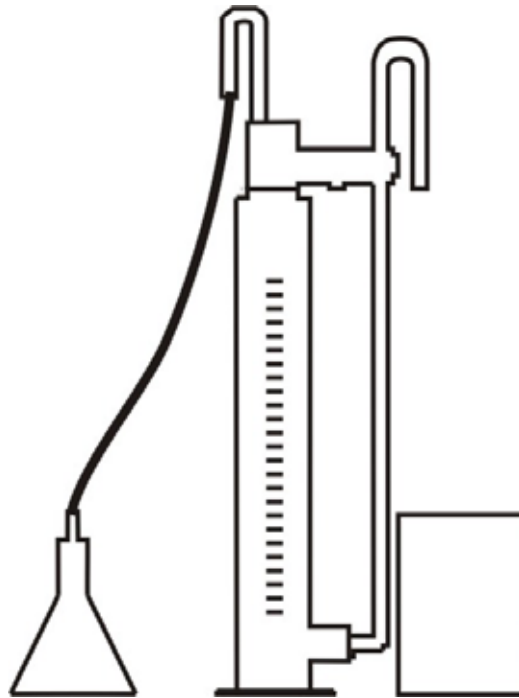




Istituto per l'Ambiente Marino e Costiero - IAMC
Centro Nazionale delle Ricerche - CNR

Metodi e tecniche
in calcimetria



Technical Report

2008

Indice

1. Introduzione.....	pag. 3
2. Campionatura.....	pag. 4
2.1 Metodi di campionamento a terra.....	pag. 5
2.2 Metodi di campionamento a mare.....	pag. 7
2.2.1 Draga.....	pag. 7
2.2.2 Benna.....	pag. 8
2.2.3 Box Corer.....	pag. 9
2.2.4 Carotiere a gravità.....	pag. 10
3. Analisi calcimetrica.....	pag. 11
3.1 Apparecchiatura.....	pag. 12
3.2 Reagente.....	pag. 13
3.3 Preparazione del campione.....	pag. 13
3.4 Procedimento.....	pag. 14
3.5 Standardizzazione del volume di gas svolto e contenuto di calcare totale.....	pag. 15
3.6 Curva di calibrazione.....	pag. 16
4. Strumenti per la calcimetria.....	pag. 17
4.1 Calcimetro De Astis.....	pag. 18
4.1.1 Procedura e analisi.....	pag. 19
4.2 Calcimetro Pizzarelli.....	pag. 20
4.2.1 Procedura e analisi.....	pag. 20
4.3 Calcimetro Dietrich-Frulling.....	pag. 21
4.3.1 Procedura e analisi.....	pag. 21
Bibliografia essenziale.....	pag. 22

1. Introduzione

L'analisi calcimetrica viene utilizzata per misurare la quantità di carbonati presenti in una roccia (lapidea o sciolta) o in un suolo. Il contenuto del carbonato di calcio presente in un campione rappresenta un elemento fondamentale nello studio delle rocce sedimentarie e per valutare un suolo dal punto di vista agronomico. Negli ambienti silicoclastici, ad esempio, la calcimetria può essere uno strumento essenziale per la comprensione del comportamento idraulico dei clasti nei differenti fluidi in movimento e dei processi di trasporto e sedimentazione; così come nell'industria ceramica e del laterizio la sua determinazione è necessaria per la scelta e l'impiego delle argille ed in altri prodotti quali calcari, marne, terre in genere, sabbie, ecc. Il calcare totale in un suolo influenza il pH totale soprattutto nei terreni ricchi di materiale argilloso rendendo il terreno più "fragile" e meno compatto, e la sua determinazione permette di intervenire sulla destinazione dei terreni coltivabili (ad esempio, terreni destinati a coltivazione non dovrebbero superare il 7 % di calcare totale).

L'analisi calcimetrica di un materiale comprende cinque fasi principali che possono essere così schematizzate:



Nei paragrafi successivi sono discussi i metodi di campionatura applicati ai diversi campi di studio. Particolare rilievo verrà dato, inoltre, ai differenti strumenti di

misurazione più utilizzati ed alle tecniche di preparazione in laboratorio, cui fa' seguito una apposita fase di sperimentazione.

2. Campionatura

Il campionamento costituisce la prima fase di ogni procedimento di analisi e la sua corretta esecuzione è fondamentale per lo sviluppo dell' intero processo.

