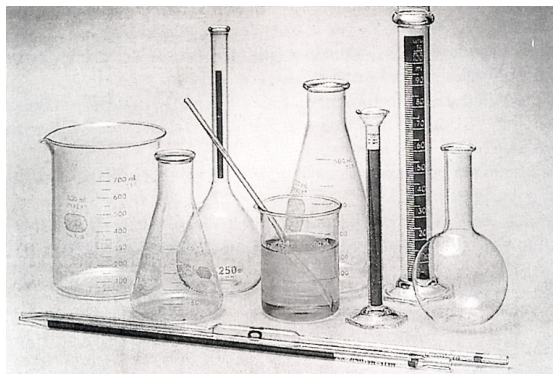


STRUMENTI DELL'ANALISI CHIMICA

UNITA' DI VOLUME



L'unità fondamentale di volume è il litro (l).

Il millilitro (ml) è la millesima parte di un litro ed è largamente usato in tutti i casi in cui il litro è un'unità di misura troppo grande.

Il centimetro cubo (cc) è l'equivalente del ml.

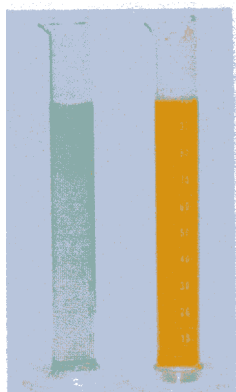
EFFETTO DELLA TEMPERATURA SULLE MISURE DI VOLUME

Il volume di una data massa di liquido varia con la temperatura e così varia il volume di ogni recipiente usato per la misura, per cui se si vuole ottenere una misura di volume esatta bisogna tener conto dell'effetto temperatura.

Le misure volumetriche debbono venire riferite a qualche temperatura standard che nel nostro caso è quella ambiente media (20°C) e anche per variazioni di pochi gradi nella temperatura ambiente non si dovranno apportare correzioni del volume per la temperatura.

VETRERIA VOLUMETRICA DI USO COMUNE

La vetreria di uso più comune in un laboratorio consiste in contenitori atti a fornire o a contenere determinate quantità di sostanza ed in strumenti ausiliari che consentono determinate operazioni (per es. la filtrazione). In generale è possibile suddividere la vetreria in due classi in funzione dell'attendibilità della misura riportata nella tacca del recipiente. In particolare quindi cilindri e beaker sono contenitori che servono per fornire quantità approssimate di volume, beute e provette per contenere quantità approssimate di volume, mentre pipette (graduate e volumetriche), matracci e burette, in quanto tarati, servono per misure precise di volume.



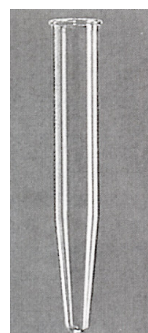
CILINDRI



BEAKER

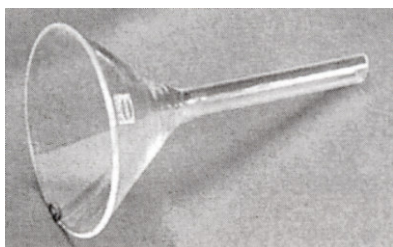


BEUTE

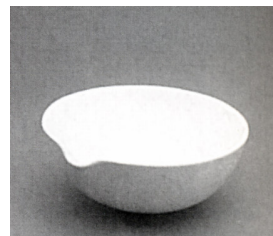


PROVETTA

Un esempio di altri strumenti comuni in un laboratorio sono l'imbuto e la capsula di seguito riportati.



IMBUTO



CAPSULA

Come già detto pipette, burette e matraci sono recipienti che possono essere tarati in modo da contenere, oppure fornire, una data quantità di liquido. Di solito il costruttore dell'apparecchiatura volumetrica specifica non solo il modo di taratura (marcandola, ad esempio, con "TD" che vuol dire "per fornire" o "TC" che vuol dire "per contenere"), ma anche la temperatura a cui è stata fatta la taratura.

