

Esp.4-8: 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 (es.: Ca, Mg, K, Fe, Al) e dei metalli pesanti (es.: Cr, Cu, Zn, Ni, Mn) 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
- Matracci tarati da 50 ml
- Imbuto in vetro, beute da 50 ml, filtri da siringa in PP da 0,45 μm , siringa 20 ml, provette per autocampionatore

-

PROCEDIMENTO:

Preparazione del campione

Dopo aver macinato in un mortaio 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 un contenitore di teflon del digestore. Si aggiungono 6 ml di acido nitrico e 2 ml di acido cloridrico e si chiude ermeticamente il contenitore. Si preparano in questo modo tre aliquote di terreno e un bianco contenente solo 8 ml di miscela acida senza campione all'interno.

Al termine del ciclo di mineralizzazione i campioni ottenuti vengono diluiti con acqua ultrapura e filtrati attraverso filtri carta in matracci tarati da 50 ml e si porta ad un volume finale di 50 ml con acqua ultrapura. Al momento delle analisi un'aliquota di circa 10 mL verrà filtrata se necessario con filtri da siringa (0,45 μm) con membrana in polipropilene.

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 (un paio d'ore per esigenze didattiche), si centrifuga, si rimuove il surnatante e si porta ad un volume finale di 25 ml con acqua ultrapura. Al momento delle analisi un'aliquota di circa 10 mL viene filtrata se necessario attraverso filtri da siringa (0,45 μm) con membrana in polipropilene.

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 prepara anche una serie di 5 soluzioni multistandard (0.100, 1.00, 5.00, 10.0 e 100 ppm) dei metalli di interesse partendo da soluzioni standard certificate.

Dopo aver impostato il metodo nello strumento si fa partire l'analisi degli standard di calibrazione e 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 (6 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 $\mu\text{g/g}$.