A tal proposito è utile predisporre un piano di campionamento finalizzato alla raccolta di una serie di campioni rappresentativi, che comprende la scelta del numero e della localizzazione dei punti di campionamento, la determinazione della frequenza, delle procedure di prelievo, nonché il successivo trattamento dei campioni e la scelta delle più adeguate metodiche analitiche da utilizzare. Il campione deve essere prelevato in maniera tale da mantenere inalterate le proprie caratteristiche fisiche e chimiche fino al momento dell'analisi e, soprattutto, conservato in modo tale da

evitare modificazioni dei suoi componenti e delle caratteristiche da valutare. La documentazione che accompagna ogni campione prelevato deve includere la sigla, la descrizione del luogo del prelievo, l'ora e il giorno, le sue caratteristiche principali, le precauzioni necessarie alla conservazione, il nome dell'operatore, documentazione fotografica e delle analisi che devono essere fatte. (fig.1)

Particolare cura dovrà essere prestata nella scelta del metodo di campionamento al fine di eliminare o ridurre al minimo qualsiasi fonte di contaminazione da parte delle

Istituto:	Campagna oceanografica	Strumento:
Nave:		Posizionamento:
Zona:		
Area:	Data:	

Campione	Lat.	Long.	Prof.	Ora	Chilometriche
					N E

Descrizione:



 Ghiaia	 Bioclasti	 Pralines
 Sabbia	 Bivalvi orientati	 Frustoli
 Limo	 Bivalvi indifferenziati	 Gasteropodi
 Litoclasti vulcanici	 Bioturbazione	

Fig. 1- Esempio di scheda di campagna per la campionatura con Box-core

attrezzature di campionamento. Questa può rappresentare una rilevante fonte di incertezza da associare al risultato analitico.

Di seguito accenneremo brevemente, le tecniche più utilizzate per la campionatura a terra e a mare.

2.1 Metodi di campionamento a terra

I metodi di campionamento a terra sono solitamente suddivisi in prelievi superficiali e prelievi profondi.

Per il prelievo in superficie, ad esempio lungo un affioramento, oppure sulle pareti di scavo di una trincea, si utilizzano martelli per le rocce litoidi e palette per le rocce incoerenti e per i suoli. Per raggiungere profondità di 1-1.5 m si utilizzano delle normali trivelle, generalmente manuali, o semplicemente si scavano trincee con pale.

Nel caso di prelievi profondi si utilizzano sonde (campionatori) poste all'estremità di aste perforatrici che permettono il prelievo di materiale relativamente indisturbato, attraverso l'uso di un pistone per estrarre il carotaggio (Fig.2.1) e riportarlo in cassette catalogatrici.

Quando il campione viene prelevato va ripulito esternamente da eventuali contaminazioni e riposto in sacchetti di plastica opportunamente siglati. Per le rocce litoidi deve essere riportato con pennarelli indelebili l'alto del campione.

La campionatura di un suolo segue una procedura particolare ed utilizza attrezzature differenti:

- i campioni di terreno sono prelevati con una sonda del diametro di 4-6 cm da un appezzamento uniforme per colore, aspetto e coltura;
- il carotaggio deve essere eseguito in almeno 15 punti per ettaro seguendo un andamento a croce o a zig-zag e escludendo le zone anomale (affossamenti, zone in vicinanza dei fossi ecc...) (Fig. 3);

