

Esp.3-6: QUANTIFICAZIONE DEI METALLI NEI TERRENI TRAMITE SPETTROMETRIA DI EMISSIONE ATOMICA AL PLASMA INDUTTIVAMENTE ACCOPPIATO (ICP-AES)

SCOPO DELL' ESPERIENZA:

Determinazione delle concentrazioni principali elementi maggiori (Ca, Mg, K, Fe, Al) e dei metalli pesanti (Cr, Cu, Zn, Ni, Mn, V) in campioni di terreno mediate ICP-AES dopo mineralizzazione acida forte in un sistema a microonde ed estrazione acida debole.

REAGENTI:

- Acqua regia inversa ($\text{HNO}_3:\text{HCl}=3:1$);
- Acido cloridrico 0.5M
- Acqua ultrapura;
- Soluzioni standard degli elementi di interesse per la calibrazione dello strumento

APPARECCHIATURA:

Materiale corrente da laboratorio, in particolare:

- Digestore a microonde Multiwave PRO – Anton Paar con rotore da 24 postazioni.
- ICP-AES Optima 8000 con autocampionatore S10, PerkinElmer.
- Mortaio in ceramica
- Bilancia analitica
- Matraccio tarato da 25 ml
- Imbuto in vetro, beute da 50 ml, filtri da siringa in PP da $0,45\ \mu\text{m}$, siringa 20 ml, provette per autocampionatore

-

PROCEDIMENTO:

Preparazione del campione

Dopo aver essiccato in stufa i campioni precedentemente setacciati a 2 mm, si pesano circa esattamente 0,3000 g di terreno in una navicella di plastica e si trasferiscono quantitativamente in una vessel di teflon del digestore. Si aggiungono 5 ml di acqua regia inversa appena preparata e si chiude ermeticamente il contenitore. Si preparano in questo modo tre aliquote di terreno e tre bianchi (questi ultimi contengono 5 ml di miscela acida senza campione all'interno).

Al termine del ciclo di mineralizzazione i campioni ottenuti vengono diluiti con 5 ml di acqua ultrapura e filtrati attraverso filtri da siringa ($0,45\ \mu\text{m}$) con membrana in polipropilene in matracci tarati da 25 ml. Si porta ad un volume finale di 25 ml con acqua ultrapura.

Per l'estrazione blanda si pesano circa esattamente 2,000 g di terreno in una navicella di plastica e si trasferiscono quantitativamente in una beuta da 50 mL e si aggiungono 20 mL di HCl 0.5M. Si lascia sotto agitazione per 16 ore (2 ore per esigenze didattiche), si centrifuga e si rimuove il surnatante che viene quindi filtrato attraverso filtri da siringa ($0,45\ \mu\text{m}$) con membrana in polipropilene in matracci tarati da 25 ml. Si porta ad un volume finale di 25 ml con acqua ultrapura.

Analisi in spettrometria di emissione atomica al plasma

Prima della analisi i campioni vengono diluiti 1:5 in provetta (2 mL di campione portato a volume finale di 10 mL. Questa soluzione viene trasferita nella griglia dell'autocampionatore.

Si preparano anche 5 soluzioni multistandard (0.100, 1.00, 5.00, 10.0 e 100 ppm) dei metalli di interesse partendo da soluzioni standard certificate e un bianco con le stesse concentrazioni acido dei campioni.

Dopo aver impostato il metodo nello strumento si fa partire l'analisi degli standard di calibrazione, del bianco acido e quindi delle soluzioni ottenute dalla digestione dei terreni.

LAVAGGIO VETRERIA: Le soluzioni residue vengono buttate nell'apposito bidone se contenenti soluzione acida concentrata. Se diluite con acqua possono essere svuotate nel lavandino facendo scorrere acqua corrente. La vetreria viene sciacquata con acqua corrente, poi con HNO_3 diluito e infine con acqua ultrapura.

I contenitori del microonde vengono puliti con un secondo ciclo di riscaldamento con sola miscela acida al loro interno (5 ml).

ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Il software dello strumento restituisce i valori delle intensità dei picchi di emissione e le concentrazioni in mg/L (ppm) per ogni elemento. In un foglio excel, le concentrazioni nelle soluzioni vengono trasformate in concentrazioni nel terreno espresse in $\mu\text{g/g}$.