

Determinazione sperimentale di alcuni parametri sito-specifici

Dr.ssa Eleonora Beccaloni

(ISS)

Istituto Superiore di Sanità

Coefficiente di ripartizione solido-liquido (K_d)

Metodo per la determinazione sperimentale del coefficiente di ripartizione solido-liquido ai fini dell'utilizzo nei software per l'applicazione dell'analisi di rischio sanitario-ambientale sito specifica ai siti contaminati.

Marzo 2007

(PR/SUO-TEC/151-2007)

Premessa

Il presente documento contiene la metodica standardizzata per la determinazione sperimentale nei suoli del coefficiente di ripartizione solido-liquido (K_d), al fine di elaborare un'analisi di rischio sanitaria-ambientale sito-specifica.

Tale metodica è stata messa a punto da APAT ed ISS nell'ambito delle attività del gruppo di lavoro APAT-ARPA-ISS-ISPEL per l'analisi di rischio applicata ai siti contaminati.

Metodica:

La determinazione del coefficiente di ripartizione suolo/acqua interstiziale per i microinquinanti inorganici prevede:

- ▶ estraente acqua deionizzata
- ▶ rapporto solido/liquido- s/l 1:2
- ▶ tempo di contatto 24 ore

Materiale utilizzato:

- bottiglia di polietilene con tappo a vite da 250 mL;
- contenitori tipo Falcon;
- acqua deionizzata;
- agitatore rotante;
- centrifuga;
- Acido Suprapure (HCl o HNO₃)

Procedura:

Pesare 50 g di campione tal quale in una bottiglia di polietilene con tappo a vite (precedentemente trattata con HNO₃ al 10% v/v) e aggiungere 100 mL di acqua deionizzata (rapporto solido:liquido 1:2). Chiudere la bottiglia e agitare la miscela per 24 ore a temperatura ambiente in agitatore rotante a 15 rpm (rotazione per minuto). Nel caso della determinazione dei metalli pesanti si sconsiglia l'utilizzo di agitatori magnetici e agitatori a pale che potrebbero falsare i risultati.

Trascorso il tempo di agitazione i campioni vengono sottoposti a centrifugazione per 30 minuti a 8000 g/min.

Il surnatante (deve risultare limpido e trasparente) raccolto in contenitori tipo Falcon, viene acidificato all'1% v/v con acido Suprapure

Determinazione del Contaminante

determinazione chimica del contaminante nella fase liquida e nella fase solida

Effettuare la determinazione dell'analita di interesse in entrambe le matrici secondo le metodiche analitiche consigliate per ciascuna matrice.

Rappresentazione dei Risultati Analitici

I risultati analitici sono espressi come il rapporto tra la concentrazione in fase solida (mg/kg) e la concentrazione in fase liquida (mg/l).

$$K_d = \frac{C_s}{C_l}$$

Le unità di misura del K_d saranno l/kg.

L'errore analitico associato al dato di K_d sarà dato dalla somma delle deviazioni standard relative associate alle singole determinazioni.

Determinazione del Carbonio Organico

Metodo Springer-Klee

Decreto Ministeriale 13 settembre 1999
 approvazione dei "Metodi ufficiali di analisi chimica del suolo".
 (Suppl. Ordinario n.185-n.248 del 21/10/99)

Il carbonio organico viene ossidato ad anidride carbonica con una soluzione di potassio bicromato in presenza di acido solforico e in condizioni standardizzate. La reazione tra carbonio organico e bicromato avviene tramite riscaldamento della miscela a 160° C, senza la presenza di fattori di correzione.

Reagenti

- ⇒ Acido solforico (H_2SO_4) [96% ($\rho = 1,835$)]
- ⇒ Acido fosforico (H_3PO_4) [85% ($\rho = 1,695$)]
- ⇒ Soluzione (0,33 moli/L) di potassio bicromato
- ⇒ Soluzione (0,2 moli /L) di ferro (II) solfato eptaidrato
- ⇒ Indicatore ox-red
- ⇒ Argento solfato (Ag_2SO_4) cristalli

Apparecchiatura

- ⇒ Attrezzatura da laboratorio di uso comune, in particolare:
- ⇒ Matraccio per l'attacco da 200 mL fornito di termometro con scala fino a 200°C e graduazione di 1°C.
- ⇒ Fornello Bunsen insieme a piastre di protezione in vetroceramica.
- ⇒ Potenzziometro o pH-metro.
- ⇒ Agitatore magnetico.

Preparazione del campione

La quantità di campione sottoposta ad analisi, dipende da quanto carbonio organico è presente nel suolo

Ossidazione del carbonio organico ad anidride carbonica

L'ossidazione viene effettuata mediante attacco con soluzione (0,33 moli/L) di potassio bicromato ($K_2Cr_2O_7$) e acido solforico (H_2SO_4). Raffreddare la soluzione mediante bagno di acqua e ghiaccio e portare a volume con H_2O , mescolare e lasciare sedimentare il residuo minerale solido.

Titolazione

La titolazione può essere eseguita tramite titolazione volumetrica o titolazione potenziometrica.

Valutazione del contenuto di sostanza organica

Poiché il contenuto di carbonio organico viene espresso in g/kg, considerando che il contenuto di carbonio nella sostanza organica del suolo è pari a 58 %, è possibile utilizzare il fattore 1,724 per trasformare i g/kg di carbonio accertati nel corrispondente contenuto di sostanza organica:

$$\text{Sostanza organica} = C \cdot 1,724$$

Metodo pH

Metodo(IRSA-CNR)*:

A $10 \pm 0,1$ g di campione e si addizionano 50 ml di acqua distillata. Si agita la beuta tappata per 10 minuti su scuotitore a 90 oscillazioni al minuto. Se il sistema sedimenta si effettua la misura del pH ponendo l'elettrodo o gli elettrodi all'interfaccia solido-liquido; se non sedimenta, ma appare sufficientemente fluido; si effettua la misura nella torbida.

* Quad. Ist. Ric. Acque, 64 Metodi analitici per i fanghi, Vol.3. Parametri chimico-fisici Gennaio 1985