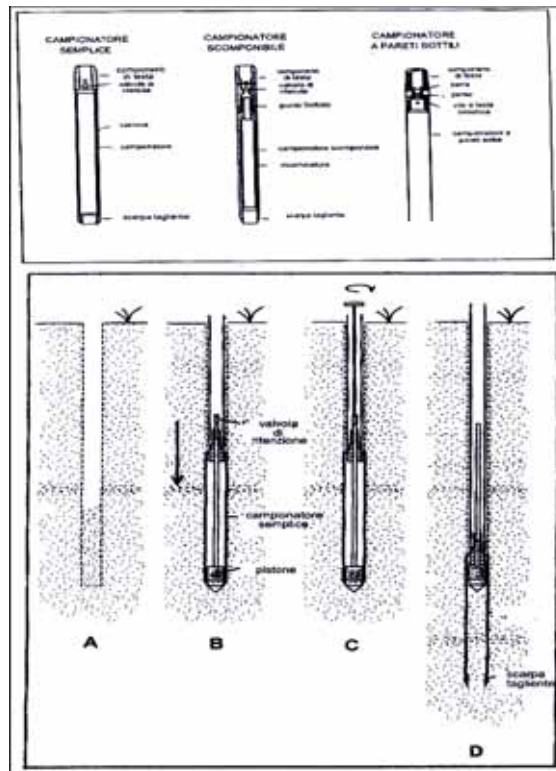


Fig. 2 Campionatori di terreno

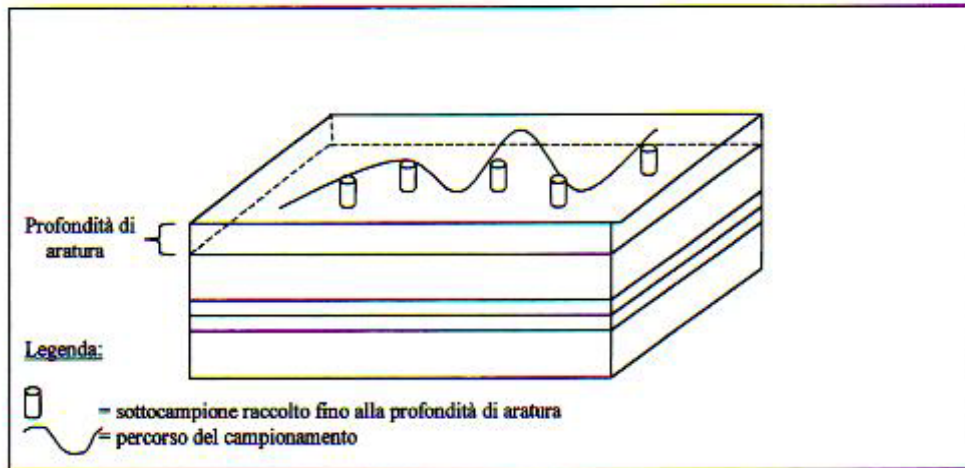


Fig. 3 - Esempio di campionamento a zig zag

- ogni campione deve rappresentare al massimo un appezzamento di 2 ettari (per superfici superiori si consiglia di eseguire almeno 6 prelievi per ettaro) e la profondità di prelievo deve essere di almeno 25-40 cm.
- Il campione carotato, deve essere mescolato e messo in sacchetti siglati mantenendo aliquote di circa 2 kg.
- E' fondamentale omogeneizzare accuratamente il materiale terroso proveniente dallo stesso orizzonte in modo da rendere il campione rappresentativo.
- Se la quantità totale del materiale prelevato è di per sè ottimale, ogni campione prelevato costituirà un campione finale, mentre, se la quantità del campione dovrà essere ridotta, si dovrà stendere il materiale terroso su un telone e distribuirlo su tutta la superficie, successivamente, si dovranno prelevare una decina di campioni ciascuno di circa 50 g, poi riunirli per formare uno o più campioni finali, ciascuno del peso di almeno 1 kg.

2.2 Metodi di campionamento a mare

Tra gli strumenti più utilizzati per la campionatura dei sedimenti marini vanno ricordati la draga, la benna, il box corer ed il carotiere, di cui esistono vari modelli.

2.2.1 Draga

La draga per la campionatura dei sedimenti marini è costituita generalmente da un cilindro in acciaio, elinda, con una testa raspante dotata di alcuni denti che permettono di incidere sul fondo marino e di prelevare materiale sciolto e di “strappare” frammenti da fondi rocciosi (Fig. 4). La draga viene trainata da un cavo collegato a bordo e comandato da un verricello. Le passate sul fondo devono essere rettilinee ed una volta superata la zona prescelta, l’elinda viene sollevata e svuotata a bordo. La velocità con cui si eseguono queste passate di dragaggio è generalmente di 1 - 3 nodi.



Fig. 4 - Dragaggio – utilizzo della draga a bordo della Nave Oceanografica “Urania” del CNR

2.2.2 *Benna*

La benna permette la campionatura della parte più superficiale del fondo mare. Le benne “Van-Veen” e “Shipek”, sono tra i modelli più utilizzati, e permettono di effettuare campionature rapide e di ottenere un buon recupero di sedimento (Figg. 5 e 6). Entrambi i modelli non consentono di apprezzare le variazioni verticali delle caratteristiche fisiche del materiale recuperato né di campionare i livelli profondi. La benna Van Veen durante la sua apertura arreca un maggiore disturbo al campione rendendo più difficile il prelievo del livello superficiale (0-3 cm); a tale problema si può ovviare utilizzando degli sportellini superiori dai quali campionare prima dell’apertura in cassetta.



Fig.5 - Benna Van Veen

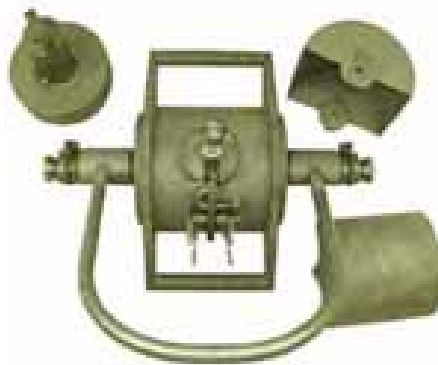


Fig. 6 - Benna Shipek

2.2.3 *Box Corer*

Il box corer permette di ottenere un ampio volume di sedimento con una profondità di penetrazione di alcune decine di centimetri. E' costituito da una "scatola" a base quadrata o rettangolare, in grado di penetrare il fondale e sostenuta da una impalcatura (Fig. 7). Una volta che l'impalcatura tocca il fondo mare, l'asta centrale ravvornata penetra lentamente negli strati superficiali di sedimento. Nel momento in cui il verricello inizia il recupero dello strumento, la scatola si chiude alla base grazie ad un sistema a leva. Date le modalità di campionamento e di recupero, il campione, ed in particolare la sua parte centrale, può essere considerato indisturbato.

