

PREPARAZIONE PRELIMINARE
DI SOSTANZE PER L'ANALISI (*)

W. SCHÖNIGER

DIPARTIMENTO MICROANALITICO. SANDOZ S.P.A., BASILEA (SVIZZERA)



In generale si può pensare che le sostanze portate al laboratorio di micro-analisi per esservi analizzate *siano pure*, cioè il Chimico, qualora si tratti di composti solidi, li abbia cristallizzati fino a costanza del punto di fusione.

Le *sostanze solide* dovrebbero essere polverizzate, e, se questo non è stato fatto dal Chimico preparatore, ciò deve essere eseguito nel laboratorio di micro-analisi. A questo scopo viene usato di preferenza un piccolo mortaio di agata.

Prima di essere pesata sulla bilancia, ogni sostanza dovrebbe essere almeno macroscopicamente esaminata nella sua omogeneità. Impurezze possono, per esempio venire successivamente a contatto della sostanza pura, se il recipiente non è stato perfettamente chiuso. Perciò è soprattutto da osservare che le sostanze pronte per l'analisi devono essere poste in tubicini di vetro chiusi con tappi pure di vetro a smeriglio o con opportune chiusure di materiale plastico.

Turacciolini di sughero, anche se avvolti con cellofan o con foglietti metallici (stagnola) non sono sufficienti, poichè per il ripetuto aprire e chiudere del tubicino molto facilmente particelle di sughero, rispettivamente di cellophan o di stagnola possono cadere nella sostanza.

Le *sostanze liquide* dovrebbero essere poste in palloncini con tappi a smeriglio oppure in tubicini che ad una estremità portano un capillare non tanto sottile ($\varnothing = 1 - 2$ mm) di ca. 50 mm di lunghezza.

Prima di eseguire l'analisi, per togliere le ultime tracce di solvente dalle sostanze solide, esse devono venire essiccate.

(*) Conferenza tenuta al Seminario di Chimica Terapeutica presso l'Istituto di Chimica Farmaceutica dell'Università di Pavia (5 - 18 aprile 1960).

In generale le sostanze per analisi vengono essiccate ad una temperatura di 20 fino a 50° inferiore al loro punto di fusione. Tuttavia una regola valida per ogni caso non può essere prestabilita. Perciò è molto meglio se le condizioni per l'essiccamento della sostanza da analizzare sono indicate dal Chimico.

Se si tratta di *sostanze non igroscopiche* si procede come segue: si essicca tanta sostanza, quanta ne è necessaria per l'esecuzione di tutte le determinazioni desiderate.

Le *sostanze igroscopiche*, vengono invece trattate come segue: si pesa la sostanza separatamente per ogni singola determinazione analitica, adoperando dei tubicini da micro-pesata (detti anche « porcellini »). Questi tubicini devono essere maneggiati con i guanti, oppure adoperando una pinzetta. Dopo che la sostanza è stata essiccata, per la pesata successiva di controllo bisogna aspettare che i detti tubicini si siano raffreddati di nuovo a temperatura ambiente.

Un'altra possibilità per l'analisi di sostanze igroscopiche è stata studiata tra altri, da Z i m m e r m a n n (1): si spande sopra un vetrino d'orologio tanta sostanza, quanta è necessaria per l'esecuzione di tutte le determinazioni desiderate, si ripara dalla polvere e si lascia la sostanza per parecchie ore (meglio, se di notte) a riposo. Si eseguono poi le varie determinazioni con la sostanza così saturata di umidità e si stabilisce con una sola pesata la quantità di acqua assorbita, per essiccamento nei porcellini fino a peso costante. Il contenuto in umidità così accertato viene poi riportato in ogni singola analisi, tenendo presente che per l'H e l'O le analisi devono essere corrispondentemente corrette. Noi stessi usiamo questo procedimento con nostra piena soddisfazione ed in tal modo possiamo risparmiare parecchie tediose pesate nei porcellini. Lo stesso procedimento non si può più naturalmente usare, se la sostanza da analizzare è deliquescente, cioè se essa assorbe tanta acqua che vi si scioglie. In tale caso bisogna adoperare uno speciale micro-essiccatore da alto vuoto, che è stato descritto da W i e s e n b e r g e r (2). Questa pistola da essiccamento è costruita in modo che in essa si può aprire o chiudere un relativo tubicino da micro-pesata rapidamente e senza che vi penetri umidità.

Sono stati descritti anche parecchi altri dispositivi per l'essiccamento di sostanze d'analisi. I più noti sono le « pistole » da essiccamento con un mantello sovrapposto, saldato al corpo principale del dispositivo, il quale viene così circondato dai vapori caldi di un solvente in ebollizione. Un palloncino in cui bolle il solvente, unito al mantello mediante uno smeriglio, permette un rapido cambiamento della temperatura di essiccamento, semplicemente cambiando il solvente i cui vapori riscaldano la pistola.

Poichè la maggior parte dei solventi organici sono combustibili, si sono adoperati dei fornetti in cui il riscaldamento alla temperatura desiderata avviene elettricamente e viene quindi mantenuto costante per mezzo di termostati (termometri a contatto). Fornetti di questo tipo, che soddisfano ad ogni esigenza, possono essere fabbricati in luogo (Fig. n. 1). Noi stessi abbiamo costruito una batteria completa di *nove* fornetti di questo tipo e per mezzo di un'unica conduttura ad alto vuoto le abbiamo collegate insieme ad una pompa rotativa ad olio.

