



ANALISI CHIMICA

ANALISI QUANTITATIVA

ANALISI QUALITATIVA

ANALISI ORGANICA

Riconoscimento di sostanze organiche.

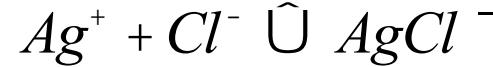
ANALISI INORGANICA

Riconoscimento di sostanze ioniche e solubili in acqua (cationi ed anioni).

REAZIONE: qualsiasi processo che porta alla formazione di una nuova sostanza chimica.

REAGENTE: una sostanza usata per fare avvenire una reazione.

PRECIPITATO: qualsiasi sostanza insolubile che si forma in seguito ad una reazione.



RESIDUO: è quella parte di solido che rimane dopo parziale dissoluzione per mezzo di un solvente.

Una SOLUZIONE è una miscela omogenea di due o più sostanze. La sostanza che si trova in maggiore quantità si chiama SOLVENTE, le sostanze disciolte si chiamano SOLUTI.

Una soluzione si definisce LIMPIDA se non presenta particelle solide in sospensione. Una soluzione limpida può essere sia INCOLORE sia COLORATA.





PROVA (saggio): operazione di laboratorio (reazione) che viene eseguita allo scopo di confermare, o meno, la presenza di una determinata sostanza che nell'analisi qualitativa inorganica è generalmente una specie ionica. Una prova può avere esito **POSITIVO** o **NEGATIVO**.

Se una prova è dubbia occorre fare:

- **PROVA IN BIANCO**: si esegue in assenza del campione usando gli stessi reattivi della prova dubbia, utilizzando la stessa procedura. Deve dare esito negativo.
- **PROVA DI CONTROLLO**: si esegue su una quantità nota dello ione che si sta cercando usando gli stessi reattivi della prova dubbia, utilizzando la stessa procedura. Deve dare esito positivo.

SENSIBILITÀ: la più piccola quantità di sostanza che per quella prova dà esito positivo.

PROVA SPECIFICA: prova che risulta positiva solo per un dato ione e che quindi può essere effettuata anche in presenza di altri ioni senza che questi interferiscano.

INTERFERENZE: sono definiti interferenti quelle specie la cui presenza altera la risposta della reazione analitica.

Interferenze POSITIVE: forniscono lo stesso segnale dell'analita (falsi positivi).

Interferenze NEGATIVE: causano la diminuzione o anche la soppressione del segnale.

Interferenze MASCHERANTI: producono un segnale che modifica e confonde quello che fornisce la reazione analitica.

In alcuni casi si aggiunge una specie interferente per bloccare una certa risposta, generalmente si utilizzano interferenti negativi.

In alcuni casi per evitare le interferenze bisogna isolare opportunamente l'analita dalla miscela in cui si trova. Normalmente si procede facendo precipitare l'anione o il catione selettivamente con un opportuno reattivo precipitante, il precipitato viene poi isolato per centrifugazione. Per essere sicuri di eliminare completamente dal precipitato qualunque traccia degli ioni rimasti nel surnatante bisogna procedere asportando con una pipetta il surnatante (oppure per decantazione), quindi si risospende con acqua deionizzata il precipitato aiutandosi con una bacchetta di vetro, quindi si ricentrifuga e si asporta il nuovo surnatante. Questa operazione andrebbe ripetuta due-tre volte, così da essere sicuri di eliminare completamente gli ioni solubili in acqua.



L'**ANALISI QUALITATIVA** è un insieme di operazioni chimiche che si eseguono per separare e riconoscere i costituenti di una sostanza o di una miscela di sostanze.

ANALISI PER VIA SECCA

(senza solvente)

- **analisi di emissione** (saggio alla fiamma),
- reazioni allo stato fuso,
- comportamento al riscaldamento con e senza reattivi.

ANALISI PER VIA UMIDA

(analisi in soluzione acquosa)

- solubilizzazione
- instaurazione di un equilibrio ionico
- spostamento dell'equilibrio attraverso:
 - variazione del pH,
 - formazione di complessi,
 - reazioni redox,
 - idrolisi,
 - ione comune.