Pipette: tutte le pipette servono per trasferire volumi noti di liquido da un recipiente all'altro. Alcune forniscono soltanto il volume determinato e vengono chiamate pipette volumetriche, altre, dette pipette graduate, sono tarate in unità opportune in modo che sia possibile fornire un qualsiasi volume fino a quello massimo in esse contenuto (Figura 1).

Tutte le pipette vengono riempite fino alla linea di graduazione iniziale, ma è diverso il modo con cui si esegue il trasferimento di volume. A causa delle forze di attrazione tra la maggior parte dei liquidi ed il vetro, rimane sempre una goccia di liquido sulla punta della pipetta. Nel caso in cui la pipetta presenti solo la tacca di massimo (volume massimo), il liquido in essa contenuto deve essere espulso fuori totalmente, in quanto è parte del volume misurato, nel caso invece che la pipetta

volumetrica presenti le tacche di massimo e di minimo (volume minimo), questa operazione non deve essere effettuata.

Burette: le burette, come le pipette graduate, permettono di misurare e trasferire un qualsiasi volume di liquido fino a quello massimo in esse contenuto. La precisione ottenibile con la buretta é sensibilmente maggiore di quella che si può ottenere con la pipetta graduata.

In generale la buretta consiste in un tubo di vetro graduato contenente il liquido e di una valvola o rubinetto con cui si può controllare il flusso in uscita. Il rubinetto di vetro va “ingrassato” con silicone in tutte le parti smerigliate sia del maschio che della femmina per evitare che si blocchi e va lavato accuratamente dopo l’uso.

Il rubinetto di teflon non viene intaccato dai reagenti più comuni e non ha bisogno di nessuna lubrificazione, per queste sue caratteristiche viene scelto nella maggior parte dei casi (Figura 5).

Matracci: in commercio si trovano matracci di volumi variabili da 5 ml a 5 litri, tarati di solito in modo da contenere un volume fisso quando sono riempiti fino alla linea incisa sul collo. Vengono usati per preparare soluzioni standard e per diluire campioni ad un volume noto prima di prelevarne una certa quantità con la pipetta (Figura 2).

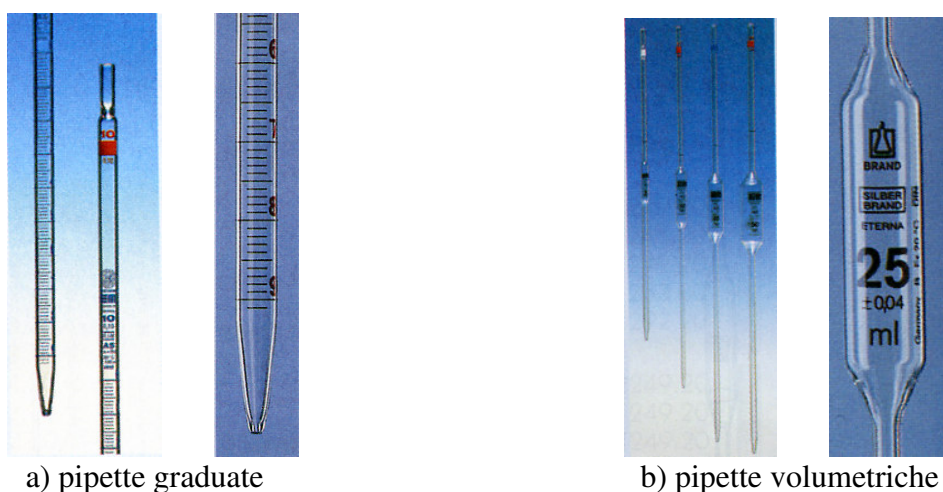


Figura 1. Pipette.

