

Laboratorio 10.2 TEST DI CESSIONE – DETERMINAZIONE DEL NICHEL MEDIANTE SPETTROMETRIA DI EMISSIONE ICP – METODO DELLA RETTA DI TARATURA

PRINCIPI

Il test di cessione è una delle analisi richieste per qualificare un rifiuto e per stabilire le modalità di smaltimento. Per i rifiuti da destinare in discarica il test prevede un trattamento con acqua di grado analitico con un rapporto rifiuto secco/acqua 1 kg/10 L.

MATERIALI

- Spettrometro ICP-OES
- Bottiglie di polietilene (HDPE) da 1 L con tappo in PTFE
- Miscelatore a rovesciamento (5 giri/min - 10 giri/min) o agitatore a rotazione che induca la rotazione della bottiglia a circa 10 giri/min
- Sistema di filtrazione sotto vuoto
- Membrana filtrante da 45 µm sciacquata con HNO₃ 0,1 M e acqua demineralizzata MilliQ
- Setaccio con maglia da 4 mm non di acciaio o altro materiale che possa contaminare il campione con il nichel.
- Cilindro graduato da 1 L con accuratezza di ±10%
- Matracci tarati da 25 e 1000 mL
- Micropipetta a volume variabile da 100 a 2000 µL
- Sistema di filtrazione con membrana da 45 µm.

REAGENTI

- Acqua demineralizzata MilliQ
- Soluzione estraente: acqua demineralizzata MilliQ
- Soluzione standard concentrata di nichel 1000 mg/L
Sciogliere 1 g di nichel puro in un volume minimo di HNO₃ 1+1 in acqua demineralizzata MilliQ. Portare a volume in matraccio tarato da 1 L con HNO₃ all'1% in acqua demineralizzata MilliQ. La soluzione va conservata in bottiglia di polietilene.
- Soluzione standard diluita di nichel 10 mg/L
Diluire 1+99 la soluzione concentrata in matraccio tarato con acqua demineralizzata MilliQ. Preparare la soluzione al momento dell'uso.

PROCEDIMENTO

Preparazione del campione

Una quantità di campione pari a 2 kg viene passata su setaccio da 4 mm. Se viene separato meno del 95% dell'intero campione, occorre ridurre la granulometria utilizzando appositi macinatori. Parti grossolane come parti metalliche, bulloni, sassi e affini vanno eliminati prima di effettuare la setacciatura.

Determinare l'umidità del campione come perdita di peso a 105 °C e la percentuale di sostanza secca.

$$\text{secco \%} = \frac{m_{\text{camp essiccato}}}{m_{\text{campione}}} \cdot 100$$

Preparazione dell'eluato

Pesare una quantità di campione (m_c) pari a 90 g di campione secco, in una bottiglia da 1 L.

$$m_{\text{camp per la prova}} = \frac{90 \cdot 100}{\text{secco}\%}$$

Aggiungere acqua demineralizzata MilliQ in misura 10 volte superiore alla massa di campione secco (per es. 900 mL per 90 g). Agitare per 24 ore \pm 0,5, mantenendo una temperatura costante (preferibilmente 20 °C). Lasciare decantare per 15 \pm 5 minuti. Filtrare su filtro a membrana da 45 μ m. Se la filtrazione non è possibile o è poco agevole, centrifugare prima e poi comunque filtrare. Misurare il volume di eluato finale con il cilindro graduato.

Conservare, in frigorifero, in bottiglia di politene.

Bianco di controllo

Acqua demineralizzata MilliQ trattata allo stesso modo del campione. La concentrazione di nichel deve essere minore del 20% rispetto alla concentrazione determinata nell'eluato o minore del 20% del valore limite al quale si riferisce la misura. Non sottrarre la concentrazione del bianco ai valori trovati nelle analisi. Questa procedura serve solo per controllare che i vari dispositivi non cedano nichel durante l'esecuzione della prova. Se non conformi, i dispositivi (in genere le bottiglie) vanno cambiati.