Prima di analizzare una sostanza si può fare un esame organolettico valutandone l'aspetto, il colore e l'odore.

(una sostanza solida bianca esclude la presenza di sali di cromo, nichel, cobalto; una sostanza gialla può contenere cromati, ioduri di piombo...; una sostanza verde può contenere sali di cromo, nichel, ferro II; se è azzurra può essere un sale di rame; se è rosa possono essere presenti sali di manganese o di cobalto, se è rosso può essere presente ioduro di mercurio II; una sostanza nera può contenere ossidi metallici,...)

Se la sostanza è solida può essere in polvere, va quindi mescolata per ottenere un campione il più possibile omogeneo; o può essere in granuli ed in questo caso va finemente triturata e polverizzata.

Il campione così ottenuto va poi utilizzato per:

- saggi preliminari;
- ricerca dei cationi;
- ricerca degli anioni.

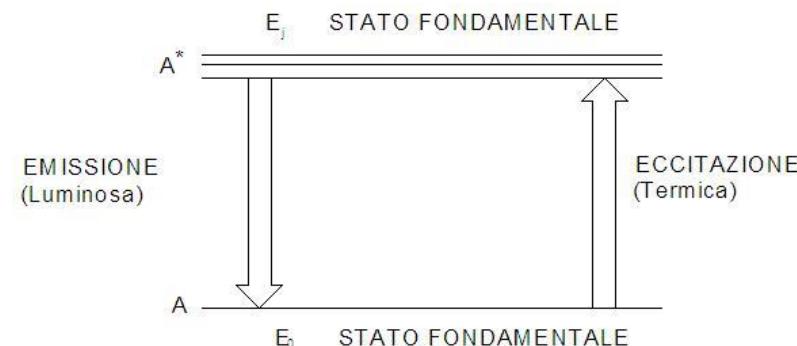
I saggi preliminari vengono chiamati "**saggi per via secca**"; si eseguono sulla sostanza secca, senza portarla in soluzione:

- riscaldamento del campione;
- riscaldamento del campione in presenza di reattivi;
- formazione di "perle" mediante fusione con fondenti speciali;
- **emissione alla fiamma**.

Analisi di emissione alla fiamma

Permette di accettare la presenza della maggior parte dei metalli alcalini. Consente di identificare e/o confermare la presenza di metalli alcalino-terrosi e di qualche metallo di transizione.

