

ANNO V - N. 4
LUGLIO-AGOSTO 1957

S O M M A R I O

	PAG
H. REETZ : Moderna tecnica di registrazione con oscillografi a scrittura diretta	95
Prof. Dr. Ing. F. GABLER : Un microscopio per l'esame di sostanze altamente radioattive	111
Dr. Chim. W. SCHÖNIGER : Sull'impiego di bilance rapide nel laboratorio microanalitico	119

NOTIZIARIO TECNICO

— Oculare per la determinazione della grandezza dei grani e della struttura	123
— Centrifuga da laboratorio « Roto-Super »	124
— Apparecchio desalificatore « Chromatodesalter »	125

DIREZIONE
REDAZIONE
AMMINISTRAZIONE
MILANO
VIA BORROMEI 1 B/4
TELEFONI :
800.946 - 800.947 - 800.948

Gli articoli qui contenuti esprimono soltanto il pensiero ed il giudizio del relativo autore. La Direzione assume solo le responsabilità di legge. - I manoscritti ed i disegni anche se non pubblicati non si restituiscono. - È fatto divieto di riprodurre in tutto od in parte gli articoli, disegni e fotografie contenuti nella Rassegna IL LABORATORIO SCIENTIFICO senza citare le fonti.

SULL'IMPIEGO DI BILANCE RAPIDE NEL LABORATORIO MICROANALITICO

Dr. Chim. W. SCHÖNIGER - Basel (Svizzera)

Uno degli apparecchi più importanti in ogni laboratorio microanalitico è senza dubbio rappresentato dalla bilancia. E' uno dei tanti grandi meriti di PREGL, l'ideatore della microanalisi organica, che circa 50 anni or sono abbia suggerito ad una nota ditta costruttrice di bilance di crearne una, perfezionando le costruzioni allora esistenti, che permettesse l'esecuzione di pesate di grammi con una precisione di microgrammi. Solo in seguito a tale realizzazione divenne possibile sviluppare dei metodi analitici che richiedessero l'impiego di appena pochi milligrammi di sostanza. Da allora sono stati compiuti non solamente dei giganteschi progressi nello sviluppo dei metodi analitici, ma vennero pure sensibilmente perfezionate le bilance stesse.

La microbilancia a suo tempo impiegata da PREGL era una bilancia a giogo a due bracci uguali, con la quale si pesava secondo il principio delle oscillazioni. Attorno al 1930 vennero introdotti, come innovazioni, la lettura ottica e lo smorzamento ad aria, sicchè con tali bilance divenne possibile di eseguire pesate con assai maggiore comodità e rapidità.

Negli ultimi anni la fabbrica « METTLER » di Zurigo venne alla ribalta con una costruzione del tutto nuova. Si tratta infatti di una bilancia a giogo ad un solo braccio, con smorzamento ad aria, nella quale i pesi si trovano sullo stesso lato del giogo sul quale si colloca l'oggetto da pesare. Sul lato opposto si trova invece un contrappeso costante. Dopo aver sottoposto la bilancia al carico, la messa a zero

cato sulla bilancia. Si provvede quindi ad innestare i pesi grandi e dopo altri due minuti (ossia dopo 5 minuti complessivamente) si sblocca la bilancia e si determina l'esatto peso. Si introduce poi nella bilancia il tubo di assorbimento per anidride carbonica e dopo altri 2 minuti (sette minuti dall'inizio) lo si pesa.

Non è poi tanto importante di attenersi strettamente ai tempi qui indicati, giacchè essi dipendono dalla destrezza dell'analista, quanto piuttosto di pesare sempre a tempi perfettamente uguali, come del resto si usa anche con ogni altra bilancia.

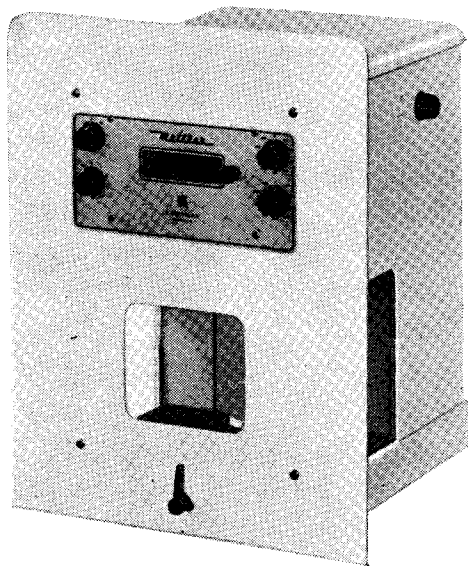
Non occorre tener conto della spinta d'aria, la quale non pregiudica minimamente la precisione delle pesate, in quanto trattasi di pesate differenziali eseguite a breve distanza di tempo tra di loro, dove la spinta d'aria può essere ritenuta costante, come già PREGL (3) ebbe modo di constatare nell'uso delle piccole bottigliette di tara da lui consigliate.

1) T. W. LASHOF e L. B. MACURDY, *Analyt. Chemistry* **26**, 707 (1954).

2) G. MATSAMURA e R. OOTA, *J. Pharm. Soc. Japan* **73**, 777 (1953).

3) PREGL-ROTH, *Die quantitative organische Mikroanalyse*, 5. ediz. Springer-Wien, (1947), pag. 14.