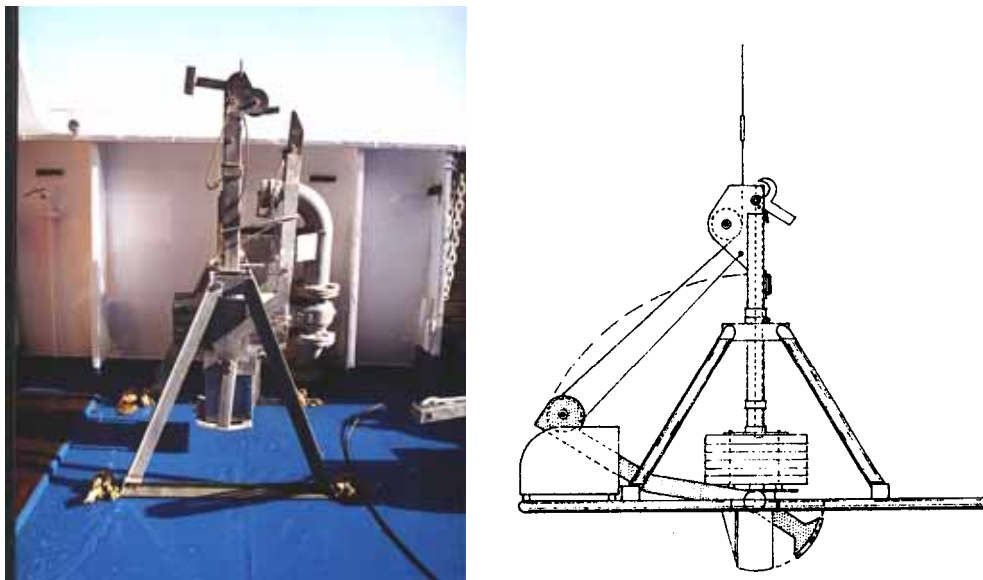


Fig. 7 - Box corer

2.2.4 Carotiere a gravità

Il carotiere a gravità tipo “Kulleberg” è il più diffuso tra i diversi modelli di carotiere (Fig. 8). Di facile utilizzo anche a bordo di piccoli natanti, permette il prelievo di campioni anche di importante spessore e riesce ad attraversare litologie incoerenti con buoni risultati. Questo strumento è costituito da un governale cilindrico piombato che funge da zavorra durante la caduta libera ed il campionamento, da un tubo campionatore cilindrico sulla cui testa è montato uno scalpello cilindrico. Il carotiere può essere armato con tubi di varia lunghezza in funzione della litologia e dello spessore presumibili dei depositi da campionare. A bordo il carotiere è manovrato da un verricello. L’asta generalmente porta all’interno un liner in PVC in cui viene recuperato il campione in fase di penetrazione. Una volta effettuate le operazioni di recupero del carotiere si estrae a bordo il liner interno e si taglia in spezzoni tali da essere alloggiati nelle cassette catalogatrici che vengono quindi conservate alla temperatura di 4°C in attesa di essere poi aperte in laboratorio.

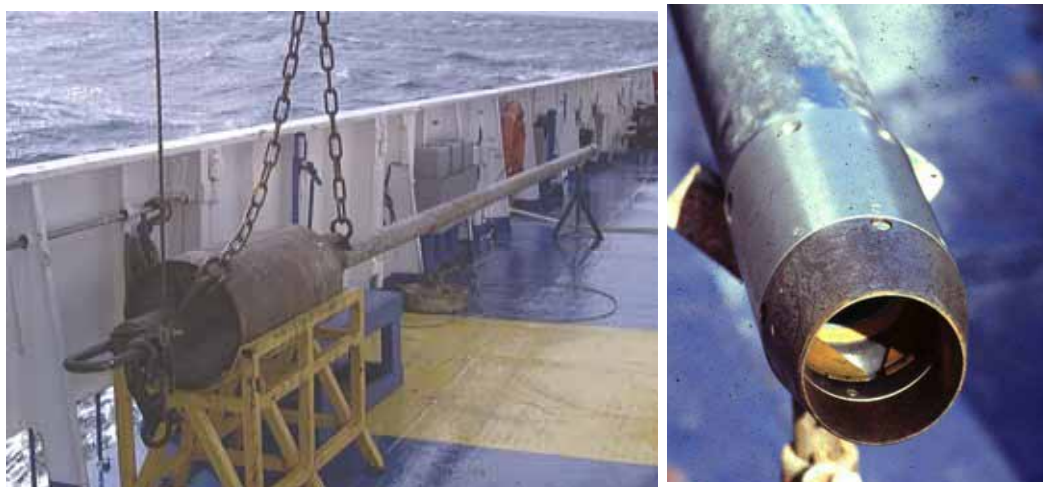


Fig. 8 – Carotiere Kullenberg. A destra particolare dello scalpello.

3. Analisi Calcimetrica

Il contenuto in carbonato presente in un sedimento o in un terreno viene determinato attraverso un'analisi che si basa sulla reazione chimica tra il materiale in esame e l'acido cloridrico. Il calcimetro è in grado di determinare la quantità di anidride carbonica che si sviluppa dalla reazione chimica tra una quantità nota di campione opportunamente preparato e l'acido cloridrico secondo la seguente reazione chimica:



La percentuale del carbonato di calcio nel campione può essere calcolata a partire dalla misurazione della quantità di anidride carbonica che si sviluppa e tenendo conto che per ogni mole di CaCO_3 si forma una mole di CO_2 .