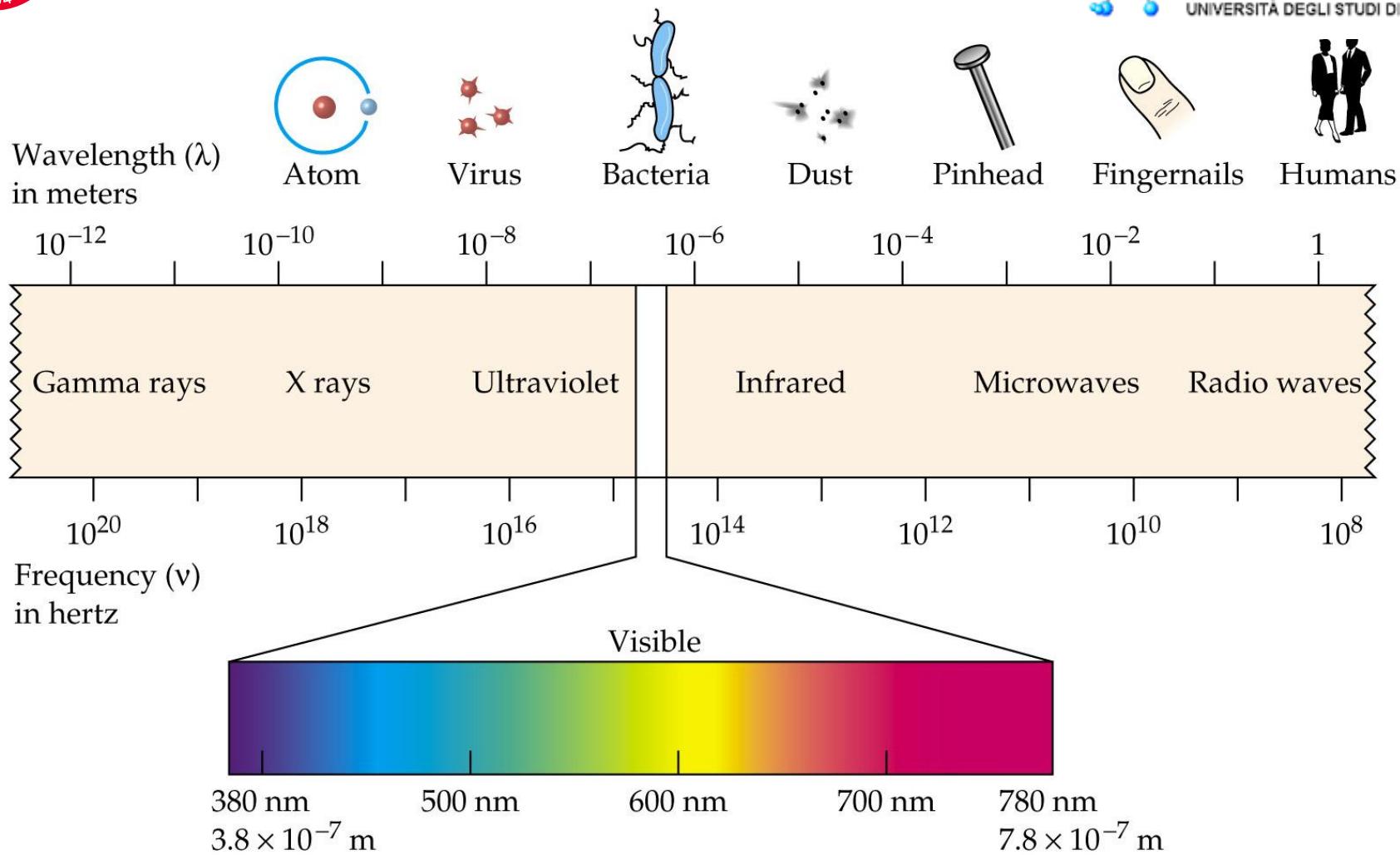
La base del metodo è l'eccitazione termica degli elettroni atomici più esterni, con successivo ripristino dello stato iniziale mediante emissione di energia luminosa:

