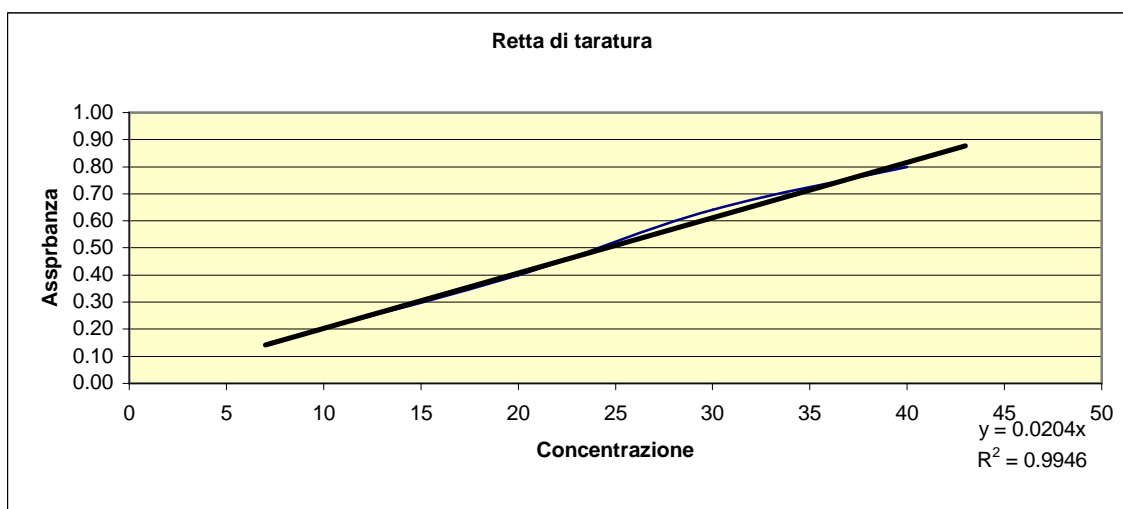
## Dati Sperimentali

### *Analisi Qualitativa – Determinazione dello spettro di assorbimento del permanganato*

$\lambda$ (nm)	A	$\lambda$ (nm)	A	$\lambda$ (nm)	A	$\lambda$ (nm)	A
400	0.05	500	0.10	600	0.05	700	0.03
410	0.05	510	0.12	610	0.04	710	0.04
420	0.05	520	0.13	620	0.04	720	0.04
430	0.05	530	0.13	630	0.04	730	0.04
440	0.05	540	0.13	640	0.04	740	0.05
450	0.05	550	0.12	650	0.04	750	0.05
460	0.05	560	0.11	660	0.03	760	0.05
470	0.06	570	0.09	670	0.03	770	0.05
480	0.07	580	0.07	680	0.03	780	0.05
490	0.09	590	0.06	690	0.03	790	0.04
						800	0.04

*Analisi Quantitativa – Determinazione della concentrazione di un campione ignoto*

C (ppm)	A
10	0.20
20	0.40
30	0.64
40	0.80
?	0.42

**Elaborazione Dati***Analisi Qualitativa – Determinazione dello spettro di assorbimento del permanganato**Analisi Quantitativa – Determinazione della concentrazione di un campione ignoto*

$$y = 0,0204x \quad x = \frac{y}{0,0204} = \frac{0,42}{0,0204} = 20,588ppm$$

$$20,588ppm \cdot 10 = 205,88ppm$$

Sostituendo nell'equazione della retta il valore di assorbanza misurato e sapendo che per il campione è stata operata una diluizione decimale otterremo che la soluzione incognita è 205 ppm.

# Valutazione del rischio chimico

## Reattivo: Potassio Permanganato

**Classificazione di pericolosità: Xn Nocivo; O Comburente; N Pericoloso per l'ambiente**

**Valore di rischio = 6**

**Classificato come rischio moderato**

Fraasi di rischio: 8 22 50/53

Indice di pericolosità intrinseca (P): 1,75

Vie di assorbimento:

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: da 15 min a 2 ore

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 = 2

Rischio cute = 5

Rischio cumulativo = 6

### **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

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

Indossare guanti protettivi in gomma.