

**CONCORSO PUBBLICO, PER ESAMI, PER EVENTUALI ASSUNZIONI CON CONTRATTO
A TEMPO INDETERMINATO DI PERSONALE NELLA FIGURA PROFESSIONALE DI
ASSISTENTE TECNICO/SANITARIO-AMBIENTALE, INDIRIZZO CHIMICO, CAT. C,
LIVELLO BASE, 1° POSIZIONE RETRIBUTIVA DEL RUOLO UNICO DEL PERSONALE
PROVINCIALE**

PROVA PRATICA

22 gennaio 2020

TEMA n. 2

Esercizio 1

L'alcalinità totale (TAC) di un'acqua rappresenta la sua capacità di neutralizzare gli acidi ed è data dalla somma di tutte le basi titolabili. Per acque aventi valori di pH inferiori a circa 8-8.3 la TAC è principalmente dovuta alla presenza di ioni carbonato CO_3^{2-} e bicarbonato HCO_3^- e viene generalmente determinata tramite titolazione con HCl utilizzando metilarancio come indicatore, fino al punto di viraggio a pH~4.4, punto in cui sono completate le reazioni di neutralizzazione di carbonati e bicarbonati. La TAC viene convenzionalmente espressa come concentrazione di CaCO_3 in mg per litro di acqua.

Un campione di acqua di volume pari a 200 ml ha richiesto per la titolazione 30.1 ml di soluzione di HCl a molarità 0.020. Determinare il valore di TAC esprimendolo come mg(CaCO_3)/litro con 3 cifre significative.

Esercizio 2

Un metodo per la determinazione del residuo fisso a 180 °C in acqua prevede le seguenti attività operative:

- Preparare una capsula e determinarne la tara ponendola in stufa alla temperatura di 180 °C per circa 1 ora, lasciarla raffreddare ed acclimatare per 1 ora in essiccatore e procedere poi alla pesata.
- Ripetere la procedura fino ad ottenere un peso costante, ovvero fino a quando la variazione di peso riscontrata in due cicli successivi di riscaldamento, raffreddamento e pesata non supera 0.5 mg. Utilizzare per il calcolo la pesata finale.
- Prelevare un'aliquota di campione di acqua che possa presumibilmente fornire un residuo compreso tra 10 e 200 mg. In generale, il volume di campione da utilizzare è stabilito in funzione della conducibilità elettrica specifica a 20 °C, secondo il seguente schema:

Conducibilità a 20 °C ($\mu\text{S}/\text{cm}$) Volume campione (ml)

< 100	500
100 ÷ 600	250
> 600	100

- Trasferire l'aliquota misurata di acqua del campione nella capsula e lasciarla evaporare in stufa ventilata a 95 °C. Dopo completa evaporazione dell'acqua impostare la temperatura a 180 °C ed essiccare fino a peso costante, procedendo con le stesse modalità della taratura, ovvero fino a quando la variazione di peso riscontrata in due cicli successivi di riscaldamento, raffreddamento e pesata non supera 0.5 mg. Utilizzare per il calcolo la pesata finale.
- Il residuo fisso del campione si calcola mediante la formula:

$$\text{residuo fisso } \left(\frac{\text{mg}}{\text{l}} \right) = \frac{P_1 - P_2}{V} * 1000$$

[Handwritten signatures]

dove:

P_1 = massa (g) della capsula con il residuo dopo essiccamento

P_2 = massa (g) della capsula (tara)

V = volume (l) del campione prelevato.

Il risultato va espresso arrotondato al mg/l, senza cifre decimali.

L'analista A analizza un campione di acqua che presenta conducibilità di $58.4 \mu\text{S/cm}$. Ne preleva un volume pari a 500 ml e lo pone in capsula con tara 108.8211 g; la prima pesata della capsula dopo essiccazione è 108.8409, la successiva è 108.8413 g. Il residuo fisso ottenuto è risultato essere pari a 40 mg/l.