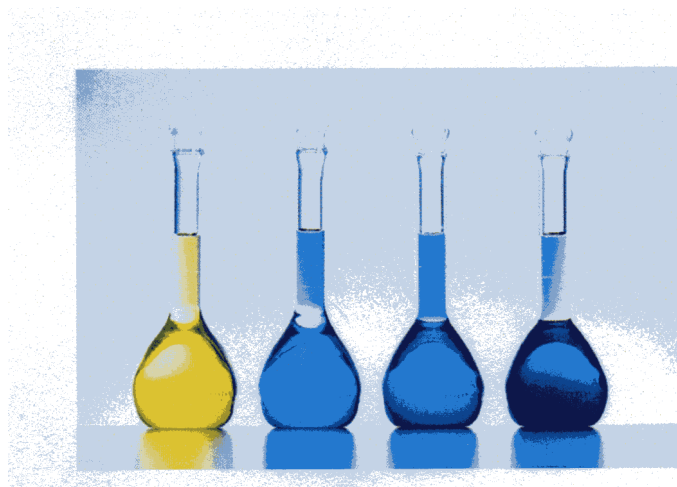
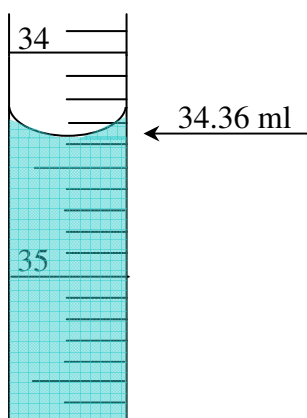


Figura 2. Matracchi.

MISURE DI VOLUME: TECNICHE ED OPERAZIONI

Solo quando le superfici di vetro sono perfettamente pulite si ricoprono di un sottile strato di liquido, che invece in presenza di sporcizia o di unto presenta interruzioni. I recipienti di vetro sono puliti molto accuratamente dal costruttore prima di essere tarati e devono essere mantenuti puliti durante l'uso se si vuole che la taratura abbia significato.

Quando il liquido è contenuto in un tubo stretto, come una buretta o una pipetta, la sua superficie risulta di solito incurvata e forma un menisco. Normalmente si usa la parte più bassa del menisco nel tarare ed adoperare questo tipo di recipienti. Tale minimo può essere letto con maggiore precisione se si tiene un foglio di carta opaca dietro la graduazione.



**Figura 3. Menisco del liquido in una buretta;
il volume indicato è 34.36 ml.**

Quando si fanno letture di volume l'occhio deve essere allo stesso livello del liquido onde evitare errori di parallasse. Se l'occhio è più alto del livello del liquido, si legge un volume di liquido inferiore a quello usato in realtà. Se il punto d'osservazione è più basso l'errore sarà contrario.

MODALITA' D'USO DELLA PIPETTA

Le seguenti istruzioni riguardano specificatamente l'impiego delle pipette che si usano per il trasferimento di liquidi. I liquidi vengono aspirati nelle pipette applicando un piccolo vuoto. È poco raccomandabile usare a tale scopo la bocca dato che c'è il pericolo d'ingerire parte del liquido che viene aspirato. È perciò consigliabile usare delle apposite pompette di gomma chiamate propipette, cioè ampole di gomma dotate di un'imboccatura per il collegamento alla pipetta e di valvole che consentono l'immissione e l'emissione dell'aria dalla stessa.

Procedimento

Funzionamento della propipetta (Figura 4):

1. si inserisce la pipetta nell'imboccatura inferiore della propipetta; questa operazione deve essere fatta con cautela ruotando la pipetta, una forzatura eccessiva potrebbe determinare il cedimento del vetro e causare lesioni alle mani;

2. si svuota l'aria dall'ampolla comprimendola completamente e tenendo pressata la valvola superiore A;
3. si aspira il liquido nella pipetta premendo la valvola S; durante questa operazione si deve evitare che il liquido raggiunga il bulbo della propipetta;
4. si eroga il liquido premendo la valvola laterale E.



Figura 4. Propipetta.

Pulitura:

Le pipette possono essere pulite con soluzione calda di detergente o con miscela cromica tiepida. Vi si aspira una quantità di liquido sufficiente a riempire il bulbo fino ad un terzo della sua capacità. Tenendo poi la pipetta orizzontalmente la si ruota in modo da ricoprire di liquido tutta la superficie interna. Si scola e si risciacqua abbondantemente con acqua distillata. Se sono presenti interruzioni nel film di acqua che aderisce alla superficie è necessario ripetere il ciclo di lavaggio.