3.1 *Apparecchiatura*

Esistono varie tipologie di calcimetro che si differenziano prevalentemente per forma e basano il loro funzionamento sull'equazione (1).

Tutti hanno in comune come schematizzato in fig. 9:

- un contenitore in vetro con tappo (A) che può essere costituito da una beuta, un cilindro oppure un matraccio, in cui avviene la reazione chimica tra l'acido cloridrico e il campione preso in esame;
- un tubo di collegamento (B) in cui avviene il passaggio dell'anidride carbonica prodotta dalla reazione chimica;
- un cilindro graduato (C) dove avviene lo spostamento della colonna di liquido mediante l'anidride carbonica, con termometro utilizzato per il controllo della temperatura ambientale;
- ed infine un becker (D) in cui si raccoglie il liquido che viene spostato dalla pressione dell'anidride carbonica.
- un barometro per misurare la pressione durante la reazione

Una descrizione dettagliata degli apparecchi più utilizzati è data nel paragrafo successivo.

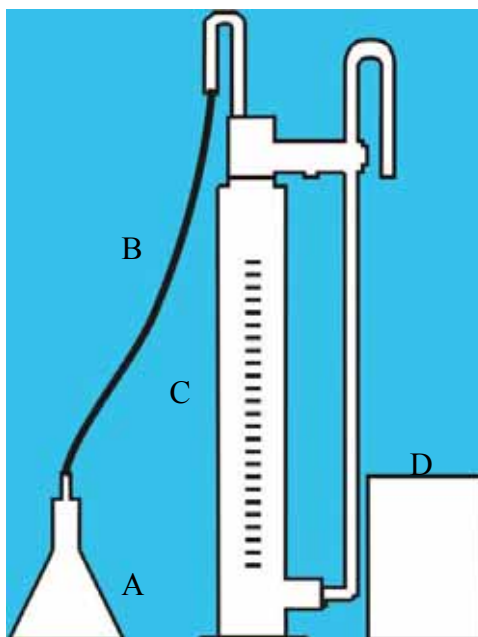


Fig. 9 – Schema del calcimetro

3.2 Reagente

Il reagente utilizzato è l'acido cloridrico (HCl), di cui esistono in commercio soluzioni a diversa percentuale, quindi con concentrazioni diverse, e che generalmente viene diluito.

3.3 Preparazione del campione

La preparazione del campione in laboratorio consiste delle seguenti operazioni:

- dalla busta viene prelevato, pesato e messo in un becker siglato un certo quantitativo rappresentativo dell'intero campione (ad es. per i sedimenti marini circa 100 g, per i suoli da 50 a 0,5 g a secondo del contenuto di carbonati ipotizzato per kg)

- si essicca in forno a 105°C per 24 ore, quindi, se litoide si macina con mulino meccanico, se semicoerente si macina grossolanamente con un mortaio di agata per disgregare la parte grossolana e si passa al setaccio con maglia 0.5 mm, raccogliendo la parte fine che rappresenterà il campione finale; se necessario il campione può essere visionato con una lente o con un microscopio per eliminare eventuali tracce di gusci o altro materiale che potrebbe alterare il risultato;
- una volta polverizzato si prelevano e pesano esattamente, con bilancia analitica ad almeno tre cifre decimali, il quantitativo necessario per l'analisi (ad es. 0,5g) e per ogni campione si preparerà lo stesso quantitativo per effettuare almeno due analisi.

3.4 Procedimento

- si introduce il campione polverizzato nella beuta (A), facendo attenzione a non disperderlo sul collo della beuta stessa;
- si riempie la provetta in vetro con 5 cm³ di soluzione di HCl;
- con una pinza si introduce la provetta nella beuta senza versarne il contenuto prima di aver chiuso con l'apposito tappo a rubinetto;
- azzerare l'apparecchiatura eguagliando la pressione interna a quella esterna mediante il rubinetto;
- a questo punto si inclina la beuta in modo che l'acido arrivi a contatto con la polvere e dia luogo alla reazione;
- contemporaneamente lo sviluppo di anidride carbonica abbasserà il livello del liquido colorato all'interno del cilindro (C);
- roteare ed agitare delicatamente la beuta sino al termine della reazione, cioè quando non si osserva più effervescenza e cessa la discesa del liquido nel cilindro (dopo circa 1-3 minuti);
- quando il menisco si è stabilizzato leggere il valore sulla graduazione della buretta (C).