L'analista B analizza un altro campione di acqua che presenta conducibilità di $120 \mu\text{S/cm}$. Ne preleva un volume pari a 500 ml e lo pone in capsula con tara 105.8496 g; la prima pesata della capsula dopo essiccazione è 105.8856, la successiva è 105.8846 g. Il residuo fisso è risultato essere pari a 70.0 mg/l

Il candidato verifichi e commenti, motivando opportunamente le risposte, se gli analisti hanno operato correttamente e secondo le indicazioni del metodo di prova.

Domanda 3

Si illustri sinteticamente, facendo anche ricorso a semplici esempi legati alla misura di parametri chimici, il significato di:

- errore casuale
- errore sistematico

Trento,

22 gennaio 2020

**CONCORSO PUBBLICO, PER ESAMI, PER EVENTUALI ASSUNZIONI CON CONTRATTO
A TEMPO INDETERMINATO DI PERSONALE NELLA FIGURA PROFESSIONALE DI
ASSISTENTE TECNICO/SANITARIO-AMBIENTALE, INDIRIZZO CHIMICO, CAT. C,
LIVELLO BASE, 1° POSIZIONE RETRIBUTIVA DEL RUOLO UNICO DEL PERSONALE
PROVINCIALE**

PROVA PRATICA

22 gennaio 2020

TEMA n. 1

Esercizio 1

Preparazione di una soluzione tampone. Nella Tabella 1 sono riportate alcune costanti di dissociazione acida (K_a) o basica (K_b) di acidi e basi deboli.

- a) Sulla base delle costanti suddette individuare la coppia acido-base più adatta all'ottenimento di una soluzione tampone che lavori attorno a $\text{pH}=5$
- b) Descrivere in maniera dettagliata e quantitativa (e.g. volumi da prelevare, strumentazione/vetreteria da utilizzare etc...) la procedura che si utilizzerebbe per preparare 200 ml di soluzione tampone a $\text{pH}=5.00$, avendo a disposizione i reagenti indicati nella Tabella 2, nei volumi che si ritiene necessari

Tabella 1 – Costanti di dissociazione di acidi e basi deboli

Acidi	K_{a1} (a 25 °C)	K_{a2} (a 25 °C)	K_{a3} (a 25 °C)
cloroso HClO_2	$1.1 \cdot 10^{-2}$		
fosforico H_3PO_4	$7.4 \cdot 10^{-3}$	$6.23 \cdot 10^{-8}$	$3.5 \cdot 10^{-13}$
fluoridrico HF	$7.2 \cdot 10^{-4}$		
acetico CH_3COOH	$1.76 \cdot 10^{-5}$		
Base	K_b (a 25 °C)		
ammoniaca NH_3	$1.8 \cdot 10^{-5}$		

Tabella 2 – Soluzioni a disposizione per la preparazione

Sostanza	conc.	Sostanza	conc (M)
acido cloroso, HClO_2	0.5	fluoruro di Na, NaF	0.5
clorito di Na, NaClO_2	0.5	acido acetico, CH_3COOH	0.5
acido fosforico H_3PO_4	0.5	acetato di Na, CH_3COONa	0.5
diidrogenofosfato di Na, NaH_2PO_4	0.5	idrossido di ammonio, NH_4OH	
monoidrogenofosfato di Na, Na_2HPO_4	0.5	cloruro di ammonio NH_4Cl	0.5
fosfato di Na, Na_3PO_4	0.5	idrossido di sodio NaOH anidro	pellets, purezza $\geq 98\%$
acido fluoridrico HF	0.5	H_2O deionizzata	pura

Esercizio 2

Un metodo per la determinazione di benzene in aria prevede di aspirare un volume noto di aria attraverso una fiala in vetro contenente una fase adsorbente di carbone. Successivamente la fase stazionaria viene

desorbita con solvente, in genere solfuro di carbonio (CS_2) e l'eluato viene iniettato in gascromatografo con rivelatore FID o MS, precedentemente calibrato con soluzioni a concentrazione nota di analita.