Misura di una aliquota:

In modo analogo a quando si pulisce, si aspira una piccola quantità di liquido del campione e si sciacqua (si avvina) con esso le superfici interne. Si ripete con almeno altre due porzioni. Si riempie quindi la pipetta fino a poco oltre la graduazione. Ci si accerta che non ci siano bolle d'aria nel liquido o schiuma alla superficie. Si pulisce la pipetta dal liquido che aderisce esternamente, si tocca con la punta della pipetta la parete di un beaker (non quello in cui va messo poi il liquido) e si lascia diminuire il livello del liquido lentamente fermandosi non appena la parte più bassa del menisco coincide esattamente con il segno della graduazione. Si mette la punta della pipetta dentro il recipiente in cui si vuol trasferire il liquido e si lascia che questo scoli liberamente.

MODALITA' D'USO DEL MATRACCIO

I matracci dovrebbero essere lavati prima dell'uso con detergente e, se necessario, con miscela cromica. Per asciugarli basta appenderli con una pinza in posizione rovesciata e usare un leggero vuoto per far circolare aria nel loro interno.

Procedimento

Pesata diretta nel matraccio:

Per preparare direttamente una soluzione standard bisogna porre in un matraccio una quantità nota di soluto. Per ridurre al minimo le possibilità di perdita durante la pesata, è bene inserire un imbuto nel collo del matraccio. L'imbuto poi si lava finché non ha più solido sulla superficie.

Diluizione a volume noto:

Dopo avervi introdotto il solido, si riempie il matraccio a metà e si agita il contenuto per scioglierlo. Si aggiunge dell'altro solvente e si mescola bene. Si porta il livello del liquido quasi al segno e si aspetta un po'. Quindi si usa un contagocce per aggiungere l'ultima quantità di solvente necessaria. Si tappa il matraccio per bene ribaltandolo ripetutamente al fine di avere un mescolamento uniforme. In fine, si versa la soluzione così preparata in una bottiglia asciutta che serve per conservarla.

NOTE:

Se, come capita talvolta, il livello del liquido supera la linea di taratura, si può apportare una correzione per l'eccesso di volume. Si usa un'etichetta gommata per segnare il livello del liquido. Dopo che il matraccio è stato svuotato, lo si riempie fino al livello con acqua e con una buretta si aggiunge ancora liquido fino al livello segnato dall'etichetta. Il volume di liquido uscito dalla buretta deve essere naturalmente aggiunto a quello del matraccio quando si calcola la concentrazione della soluzione.

MODALITA' D'USO DELLA BURETTA

La buretta deve essere lavata molto accuratamente prima dell'uso e si deve controllare che il rubinetto tenga bene.

Procedimento

Riempimento:

Ci si accerta che il rubinetto sia chiuso. Si aggiungono 5-10 ml di soluzione e si ruota la buretta in modo da bagnare le pareti, lasciando poi scolare il liquido. Si ripete questo procedimento altre due volte. Si riempie poi la buretta fino sopra il livello dello zero. Si elimina l'aria contenuta nella punta e nel rubinetto aprendo questo rapidamente e lasciando passare piccole quantità di soluzione. Quindi si abbassa il livello del liquido fino allo zero o un po' sotto e si aspetta un minuto prima di leggere il volume iniziale.

Titolazione:

Con la punta ben dentro il recipiente in cui si fa la titolazione, si aggiungono volumi successivi di soluzione dell'ordine del millilitro. Si agita il campione costantemente onde assicurare un efficiente mescolamento. Col procedere della titolazione le aliquote di aggiunta vanno diminuite e nelle immediate vicinanze del punto finale si aggiunge il reagente goccia a goccia lentamente. Quando si pensa che mancano solo poche gocce alla fine della prova, si lavano le pareti del recipiente di titolazione prima di completare l'esperimento. Si lascia passare circa un minuto tra l'ultima aggiunta di reagente e la lettura della buretta.

