



Fig. III.27. Balanță analitică digitală (www.techmed.ro)

Cutia de greutate analitice

Greutățile analitice servesc la verificarea balanței analitice înainte de utilizare.

Acestea se pastrează într-o cutie dedicată, bicompartimentată. Într-unul dintre compartimente sunt plasate greutatea întregi, cilindrice, așezate în ordinea mărimii lor, iar în celălalt compartiment sunt așezate greutatea fracționare (subdiviziuni ale gramului), deasemenea în ordinea mărimii lor. Greutățile nu se manipulează direct cu mâna, pentru evitarea impurificării lor (și, implicit, modificarea masei acestora), ci cu ajutorul unei pensete speciale, inclusă în cutia dedicată greutatea analitice.

Curațarea lor se efectuează exclusiv cu alcool și apoi cu eter. Impuritățile de la suprafața acestora nu se răzuiesc și nici nu se șterg, pentru a evita modificarea masei greutatea analitice.

Reguli generale de cântărire

Cele mai importante reguli de cântărire sunt enumerate mai jos.

-Balanța se menține în perfectă curățenie. Înainte de cântărire, talerele balanței se curăță de praf și alte impurități cu ajutorul unei periuțe moi, degresate.

-Înainte și după cântărire, se verifică punctul zero al balanței;

-În cazul cântăririlor la balanța analitică, toate operațiile se fac

numai prin uşile laterale ale balanţei;

-Obiectele destinate cântăririi trebuie să aibă temperatura camerei. Cântăririle succesive ale unui şi aceluiaşi obiect se fac întotdeauna în aceleaşi condiţii exterioare, în special la aceeaşi temperatură. Creuzetele sau capsulele încălzite în cuptor sau în etuvă înainte de cântărire, trebuie lăsate să se răcească în exsicator până la temperatura camerei. Creuzetele de porţelan, anterior supuse calcinării, se lasă în repaos în exsicator 20-30 de minute, cele de platină mai puţin (aproximativ 15 minute).

-Cântărirea substanţelor se realizează în fiole de cântărire şi nu direct pe talerul balanţei.

-La verificarea balanţei, greutăţile se aşează succesiv, în ordine descrescătoare. Acestea se manipulează numai cu penseta dedicată.

-După terminarea verificării balanţei, greutăţile se aşează în cutia cu greutăţi, la locurile potrivite. După terminarea cântăririi, atât balanţa cât şi cutia cu greutăţi trebuie să se afle în perfectă ordine.

-Balanţa nu se va încălca niciodată peste sarcina ei maximă.

-Hârtia obişnuită, hârtia de filtru, pluta sau chiar vasele cu urme de picături de lichid, nu prezintă o greutate constantă şi, în consecinţă, nu pot fi cântărite cu balanţa analitică.

Caracteristicile balanţei

Rezultatele la cântărire ale unei balante depind de trei caracteristici principale ale acesteia: sensibilitatea, precizia şi exactitatea.

Sensibilitatea balanţei se referă la cantitate măsurată care corespunde celei mai mici fracţiuni perceptibile pe scara sa de diviziuni.

Precizia (fidelitatea) balanţei se referă la concordanţa rezultatelor unor cântăriri succesive ale aceluiaşi obiect, în aceleaşi condiţii. Cu cât rezultatele cântăririlor sunt mai apropiate între ele, cu atât balanţa este mai precisă.

Exactitatea (acuratetea) balanţei se referă la concordanţa dintre rezultatul unei măsurători pentru un anumit corp şi valoarea adevărată a masei corpului respectiv. Cu cât diferenţa este mai mică, cu atât balanţa este mai exactă.

Eroarea instrumentală de cântărire la balanța analitică

$$E_r = \frac{\text{Precizia balantei}}{\text{masa cântărită}} \cdot 100$$

Precizia balanței analitice cu 4 zecimale reprezintă, de fapt, eroarea absolută și este constantă (egală cu ± 0.0001 g (± 0.1 mg) indiferent de cantitatea cântărită). Dar eroarea relativă este cu atât mai mică cu cât cantitatea de probă cântărită este mai mare, de exemplu:

$$E_r = \frac{\pm 0.1 \text{ mg}}{50 \text{ mg}} \cdot 100 = \pm 0.2\%$$

, pentru cântărirea a 50 mg probă.

$$E_r = \frac{\pm 0.1 \text{ mg}}{100 \text{ mg}} \cdot 100 = \pm 0.1\%$$

, pentru cântărirea a 100 mg probă.