In una sessione di misura la taratura in benzene è stata eseguita con soluzioni di benzene in CS_2 in GC-MS ed è risultata lineare nel campo da 0.1 fino a 10 $\mu\text{g/ml}$.

Un volume d'aria è stato campionato aspirando per 3 ore ad un flusso di 0.2 l/min; in laboratorio si trasferisce il carbone in una vial e si aggiungono 4 ml di CS_2 ; questa soluzione è utilizzata per l'iniezione in GC-MS.

Si inietta una prima volta la soluzione tal quale e il cromatogramma riporta un valore di 17.31 $\mu\text{g/ml}$ (**misura 1**).

Successivamente la stessa soluzione viene diluita come segue: si pone in matraccio da 1 ml 0.1 ml della soluzione, si porta a volume con CS_2 e si inietta ottenendo sul cromatogramma il valore di 1.91 $\mu\text{g/ml}$ (**misura 2**).

- a) Commentare, motivando opportunamente le risposte, quale misura è più corretta per il calcolo della concentrazione del benzene
- b) determinare la concentrazione di benzene in aria in mg/m^3 con 2 cifre significative
- c) Si allegano le schede di sicurezza dei due prodotti utilizzati. Indicare brevemente le modalità di comportamento durante l'analisi ai fini della sicurezza dell'operatore.

Domanda 3:

Si illustri sinteticamente, facendo anche ricorso a semplici esempi legati alla misura di parametri chimici, il significato dei termini accuratezza e precisione di un campione di dati

Trento,

22 gennaio 2020

CONCORSO PUBBLICO, PER ESAMI, PER EVENTUALI ASSUNZIONI CON CONTRATTO A TEMPO INDETERMINATO DI PERSONALE NELLA FIGURA PROFESSIONALE DI ASSISTENTE TECNICO/SANITARIO-AMBIENTALE, INDIRIZZO CHIMICO, CAT. C, LIVELLO BASE, 1° POSIZIONE RETRIBUTIVA DEL RUOLO UNICO DEL PERSONALE PROVINCIALE

PROVA PRATICA

22 gennaio 2020

TEMA n. 3

Esercizio 1

Una soluzione di solfato di potassio è sottoposta ad analisi gravimetrica dei solfati. Se ne preleva un'aliquota pari 100.0 mL e si fa precipitare a caldo solfato di bario con l'aggiunta di cloruro di bario, filtrando poi la soluzione contenente il precipitato. Si determina a peso costante la massa di un crogiolo, che risulta essere 17.2843 g. Dopo aver eseguito le operazioni necessarie per la calcinazione, si determina a peso costante la massa di crogiolo con il solfato di bario, che risulta pari a 18.8924 g. Scrivere la reazione di precipitazione utilizzata nel metodo e calcolare la concentrazione della soluzione di partenza espressa come g/L di solfato di potassio, esprimendo il risultato con quattro cifre significative.

Esercizio 2

Si deve costruire una retta di taratura per la determinazione del cloroformio in acqua con metodo purge and trap e analisi via GC-MS a partire da un 1 ml di soluzione commerciale di cloroformio in metanolo di concentrazione pari a 2000 µg/ml.

Le soluzioni di calibrazione devono essere preparate utilizzando acqua come solvente ed avere le seguenti concentrazioni :

0.5, 1.0 2.0 5.0 10.0 µg/l acqua.

Si ha a disposizione il seguente materiale:

- 1 ml di soluzione preparata diluendo 0.05 ml della soluzione commerciale a 10 ml di metanolo
- matracci da 50, 100, 200, 250, 500 e 1000 ml.
- micropipette a volume regolabile da 20 a 100 µl
- acqua deionizzata

Descrivere il metodo di preparazione delle cinque soluzioni di taratura, tenendo presente che il volume di metanolo in acqua non deve essere superiore allo 0.1% v/v.

Domanda 3

Si illustri sinteticamente, facendo anche ricorso a semplici esempi legati alla misura di parametri chimici, il significato dei termini riproducibilità e ripetibilità di un metodo analitico

Trento,

22 gennaio 2020