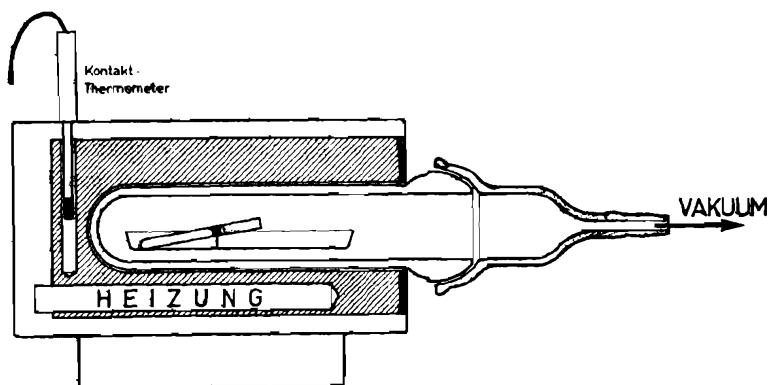


Fig. n. 1

Il collegamento ad ogni fornello è munito di una sfera di vetro a smeriglio.

Secondo quanto stabilito, la pompa funziona ininterrottamente e perciò non occorre alcun mezzo di essiccamento.

C'è ancora da dire che sarebbe molto vantaggioso potere essiccare sostanze in modo tale, che attraverso una opportuna apertura si potesse fare affluire sulla sostanza da essiccare dell'aria calda e secca, oppure rispettivamente un gas inerte.

In genere è sufficiente che l'essiccamento duri un determinato tempo. In casi speciali è tuttavia necessario essiccare fino a peso costante, cioè fondamentalmente fino a che il peso tra *due pesate successive*, con interposto essiccamento e con intervallo di almeno 30 minuti, non vari di $\pm 0,02$ mg (per pesate nei porcellini $\pm 0,03$ mg).

Le *sostanze oleose* ed i liquidi molto viscosi possono essere pesati in navicelle di platino. Sostanze liquide con bassa tensione di vapore, in capillari nel modo ben conosciuto.

Per l'analisi dei *gas organici* vengono descritte dai differenti Autori (3, 4) speciali burette da gas, che ne permettono la presa di quantità precise.

Mentre tutte queste operazioni che abbiamo ora descritte sono relativamente facili da eseguire ed appartengono alla prassi giornaliera del Microanalista, le difficoltà aumentano rapidamente, se sono da analizzare sostanze che reagiscono con parti costituenti l'atmosfera, come O_2 oppure CO_2 . In tale caso, se si vuole analizzare la sostanza in esame senza pericolo di alterazioni, si deve adoperare il procedimento di *Pickhardt e Coll.* (5).

Si tratta sostanzialmente di quanto segue: un sacco floscio, ma abbastanza grande, di film di polietilene sottile, con tre lati chiusi, viene collegato con le tubature dell'azoto (o dell'argo) e della pompa a vuoto. Gli strumenti, come tubicino porta-sostanza, tubicino da micro-pesata (con lo smeriglio da tutte e due le parti), navicella e spatola vengono posti nel sacco. Facendo il vuoto e riempiendo con un gas inerte si scaccia l'aria dal sacco, dopo che la parte aperta è stata ripiegata su se stessa ed assicurata saldamente con pinzette. Infine il sacco viene riempito, ma non completamente, con il gas inerte. A questo punto si procede manualmente al riempimento della navicella ed al caricamento del porcellino operando dal di fuori. Quando il tubicino è stato rinchiuso, si può aprire il sacco e procedere alla pesata. S'intende che le medesime operazioni devono essere eseguite anche con il porcellino e la navicella vuoti. Un secondo sacco uguale al primo è collegato all'apertura della canna di combustione e permette di introdurre la sostanza, senza che questa venga a contatto con l'aria. Per mezzo di un tale dispositivo anche sostanze pirofore possono essere pesate senza pericolo. Un dispositivo complicato, che raggiunge lo stesso risultato, è stato pure descritto da *Williams e Park* (6).

Da ultimo sia ancora ricordato che il non raro e tedioso caricamento elettrostatico di sostanze finemente polverizzate per lo più può essere facilmente eliminato, se il tubicino che contiene la sostanza viene posto tra le due placche di un condensatore, oppure brevemente « scintillato » mediante un cosiddetto « leak detector », così come esso viene usato per l'esame di apparecchiature d'alto vuoto.

BIBLIOGRAFIA

- 1) ZIMMERMANN W., *Mikrochemie ver. Mikrochim. Acta*, **31**, 152; 1943.
- 2) WIESENBERGER E., *Mikrochim. Acta*, 962; 1955.
- 3) ZIMMERMANN W., *Mikrochemie ver. Mikrochim. Acta*, **31**, 188; 1943.
- 4) MARION L., LEDINGHAM A. E., *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.*, **13**, 269; 1941.
- 5) PICKHARDT W. P., SAFRANSKI L. W., MITCHELL J. jr., *Anal. Chem.*, **30**, 1928; 1958.
- 6) WILLIAMS A. F., PARK T. O., *Analyst*, **85**, 126; 1960.