3.5 Standardizzazione del volume di gas svolto e contenuto di calcare totale

Tenendo conto della temperatura e della pressione atmosferica alle quali è stata eseguita l'analisi, standardizzare il volume di CO₂ sviluppatasi alla temperatura di 0° C e alla pressione di 760 mmHg, mediante l'espressione

$$V_0 = \frac{V_i (P - j) 273}{760 (273 + t)}$$

V₀ = volume della CO₂ svolta, corretto a 0°C e alla pressione atmosferica di 760 mm di Hg

V_i = volume della CO₂ svolta alla temperatura e alla pressione atmosferica alle quali è stata eseguita l'analisi, espresso in mL

P_i = pressione atmosferica, espressa in mm di Hg, alla quale è stata eseguita l'analisi

t = temperatura, espressa in °C, alla quale è stata eseguita l'analisi

j = tensione di vapore dell'acqua alla temperatura t, espressa in mm di Hg.

I valori della tensione di vapore dell'acqua (j) alle diverse temperature sono riportati nella Tabella 1. Per cui indicando con C il contenuto di calcare totale espresso in g x kg⁻¹ si utilizza la seguente equazione

$$C = \frac{V_0 \times 0,0044655 \times 1000}{M}$$

V₀ = volume della CO₂ svolta, corretto a 0°C e alla pressione atmosferica di 101,325 kPa, espresso in millilitri

M = massa del campione utilizzato per l'analisi, espresso in grammi

in cui il numero 0,0044655 è l'equivalente gas volumetrico.

<i>Temperatura °C</i>	<i>Tensione di vapore mm di Hg</i>	<i>Temperatura °C</i>	<i>Tensione di vapore mm di Hg</i>
10	9,2	23	21,1
11	9,8	24	22,4
12	10,5	25	23,7
13	11,2	26	25,2
14	12,0	27	26,7
15	12,8	28	28,4
16	13,6	29	30,0
17	14,5	30	31,8
18	15,5	31	33,7
19	16,5	32	35,7
20	17,5	33	37,7
21	18,6	34	39,9
22	19,8	35	42,1

Tabella 1

3.6 Curva di calibrazione

Nel caso in cui si vuole prescindere dal valore della temperatura e della pressione e dalla standardizzazione del volume di gas sciolto e delle caratteristiche costruttive del calcimetro, si deve effettuare prima delle operazioni descritte al punto 3.4 la costruzione della curva di calibrazione.

Il diagramma di calibrazione permette di valutare la qualità, la sensibilità, l'attendibilità di un'analisi. Per costruire la curva di calibrazione è necessario utilizzare degli standard noti la cui concentrazione dei campioni incogniti cada all'interno dell'intervallo di concentrazione degli standard utilizzati. Per fare ciò si pesano con la massima precisione ed accuratezza due campioni di carbonato di calcio puro, rispettivamente delle seguenti aliquote: 0,1 g, 0,2 g, 0,3 g, 0,4 g e 0,5 g. A questo punto si esegue l'analisi come al punto 3.4 per ogni campione di CaCO₃ puro.

Su di un foglio di carta millimetrata o con l'ausilio di programmi informatici (ad es. Microsoft Excell, Matlab), si riporta su un diagramma cartesiano rispettivamente sulle ordinate la CO₂ svolta alla fine di ogni analisi e sulle ascisse il peso dei campioni analizzati. Sulla base dei valori ottenuti si costruisce la curva di calibrazione (Fig. 11). Quindi si effettuano le analisi dei campioni di suolo o di

sedimento utilizzando quantitativi che rientrano negli standard di calibrazione (ad es. 0,3 g) e tramite interpolazione si determina la concentrazione incognita.

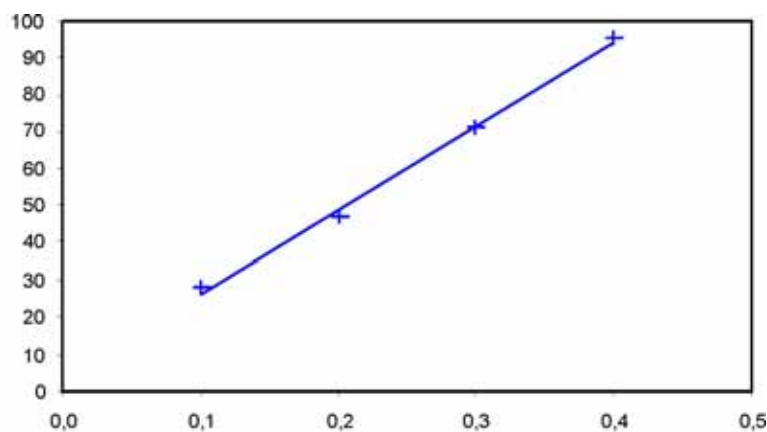


Fig. 11 - curva di calibrazione

4. Strumenti per la calcimetria

Esistono diversi modelli di calcimetro che si basano sulla teoria descritta nel paragrafo precedente. Tra i più utilizzati ci sono:

- Calcimetro De Astis
- Calcimetro Pizzarelli
- Calcimetro Dietrich-Fruhling

Questi modelli consistono in beute, matracci e cilindri graduati di vetro, collegati da bracci, in cui avviene la reazione tra carbonato di calcio ed acido cloridrico diluito, con la formazione di anidride carbonica.

