

## Determinazione del contenuto totale e biodisponibile di metalli su un terreno

### Introduzione

I metodi previsti dall'agenzia americana per la protezione ambientale (US-EPA) per la determinazione di metalli e in matrici complesse sono impiegabili per la maggior parte delle specie considerate dalla legge italiana sulle bonifiche (limiti per quindici elementi e ioni cianuro e fluoruro, DM 471/99 e D. Lgs 152/2006). L'attacco blando consiste in una digestione a freddo per 20 ore in acido cloridrico diluito che permette la dissoluzione della maggior parte di elementi disponibili. Per determinare anche gli elementi più inerti, di cui la gran parte si trova legata ai silicati, si adotta un metodo più aggressivo che prevede un attacco in forno a microonde in presenza di una miscela di acido nitrico, fluoridrico, cloridrico concentrati e di acqua ossigenata (EPA 3052). Successivamente, la determinazione quantitativa dopo entrambi gli attacchi può essere fatta utilizzando la tecnica di emissione atomica al plasma induttivamente accoppiato (ICP-AES). Il controllo di qualità per queste procedure consiste in prove in bianco (presenza di contaminazioni) e con materiali certificati o campioni addizionati di concentrazioni note di analita (precisione e accuratezza della digestione).

### Reagenti

- HCl  $\geq$  37% ultrapuro
- HNO<sub>3</sub>  $\geq$  69% ultrapuro
- HF 48% ultrapuro
- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% ultrapuro
- H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> soluzione satura (circa 6%)
- H<sub>2</sub>O ultrapura

### Procedura di preparazione dei campioni

#### Attacco blando

- Introdurre 2.0000 g del campione di terreno setacciato a 2 mm in una beuta da 100 ml
- Aggiungere 20 ml di HCl 0.5 M e porre sotto agitazione per 20 h
- Filtrare su filtro a pieghe e portare a volume finale di 25 ml in provette da 50 ml

#### Attacco totale

- Introdurre 300 mg del campione di terreno finemente setacciato a 2 mm in una vessel in teflon da utilizzare in microonde
- Aggiungere 5.5 ml di HNO<sub>3</sub>, 2.0 ml di HF, 1.5 ml di HCl, 0.5 ml di H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 1.5 ml di H<sub>2</sub>O milliQ
- Introdurre in un'altra vessel la stessa miscela (bianco)
- Chiudere le vessels verificando che la valvola di sicurezza sia alla stessa altezza del tappo
- Porre in forno a microonde le vessels e impostare il metodo di riscaldamento (rampa di temperatura: 180°C in 15 min, mantenimento della temperatura per 30 min, raffreddamento a 50°C in 22 min)
- Aprire le vessels e aggiungere 10.8 ml di H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> soluzione satura al campione
- Reintrodurre le vessels in forno a microonde e impostare il metodo di riscaldamento per la complessazione dell'HF (rampa di temperatura: 160°C in 20 min, mantenimento della temperatura per 8 min, raffreddamento a 50°C in 22 min)
- Trasferire la soluzione nelle provette da 50 ml e portare a 25 ml con acqua MilliQ
- Filtrare su filtro 0.45  $\mu$ m

### Analisi dei campioni

- Preparazione delle soluzioni standard per la costruzione della curva di taratura
- Analisi strumentale
- Interpretazione dei risultati