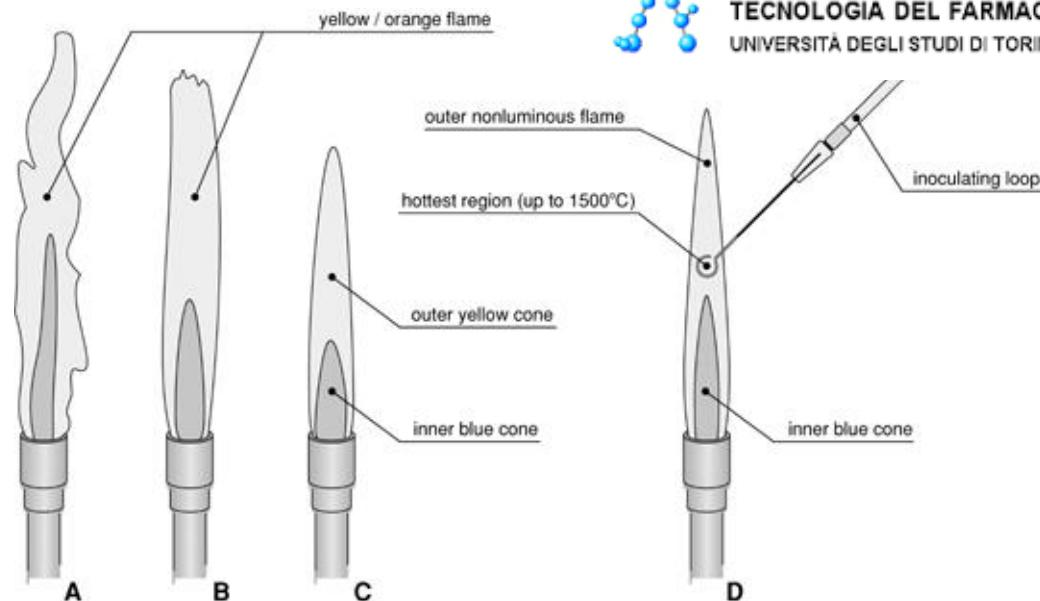
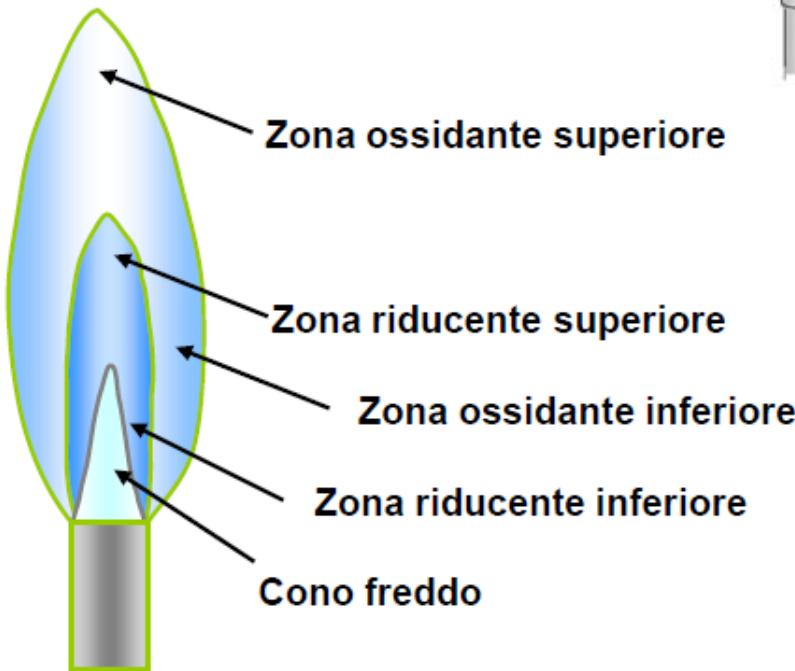


Vi sono più transizioni possibili, quindi il ritorno allo stato fondamentale può avvenire in più stadi. Non tutte le transizioni tra livelli elettronici sono permesse.

Affinché l'emissione sia osservabile la lunghezza d'onda della radiazione emessa deve cadere nel campo visibile:

$$380 \text{ nm} < \lambda < 700 \text{ nm}$$

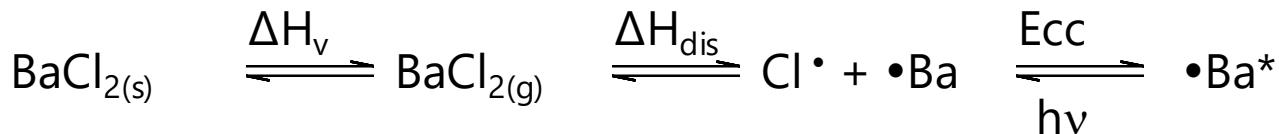




Nella fiamma del bunsen esistono diverse zone distinte per luminosità e temperatura; una zona centrale detta cono freddo costituita da gas incombusto, una zona intermedia molto luminosa detta zona riducente, in cui avviene una combustione parziale ed una zona esterna molto calda e poco luminosa detta zona ossidante, in cui si completa la combustione.



Questi saggi si basano sul fatto che i composti di alcuni metalli, quando vengono volatilizzati in una fiamma, emettono vapori che impartiscono alla fiamma colorazioni caratteristiche. Queste colorazioni appaiono tanto più facilmente quanto più volatili sono i sali: i cloruri, essendo i sali più volatili, sono i più adatti a colorare la fiamma. Il campione viene introdotto solido, con l'uso di un filo di platino o ferro, dopo averlo bagnato in HCl per favorire la formazione di cloruri.