4.1 Calcimetro De Astis

Questo strumento è composto da vetro Pyrex o Duran, formato da un cilindro graduato da 100 ml, tubo di livello in vetro per cilindro, due tubi in vetro piegati a 30°, matraccio di Erlenmeyer da 250 ml, tubetto per matraccio, provetta graduata da 5 ml, bicchiere da 400ml con porta gomma laterale, tappi in gomma rossa forati e pinza metallica, da un termometro scala -10°C $+50^{\circ}\text{C}$. (Fig. 12).

De Astis ha predisposto uno strumento che utilizza il principio dei vasi comunicanti e la capacità di un gas di spostare volumi di acqua, permettendo di effettuare delle letture dirette di carbonato di calcio espresso in percentuali.



Fig. 12 – Calcimetro De Astis

4.1.1 Procedura e analisi

Una volta preparato il campione come descritto in precedenza, si riempie con acqua colorata o con alcool etilico denaturato il cilindro graduato fino allo 0. Dopo aver fatto ciò, con una bilancia analitica si pesa per ogni campione esattamente 0,3 g di polvere e lo si introduce nel matraccio di Erlenmeyer, quindi si riempie la provettina con 5 ml di acido cloridrico al 16% e con l'ausilio di una pinza sottile e lunga si inserisce la provettina dentro il matraccio, facendo attenzione a non farla capovolgere all'interno della stessa prima di chiuderla con il tappo di gomma rossa.

A questo punto si dà inizio alla reazione chimica agitando il matraccio con movimenti circolari e facendo entrare in contatto l'acido ed il campione. In questa fase, l'anidride carbonica rilasciata, sposta una quantità x di liquido nel cilindro, che va a finire nel bicchiere. Per il calcolo della percentuale di calcare presente si tiene conto della temperatura di reazione registrata dal termometro posto sul cilindro, dello spostamento del liquido colorato misurato sul cilindro e della pressione il cui valore viene ricavato dalla tabella 2.

CALCOLO DEL CALCARE

Temp. °c	Pressione mmHg															
	742	744,5	747	749	751	753,5	756	759	760	762,5	766	767	769	771	774	774
28	4041	4056	4070	4085	4099	4114	4129	4143	4156	4168	4177	4187	4197	4208	4218	4228
27	4055	4070	4085	4099	4114	4129	4143	4156	4168	4177	4187	4197	4208	4218	4228	4238
26	4069	4084	4099	4114	4129	4144	4158	4172	4185	4196	4206	4216	4226	4236	4246	4256
25	4083	4098	4113	4128	4143	4158	4172	4185	4196	4206	4216	4226	4236	4246	4256	4266
24	4097	4112	4127	4142	4157	4172	4185	4196	4206	4216	4226	4236	4246	4256	4266	4276
23	4111	4126	4141	4156	4171	4186	4199	4212	4224	4235	4245	4255	4265	4275	4285	4295
22	4125	4140	4155	4170	4185	4200	4214	4228	4240	4252	4263	4274	4285	4296	4307	4317
21	4139	4154	4169	4184	4199	4214	4228	4243	4255	4267	4278	4289	4300	4311	4322	4332
20	4153	4168	4184	4199	4214	4228	4243	4257	4269	4281	4292	4303	4314	4325	4336	4346
19	4167	4183	4198	4213	4228	4243	4257	4272	4284	4296	4307	4318	4329	4340	4351	4361
18	4182	4198	4213	4228	4243	4258	4272	4286	4298	4310	4321	4332	4343	4354	4365	4375
17	4197	4212	4227	4242	4257	4272	4286	4300	4312	4324	4335	4346	4357	4368	4379	4389
16	4211	4226	4241	4256	4271	4286	4300	4314	4326	4338	4349	4360	4371	4382	4393	4403
15	4225	4241	4256	4271	4286	4301	4315	4328	4341	4353	4364	4375	4386	4397	4408	4418
14	4240	4256	4271	4286	4301	4316	4331	4345	4357	4369	4380	4391	4402	4413	4424	4434
13	4255	4271	4286	4301	4316	4331	4346	4360	4373	4385	4396	4407	4418	4429	4440	4450
12	4270	4286	4301	4316	4331	4346	4361	4375	4388	4400	4411	4422	4433	4444	4455	4465
11	4285	4301	4316	4331	4346	4361	4375	4389	4402	4414	4425	4436	4447	4458	4469	4479
10	4300	4316	4332	4348	4364	4380	4395	4409	4422	4434	4445	4456	4467	4478	4489	4499

Lo sfondo di ogni procedura da 0,03 o indicano il calcare corrispondente a un ml di CO₂ colti nel caldmetro. Moltiplicando quindi i ml di CO₂ sviluppati per la cifra che si legge in corrispondenza della temperatura dell'ambiente e della pressione ambiente, si ottiene il calcare contenuto nella quantità di terreno impiegata nella prova. Questo valore si riporta poi a 100 g di terra.