è ottenuta mediante l'allontanamento automatico dei pesi (principio di sostituzione). Ogni pesata viene quindi effettuata ad un carico costante del giogo. Il campo della scala ottica comprende 20 mgr ed ogni divisione indica microgrammi 100; le ultime due cifre decimali vengono lette per mezzo di un nonio. E' inoltre vantaggioso che il punto di zero può essere regolato facilmente e che le pesate posso-



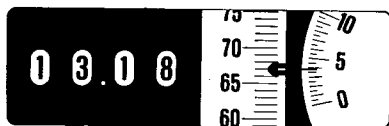
no essere eseguite in tempo più breve rispetto ad una qualunque altra bilancia. Le ricerche di LASHOF e MACURDY (1) nonché quelle di MATSAMURA e OOTA (2) dimostrarono, che questa microbilancia può senz'altro essere impiegata nella quotidiana pratica di laboratorio.

Usando una microbilancia « Mettler » occorre particolarmente osservare quanto segue :

La bilancia dev'essere montata al riparo di ogni vibrazione e dovrebbero essere evitate le correnti d'aria nonché notevoli sbalzi di temperatura e di umidità. L'operatore dovrebbe sedere davanti al-

la bilancia, mantenendosi distante circa 50 cm; l'altezza della sedia dovrebbe essere tale da consentire comodamente la lettura del quadrante.

Le pesate vengono opportunamente eseguite come segue: Innanzi tutto si stabilisce l'esatto punto di zero alla consueta maniera e, se necessario, lo si corregge. Dopo l'arresto della bilancia l'oggetto da pesare viene collocato sul piattino, chiudendo quindi nuovamente il finestrino scorrevole. Si gira poi la leva d'arresto a destra sulla po-



Peso = gr 13,186738

sizione di semi-bloccaggio e si stabilisce il peso approssimativo, girando le apposite manopole agenti sui pesi. Quindi si sblocca la bilancia interamente (leva a sinistra) e si attende fino a che la scala a proiezione si sia completamente arrestata rispettivamente, per pesate a tempo, fino a quando è raggiunto il tempo voluto. Solo allora, girando rapidamente la manopola del nonio, si stabiliscono e si leggono le ultime due cifre decimali. Si eviti in ogni caso di mantenere la mano su detta manopola, in quanto una radiazione termica anche minima della mano basterebbe per influire sulla precisione della pesata.

I tubi di assorbimento per la determinazione del CH vengono pesati analogamente. Dopo averli tolti dall'apparecchio di combustione — se ciò avviene con guanti, basta pulire solamente i tubicini laterali e non l'intero tubo — essi vengono posti accanto alla bilancia.

Si controlla quindi e si rettifica eventualmente il punto di zero e dopo tre minuti, a partire da quando gli apparecchi vennero posti accanto la bilancia, il tubo di assorbimento per l'acqua viene collo-

cato sulla bilancia. Si provvede quindi ad innestare i pesi grandi e dopo altri due minuti (ossia dopo 5 minuti complessivamente) si sblocca la bilancia e si determina l'esatto peso. Si introduce poi nella bilancia il tubo di assorbimento per anidride carbonica e dopo altri 2 minuti (sette minuti dall'inizio) lo si pesa.

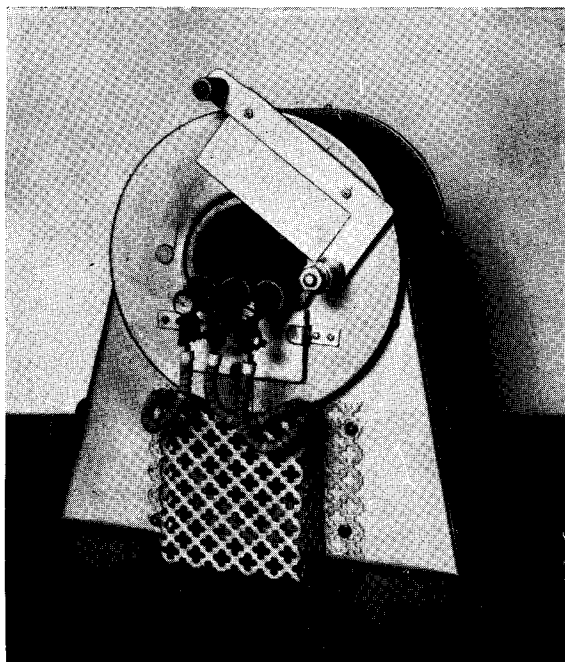
Non è poi tanto importante di attenersi strettamente ai tempi qui indicati, giacchè essi dipendono dalla destrezza dell'analista, quanto piuttosto di pesare sempre a tempi perfettamente uguali, come del resto si usa anche con ogni altra bilancia.

Non occorre tener conto della spinta d'aria, la quale non pregiudica minimamente la precisione delle pesate, in quanto trattasi di pesate differenziali eseguite a breve distanza di tempo tra di loro, dove la spinta d'aria può essere ritenuta costante, come già PREGL (3) ebbe modo di constatare nell'uso delle piccole bottigliette di tara da lui consigliate.

1) T. W. LASHOF e L. B. MACURDY, *Analyt. Chemistry* **26**, 707 (1954).

2) G. MATSAMURA e R. OOTA, *J. Pharm. Soc. Japan* **73**, 777 (1953).

3) PREGL-ROTH, *Die quantitative organische Mikroanalyse*, 5. ediz. Springer-Wien, (1947), pag. 14.



Forno per la determinazione del silicio
secondo Kempf