Soluzioni standard di lavoro

Diluire 50 - 250 - 500 - 1500 - 2500 μ L di soluzione standard diluita di nichel in matracci tarati da 25 mL e portare a volume con acqua demineralizzata MilliQ. Queste soluzioni avranno una concentrazione di 20 - 100 - 200 - 600 - 1000 μ g/L di nichel.

Bianco reagenti. Acqua demineralizzata MilliQ

Campione. Usare la soluzione di eluato tal quale, senza effettuare alcuna diluizione. Effettuare le misure di tutte le soluzioni preparate utilizzando le seguenti condizioni operative.

Analisi ICP

Condizioni operative

Parametro misurato: altezza del picco di emissione

$\lambda = 216,556$ nm

Flusso del plasma: 1,5 L/min

Gas di purge: argon

Potenza di alimentazione: 1,2 kw

Pressione del nebulizzatore: 200 kPa

Tempo di integrazione: 5 s

Repliche: 3

Misurare l'emissione di tutte le soluzioni. Sottrarre all'area di ciascun picco, l'area del picco del bianco reagenti. Preparare il grafico di taratura concentrazione degli standard/area netta del picco di emissione.

Calcoli

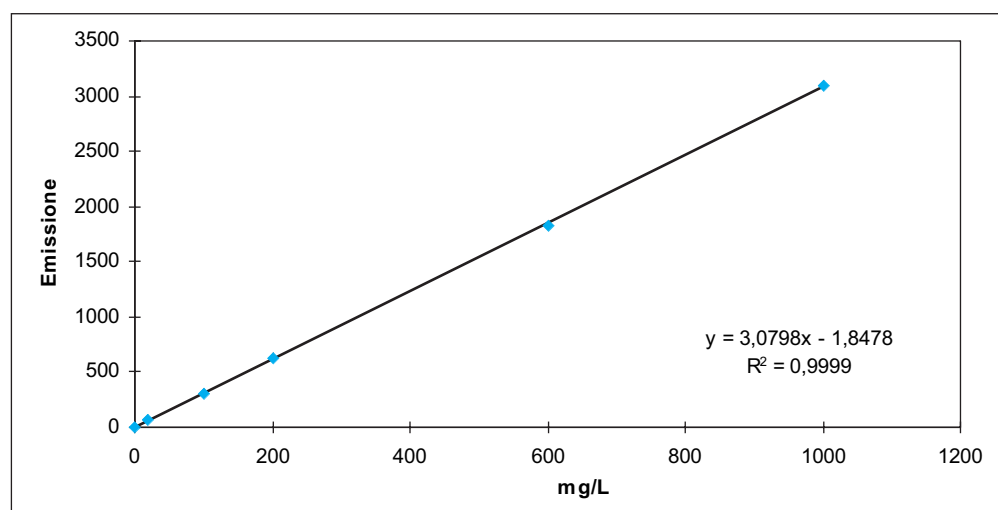
Ricavare direttamente la concentrazione di nichel nell'eluato dalla retta di taratura.

ESEMPIO 1**Determinazione del Ni nell'eluato di un rifiuto derivante da frazionamento di rifiuti solidi urbani. Spettrometro OES-ICP Varian Vista MPX***Analisi delle soluzioni standard*

Tabella delle aree delle soluzioni standard

| $\mu\text{g/L}$ | <i>Em</i> |
|-----------------|-----------|
| 0 | 0 |
| 20 | 63,512 |
| 100 | 305,98 |
| 200 | 617,69 |
| 600 | 1825,36 |
| 1000 | 3089,56 |

Emissione bianco reattivi: 1,6178

Retta di taratura*Equazione della retta*

$$Em = 3,0798 \cdot \text{conc} - 1,8478$$

Analisi del campione

Emissione netta = 429,35

$$C_{\text{nicel nell'eluato}} = (429,35 + 1,8478) / 3,0798 = 140 \mu\text{g/L}$$