L'intensità dell'emissione dipende dalla popolazione dello stato eccitato emittente. L'osservazione strumentale delle linee di emissione degli elementi indica che tali righe sono in generale composte da più componenti. Ciò implica la presenza di livelli elettronici diversi all'interno di uno stesso stato eccitato, di energia molto prossima tra di loro.

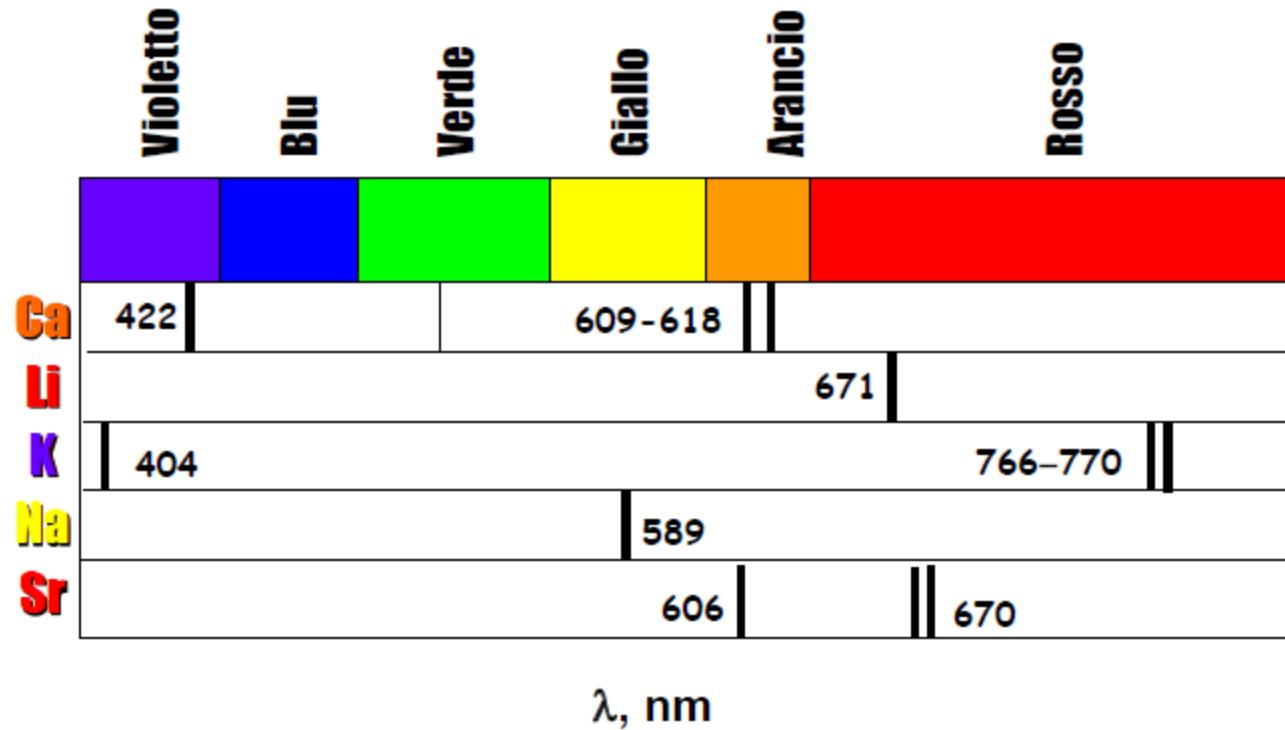
Dal punto di vista pratico si procede utilizzando una piastra di porcellana munita di incavi ed un filo metallico (un pezzetto di filo di ferro, di circa 5-10 cm, che taglierete sul momento e che poi butterete nell'opportuno cestino). In due incavi della piastra di porcellana si mettono alcune gocce di HCl 2M, mentre in un incavo asciutto si mette una piccola quantità della sostanza solida di cui si vuole fare il saggio alla fiamma. Si bagna prima il filo metallico in HCl 2M e poi si tocca la polvere, in questo modo alcuni cristalli della sostanza aderiranno al filo bagnato.