NOTE:

1. Quando non hanno troppa familiarità con una certa titolazione, molti analisti preparano prima un campione in più che viene titolato senza troppa cura poiché lo scopo, in questo caso, è quello di stimare più o meno il punto finale e aver un'idea della quantità di reagente necessario. Questo sacrificio volontario di un campione spesso fa risparmiare tempo.
2. Anziché sciacquare le pareti verso la fine della titolazione, il recipiente può essere inclinato e ruotato con cautela in modo che il liquido raccolga le goccioline che aderiscono alle pareti.
3. Si possono prelevare anche volumi più piccoli di una goccia lasciando che si formi un po' di liquido sulla punta della buretta e toccando poi questa con la parete del recipiente di titolazione. Questa piccola goccia viene poi miscelata al resto della soluzione come detto alla nota 2.

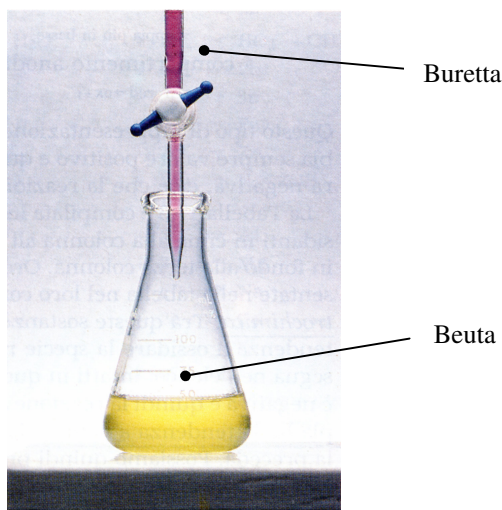


Figura 5. Modalità d'uso della buretta.

MISURE DI MASSA

L'unità di misura della massa nel sistema internazionale (SI) è il kilogrammo (kg).

Il grammo (g) è la millesima parte di un kg ed è la misura più usata in un laboratorio chimico insieme ai mg (millesima parte del g).

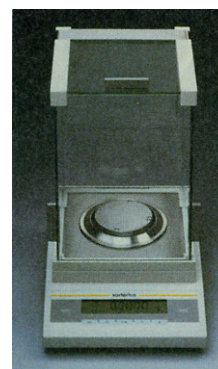
Le misure di massa vengono effettuate in genere tramite bilance elettroniche che possono essere tecniche o analitiche in funzione della sensibilità della lettura (0.1-0.01 g: tecniche; 0.001g analitiche).

L'operazione di pesata consiste generalmente nel porre prima un foglio di carta o un contenitore, sul piatto della bilancia, per determinarne la massa; si aggiunge poi la sostanza da pesare e si esegue una seconda lettura. La differenza tra le due masse corrisponde alla massa della sostanza aggiunta. La massa del contenitore vuoto è detta tara. La maggior parte delle bilance possono venire tarate con il contenitore vuoto sul piatto. Si azzerava in queste condizioni la scala della bilancia, si aggiunge la sostanza da pesare e se ne legge direttamente la massa.

Quando si vuole effettuare una misura con una bilancia analitica, al fine di ridurre al minimo gli errori, è buona norma non toccare mai con le mani il contenitore da pesare, dal momento che le impronte digitali ne modificherebbero la massa. Prima della pesata, un campione deve essere sempre tenuto a temperatura ambiente, per evitare errori dovuti alle correnti d'aria di convezione. Gli sportelli di vetro della bilancia analitica devono rimanere chiusi durante le letture a protezione delle oscillazioni causate dalle correnti d'aria. Dei piedini regolabili ed un indicatore a bolla consentono di mantenere la bilancia in posizione orizzontale.



BILANCE TECNICHE



BILANCIA ANALITICA

ATTREZZATURA

L'attrezzatura di uso più comune in un laboratorio è mostrata di seguito.