Precizia balanței analitice cu 5 zecimale este egală cu ± 0.00001 g (± 0.01 mg) indiferent de cantitatea cântărită. Dar eroarea relativă este cu atât mai mică cu cât cantitatea de probă cântărită este mai mare, de exemplu:

$$E_r = \frac{\pm 0.01 \text{ mg}}{50 \text{ mg}} \cdot 100 = \pm 0.02\%$$

, pentru cântărirea a 50 mg probă.

$$E_r = \frac{\pm 0.01 \text{ mg}}{100 \text{ mg}} \cdot 100 = \pm 0.01\%$$

, pentru cântărirea a 100 mg probă.

Concluzii:

-Cu cât masa cântărită este mai mare, cu atât eroarea relativă la cântărirea acesteia este mai mică.

-Cu cât precizia balanței analitice este mai mare (adică cu cât balanța are mai multe zecimale), cu atât eroarea relativă la cântărire este mai mică.

OBSERVAȚII

-În analiza gravimetrică, cantitatea de probă care se ia în lucru pentru cântărire se alege în funcție de mai multe criterii:

- domeniul de concentrații care caracterizează metoda;
- gradul de puritate al probei (cu cât proba este mai puțin pură, cu atât trebuie să se ia o cantitate mai mare în lucru);

- natura precipitatului. Dacă precipitatul care se va forma este amorf (voluminos, înglobează o cantitate mare de apă) sau se calcinează cu dificultate, se ia o cantitate mai mică de probă în lucru. Dacă precipitatul este cristalin se ia o cantitate mai mare de probă în lucru.

Dacă în metoda de lucru nu se indică ce cantitate de probă trebuie luată în lucru, se utilizează o cantitate de probă care conține 0.1 g ioni dozabili.

III.2.2.Măsurarea volumelor

Unitatea de măsură a volumului în SI este metrul cub (m^3), iar în sistemul metric, litrul (L).

$$1 \text{ L} = 1 \text{ dm}^3, \text{ deci } 1 \text{ mL} = 1 \text{ cm}^3.$$

Măsurarea volumelor trebuie să se facă la aceeași temperatură cu temperatura de etalonare inscripționată pe ustensilă, respectiv temperatura lichidelor (soluțiilor) măsurate trebuie să fie aceeași cu temperatura de etalonare inscripționată pe ustensilă. Ustensilele pentru măsurarea volumelor se usucă exclusiv la temperatura camerei (nu se supun temperaturilor prea mici sau prea mari față de temperatura camerei) deoarece astfel li se modifică etalonarea.

La măsurarea volumelor trebuie acordată o mare atenție modului de citire a nivelului lichidului, deoarece moleculele lichidului interacționează cu cele din peretele de sticlă ale vasului îngust și suprafața lichidului nu este plană, ci concavă, formând un menisc. Pentru evitarea erorilor la măsurarea volumelor (*erori de paralaxă*), direcția privirii analistului trebuie să fie perpendiculară pe menisc. Nivelul lichidului este indicat de gradația la care este tangentă partea inferioară a meniscului (fig.).

Pentru măsurarea volumelor, se utilizează ustensile de laborator

din sticlă (cu pereți subțiri), de diferite clase de precizie, în funcție de destinația acestora. Volumele de lichid se pot măsura cu cilindri gradați (clasă de precizie joasă), pipete gradate (clasă de precizie intermediară), pipete cu bulă și biurete (clasă de precizie înaltă).

Ustensilele destinate măsurării volumelor au inscripționate (fig. III.28): volumul nominal (capacitatea), clasa de precizie, temperatura de etalonare (de regulă, 20°C), timpul de golire (dacă este cazul), toleranța volumetrică, modul de măsurare al volumului: prin golire (marcate cu *TD* sau *EX*) sau prin umplere (marcate cu *TC* sau *IN*).