In seguito alla reazione vista precedentemente si formerà un cloruro volatile del metallo che si vuole analizzare e quindi ponendo il filo nella fiamma questo volatilizzerà e la fiamma assumerà un colore caratteristico.

State attenti però a non pensare sempre di avere il catione sodio, perché il filo di ferro che voi usate per fare il saggio con HCl 2M in parte si corrode e quindi si colora di giallo-arancio se voi lo ponete nella zona calda della fiamma, se avete il dubbio fate il confronto con uno standard che sapete contenere il catione sodio.



Piastra di porcellana



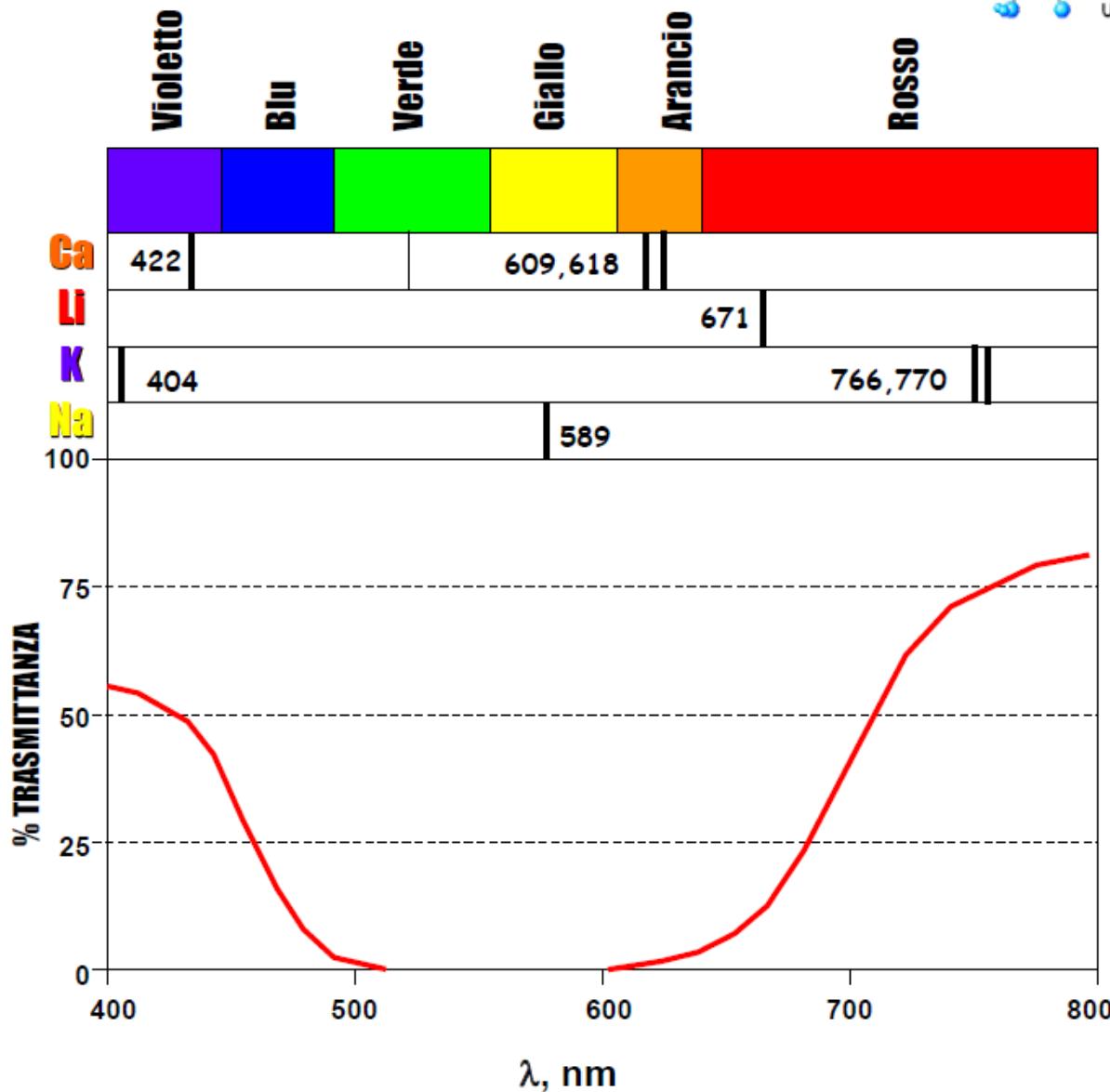


Nel caso di miscele si ottengono varie colorazioni che si sovrappongono mascherandosi. In questo caso si può sfruttare la diversa volatilità dei sali e le diverse temperature delle varie zone della fiamma.