Tabella 2

4.2 Calcimetro Pizzarelli

Il calcimetro è costituito da un cilindro graduato di 100 ml provvisto di sifone esterno, con capacità di 250 ml circa, da un imbuto di carico con tubo equilibratore, da un rubinetto maschio, da tappi in gomma forati per raccordare, e da una provetta porta campione.

Come mostrato in fig. 13 sul cilindro, contenente acqua o un liquido colorato, è montato il porta campione che è chiuso a sua volta dall'imbuto di carico.

4.2.1 Procedura e analisi

Si procede mettendo da 1 a 0,5 g esatti di campione polverizzato nel porta campione, si porta a 0 il liquido nel cilindro e si chiude ermeticamente con il porta campione, chiuso a sua volta con l'imbuto di carico contenente alcuni millilitri di HCl concentrato. Una volta montato e ben sigillato il calcimetro viene stretto con un morsetto ad un sostegno e si procede all'apertura graduale del rubinetto dell'imbuto, facendo cadere a goccia l'acido sul campione sottostante. Si svilupperà immediatamente un'effervescenza e l'anidride carbonica eserciterà sull'acqua del cilindro una pressione proporzionale alla sua quantità. L'acqua spinta dal gas confluirà all'esterno attraverso il sifone.

La scala graduata del cilindro permette di effettuare direttamente la lettura della quantità di calcare presente nel campione di terreno.



Fig. 13 – Calcimetro Pizzarelli

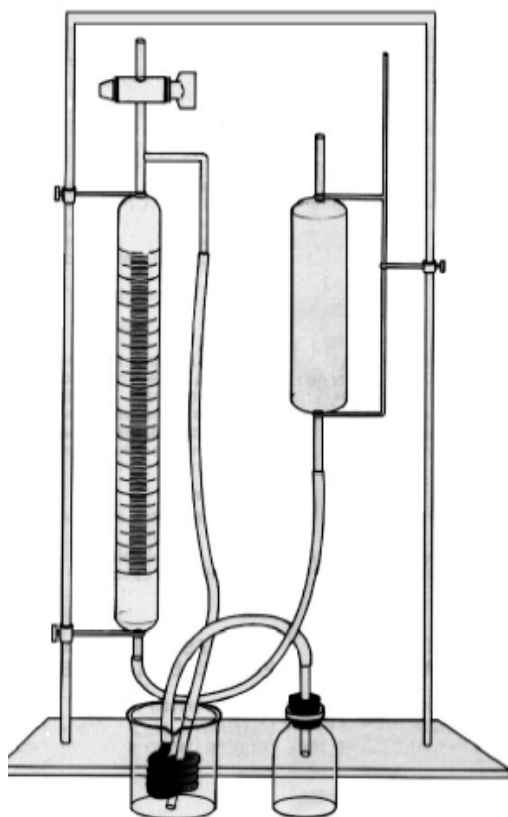


Fig.14 - Calcimetro *Dietrich-Fruling*

4.3 *Calcimetro Dietrich-Fruling*

L'apparecchio di Dietrich-Fruling è costituito da un sostegno metallico con due aste parallele, da una bottiglia porta campione, una provetta porta-reagente da 10 ml, un bicchiere graduato in vetro per l'acqua di raffreddamento, serpentina di raffreddamento, serbatoio graduato da 0 a 200 ml, e serbatoio di livellamento o raccolta acqua di sfiato (Figura 14).

4.3.1 *Procedura e analisi*

Trasferire nella bottiglia 0,3 g esatti di campione polverizzato e mettere delicatamente la provetta contenente 10 ml di acido cloridrico diluito. Collegare la bottiglia al calcimetro mediante apposito tappo ermetico. Azzerare il livello dell'acqua nel tubo graduato mediante il rubinetto posto in alto per eguagliare la pressione interna a quella esterna. Una volta chiuso il rubinetto agitare la bottiglia per far cadere l'acido e rotarla per alcuni minuti per far sviluppare l'anidride carbonica. Il gas farà abbassare il livello dell'acqua nel tubo graduato. Provocare una leggera depressione abbassando sull'asta opposta il tubo di livello sino ad eguagliare lo stesso livello di quella contenuta in nel tubo graduato. Attendere qualche minuto fino alla stabilizzazione dei menischi di livello ed eseguire la lettura del volume di CO₂ che si è sviluppata.

Bibliografia essenziale

D.M. 13/09/1999 – G.U. suppl. Ordin. N° 248 – 21/10/1999.

P.Gallignani, A. Magagnoli (1972) - *Metodologie e tecniche di sedimentologia fisica*. Bologna, Rapporto tecnico n. 1.

J. Hülsemann (1966) - *On the routine analysis of carbonates in unconsolidated sediments*. J. Sol. Petrol., 36, 2, 622-625.

P. Jobstraibizer (1970) - *Determinazione rapida di calcite e dolomite per via gas-volumetrica nei sedimenti*, Boll. Soc. Geol. It., 89, 401- 413.