



Alcune problematiche riguardanti l'esecuzione dell'analisi CHNS

Preparazione, omogeneizzazione ed essiccamento dei campioni

Affinché i risultati ottenuti siano affidabili, occorre che i campioni siano essiccati e privi di solventi residui. I campioni vengono generalmente liofilizzati o essiccati in una stufa a vuoto finché non hanno un peso costante, vengono quindi frantumati e omogeneizzati utilizzando mortaio e pestello oppure un mulino elettrico.

La preparazione dei campioni è uno dei passaggi cruciali del processo di analisi CHNS(O). L'omogeneità della sostanza da analizzare è un fattore importante. In caso di sostanze molto omogenee, è possibile utilizzare piccole quantità campione, poiché sono sufficienti per ottenere una rappresentazione veritiera della sostanza. Nel caso di una sostanza con omogeneità ridotta occorre utilizzare quantità maggiori per rappresentarne la vera natura. Preparando le quantità campione più piccole possibili per l'analisi CHNS(O) si riduce al minimo la quantità complessiva di sostanza necessaria e, di conseguenza, anche gli sprechi e la quantità di ossigeno necessario per bruciare i campioni.

Dimensioni dei campioni, intervallo di pesata sicuro

L'analisi elementare organica è una procedura molto sensibile e richiede dunque che i campioni vengano pesati accuratamente per determinare le percentuali esatte degli elementi C, H, N, S e O presenti nel campione originale. Le dimensioni dei campioni variano a seconda dell'applicazione; il peso ideale del campione dipende da molti fattori diversi, tra i quali il tipo di campione, i limiti di rilevazione dell'analizzatore elementare e la bilancia utilizzata per pesare il campione.

La tabella seguente fornisce un'idea delle dimensioni del campione per diverse analisi elementari.

Analisi elementare	Dimensione del campione (dipende dalle caratteristiche del campione)
CHN, CHNS, CHNS(O)	0,01-100 mg
N nel lubrificante	5-20 mg
N e C nel terreno	Da 1 mg a 1 g
N/Proteine	Da 10 mg a 1 g

Se le dimensioni del campione sono molto ridotte, è fondamentale scegliere una microbilancia che sia in grado di fornire risultati accurati e riproducibili. Questa caratteristica è ancor più importante se i valori attesi per le percentuali risultanti di C, H, N e S nel campione originale sono bassi. Quando la dimensione del campione e i volumi dei gas risultanti sono ridotti, l'errore di misura nelle percentuali risultanti può diventare significativo. Per questo è di vitale importanza pesare accuratamente il campione iniziale.



Perché la pesata è importante

Per l'analisi elementare organica si utilizzano campioni di peso relativamente ridotto. I pesi effettivi dei campioni utilizzati variano in base alla natura della sostanza, ai limiti di rilevazione, all'accuratezza necessaria e al tipo di analizzatore elementare utilizzato. Poiché le quantità finali di ogni elemento vengono generalmente espresse come percentuale del peso del campione originale, è fondamentale che il campione sia pesato accuratamente. A causa delle dimensioni molto ridotte del campione, si consiglia di utilizzare una microbilancia con accuratezza elevata.

Accuratezza

Pesare quantità molto piccole in contenitori minuscoli è un'operazione laboriosa che richiede attenzione. L'abilità dell'analista gioca un ruolo essenziale nella pesata dei campioni di dimensioni significative. Poiché i risultati finali relativi al contenuto di C, H, N e S vengono forniti sotto forma di percentuale del peso iniziale del campione, è fondamentale pesare il campione accuratamente e annotarne correttamente il peso. La preparazione dei campioni per l'analisi CHNS(O) è un processo lungo e impegnativo. Le microbilance sono estremamente sensibili e possono impiegare alcuni secondi per stabilizzarsi, prima di fornire il risultato della pesata.