

Determinazione gravimetrica del calcio

• Obiettivo:

Determinare la quantità di calcio presente in una soluzione di un suo sale. Il metodo consiste nell'eseguire reazioni chimiche che trasformino il sale di calcio in CaO per poi determinare i grammi dovuti al calcio.

• Materiali e attrezzature:

<u>Strumenti di misura:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Bilancia analitica ($s = 10^{-4}$ g) ■ Pipetta graduata ($p = 2$ ml; $s = 0,1$ ml)
<u>Vetreteria:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Becker da 400 ml ■ Imbuto con beuta ■ Crogiolo
<u>Materiale di consumo:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Sale di calcio in soluzione ■ $(NH_4)_2C_2O_4$ in polvere ■ HCl 37% m/m ■ NH_4OH 20% m/m (6N) ■ Indicatore: Soluzione alcolica di Rosso di metile al 5%
<u>Varie:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Carta da filtro media che non forma ceneri ■ Bacchette di vetro ■ Essiccatore ■ Bunsen, treppiedi con reticella e triangolo ■ Muffola

• Procedimento:

1. Si porta il campione in becker avendo cura di raccogliarlo bene dalle pareti, quindi si porta a volume ~200 ml;
2. Si aggiungono goccia a goccia 5 ml di HCl , 2 o 3 g di $(NH_4)_2C_2O_4$ preventivamente sciolti in 50 ml di acqua distillata fredda e 3 gocce di rosso di metile;
3. Portare all'ebollizione;
4. Abbassare la fiamma quindi gocciolare NH_4OH fino al viraggio dell'indicatore dal rosa al giallo;
5. Digerire il tutto per 1 ora a fiamma bassissima (il precipitato non deve rimescolarsi, anzi deve depositarsi bene sul fondo), al termine della digestione aggiungere qualche goccia di $(NH_4)_2C_2O_4$ per controllare che la precipitazione sia avvenuta completamente; La digestione permette l'ingrossamento dei cristalli, facilitando la successiva filtrazione.
6. Far riposare il tutto per almeno 3 ore quindi filtrare (se rimane fermo per più di tre ore riscaldare brevemente prima di filtrare);
7. Preparare l'attrezzatura per la filtrazione. Effettuare 3 lavaggi del precipitato con 33 ml, per un totale di 100 ml, di soluzione allo 0,2% m/v di $(NH_4)_2C_2O_4$ preparata di fresco, con queste modalità: aggiungere la soluzione di lavaggio, agitare bene per permettere l'intimo

ISII Marconi	Classe 3 [^] chimici ITIS	Metodiche di chimica analitica: Determinazione Gravimetrica del Calcio	Pagina 2 di 7

contatto del precipitato con la soluzione, lasciare decantare e passare attraverso il filtro la maggior parte della soluzione, lasciando nel becker il precipitato. Procedere con i successivi lavaggi.

8. Portare infine tutto il precipitato nel filtro avendo cura di raccoglierlo bene per limitare le perdite, quindi ripetere lavaggi, questa volta nel filtro, con la soluzione allo 0,2% m/v di $(NH_4)_2C_2O_4$ fino alla scomparsa dei cloruri dalle acque di lavaggio (testare acidificando con HNO_3 e aggiungendo $AgNO_3$);
9. Lasciare asciugare sommariamente il filtro quindi portarlo in stufa a $100^\circ C$ fino all'essiccazione;
10. Terminata l'essiccazione calcinare il precipitato in crogiolo con estrema attenzione, utilizzando un vetrino da orologio per evitare la formazione di eventuali fiamme, quindi porlo in muffola a $700^\circ C$;
11. Lasciarlo in muffola per circa due ore, poi porlo in essiccatore per lasciarlo raffreddare e pesarlo freddo. Si rimette quindi il crogiolo in muffola per ancora almeno mezz'ora e si ripete il procedimento di prima fino a peso costante.

• Elaborazione dati:

Bisogna ricavare i grammi dovuti al calcio nel composto finale, CaO.

Partendo dai grammi di CaO ricavati e dai dati della tavola periodica, tramite una semplice proporzione si ricava la massa dovuta al calcio nel composto CaO

$$MM_{Ca} = 40,08 \frac{g}{mol}$$

$$MM_O = 15,9994 \frac{g}{mol}$$

$$MM_{CaO} = 40,08 \frac{g}{mol} + 15,9994 \frac{g}{mol} = 56,0794g$$

$$56,0794g : g_{CaO} = 40,08g : g_{Ca} \quad g_{Ca} = \frac{g_{CaO} \cdot 40,08g}{56,0794g}$$

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Ammonio ossalato

Classificazione di pericolosità: Xn Nocivo

Valore di rischio = 10

Classificato come rischio moderato

Fraresi di rischio: 21/22

Indice di pericolosità intrinseca (P): 3,4

Vie di assorbimento: 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: 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 Ecute = 3

Rischio inalatorio = 3

Rischio cute = 10

Rischio cumulativo = 11

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 leggeri monouso in PVC o PE.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Acido cloridrico 37%

Classificazione di pericolosità: C Corrosivo

Valore di rischio = 21

Classificato come Intervallo di incertezza del rischio moderato

Fra di rischio: 34 37

Indice di pericolosità (P): 4,85

Vie di assorbimento: Inalatoria e cutanea

Si tratta di una Sostanza inorganica
allo stato Liquido

con T°ebollizione = 108 °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

Livello di tipologia d'uso: Alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: Aspirazione localizzata

Livello di tipologia di controllo: Medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

Intensità esposizione: Medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: Contatto accidentale

Esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio= 15

Rischio cute= 15

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 in gomma, occhiali protettivi e maschera.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Ammoniaca soluz. 20% (6N)

Classificazione di pericolosità: C Corrosivo N Pericoloso per l'ambiente

Valore di rischio = 15

Classificato come Rischio moderato

Fraresi di rischio: 34 50

Indice di pericolosità (P): 4.85

Vie di assorbimento: Cutanea

Si tratta di una Sostanza inorganica
allo stato Liquido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: Meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: Uso controllato

Livello di tipologia d'uso: Alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: Ventilazione generale

Livello di tipologia di controllo: Alto poiché C = 3

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

Intensità esposizione: 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

Esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio= 34

Rischio cute= 15

Rischio cumulativo = 37

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 in gomma.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Rosso di metile soluz. 0,1% in Alcool Etilico

Classificazione di pericolosità: Xn Nocivo

Valore di rischio = 0

Classificato come rischio moderato

Fraasi di rischio: 11

Indice di pericolosità intrinseca (P): 0

Vie di assorbimento:

Si tratta di una sostanza organica
allo stato liquido

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 Ecute = 3

Rischio inalatorio = 0

Rischio cute = 0

Rischio cumulativo = 0

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

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

Consigliati guanti in gomma.

Terere al riparo da fonti di calore.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Argento nitrato soluz. 1N

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 = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

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: manipolazione diretta

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.

Conservare al riparo dalla luce.

Consigliati guanti protettivi e occhiali.