Si immerge il filo di platino prima verso la base della fiamma, quella ossidante meno calda, dove volatilizzano facilmente solo i sali dei metalli alcalini; poi si sposta il filo nella zona di fusione dove la temperatura più elevata fa volatilizzare i sali dei metalli alcalino-terrosi, meno volatili.

Per poter vedere le colorazioni mascherate si può osservare la fiamma attraverso appositi vetri colorati che funzionano da filtri per la luce. Questi vetri sono in grado di assorbire certi raggi luminosi lasciandone passare altri.

La colorazione gialla del sodio maschera quella violetta del potassio, ma se si osserva la fiamma attraverso un vetro al cobalto (blu), si vede la colorazione rossa del potassio perché quella del sodio viene assorbita.





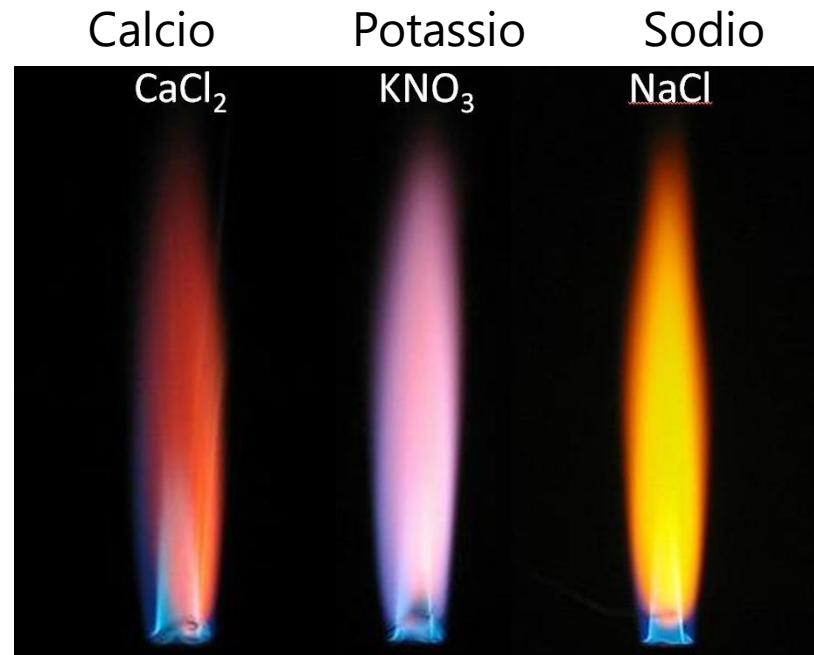
Ione	Colore della fiamma	Attraverso vetro blu
Litio	Rosso porpora	-
Sodio	Giallo	Invisibile
Potassio	Violetto	Rosso paonazzo
Calcio	Rosso mattone	Grigio verde
Bario	Verde pallido	-
Rame	Verde-azzurro	-
Boro	Verde mela	-



Bario



Rame



<http://online.scuola.zanichelli.it/chimicainlaboratorio>



Litio



Boro