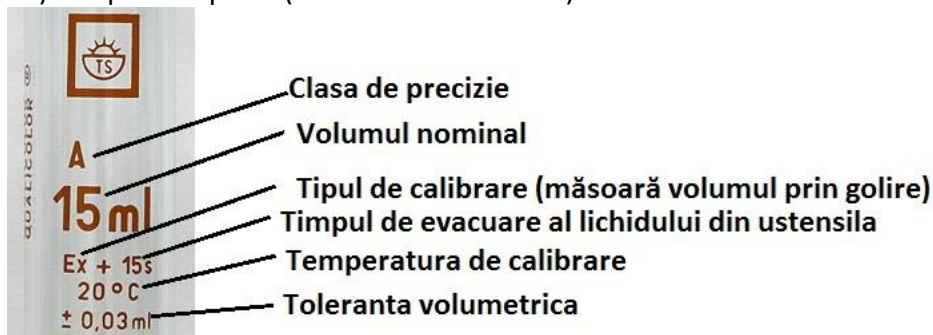


Fig. III.28. Inscripțiile de pe ustensilele de măsurare a volumelor

Cilindrii gradați aparțin clasei de precizie joase și se folosesc pentru măsurători mai puțin precise. Nu se folosesc pentru măsurarea volumului probelor în vederea titrării.

În cilindrii gradați volumele se măsoară prin umplere (sunt marcate cu *TC* sau *IN*). Nu se folosesc, însă, pentru măsurarea unor volume mai mici de 1/3 din capacitatea lor.

Pentru măsurare, se toarnă lichidul până la diviziunea corespunzătoare (meniscul lichidului trebuie să fie tangent la diviziune). Citirea se face după plasarea cilindrului gradat în poziție verticală, pe masa de lucru sau pe o consolă.

Pipetele gradate aparțin clasei de precizie intermediare. Aceste permit măsurători în limita erorilor de cel mult un mililitru. Deasemenea nu se folosesc pentru măsurarea volumului probelor în vederea titrării.

Biuretele

Sunt ustensile sub formă de tuburi de sticlă gradate în mL, prevăzute la partea inferioară cu un robinet de sticlă sau cu un tub de cauciuc cu o clemă Mohr. Acestea aparțin clasei de precizie înaltă și se

folosesc la măsurarea precisă a volumelor de lichid prin golire și la titrări volumetrice.

Înainte de utilizare biuretele se fixează vertical în stative metalice, cu ajutorul clemelor dedicate. Umplerea acestora se face prin turnarea lichidului prin partea superioară până peste diviziunea zero, cu robinetul închis. Se scurge suficient lichid din biuretă (prin acționarea robinetului inferior sau a clemei Mohr) pentru umplerea porțiunii efilate a biuretei cu soluție și evacuarea, în acest fel, a aerului. Biureta se aduce apoi la diviziunea zero.

Viteza de curgere a lichidului din biuretă trebuie reglată cu ajutorul robinetului în așa fel încât să fie de aproximativ 5-8 mL/minut. În cazul titrării soluția nu trebuie lăsată să curgă în jet, ci în picătură.

În cazul biuretelor Schellbach citirea volumelor se face cu mai mare ușurință și exactitate deoarece sunt prevăzute pe partea opusă a scării gradate cu o dungă albastră (de grosimi diferite, în funcție de biuretă) sau roșie pe un fond lăptos, permițând o citire mai exactă a diviziunii respective, în dreptul căreia dunga colorată apare îngustată (fig. 10).

Pipetele cu bulă (pipete de transfer)

Pipetele cu bulă aparțin clasei de precizie înaltă. Acestea au diferite capacități (1 mL, 5 mL, 10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL), înscrise pe porțiunea cu diametrul mai mare (bulă).

Etape de manipulare a pipetelor:

- introducerea pipetei în soluție (cu aproximativ 2-3 cm sub nivelul acesteia);
- aspirarea soluției până ce nivelul acesteia depășește cu 2-3 cm reperul gradat;
- închiderea orificiului superior cu degetul arătător;
- ridicarea pipetei împreună cu vasul din care s-a aspirat, cu reperul superior la nivelul ochilor;
- evacuarea lichidului și aducerea la semna a acestuia;
- scoaterea pipetei din vas;
- ștergerea vârfului și pereților exteriori ai acesteia cu hârtie de filtru ;
- golirea pipetei.