

Determinazione sperimentale di alcuni parametri sito-specifici

Eleonora Beccaloni
ISS

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.

Nota 18 GIUGNO 2008

Osservazioni

Alla luce delle valutazioni condotte congiuntamente da APAT ed ISS su dataset analitici utilizzati per l'applicazione dell'analisi di rischio sito-specifica ai sensi del DLgs 152/06, **si ritiene opportuno che il metodo sperimentale APAT-ISS di cui alla nota APAT Prot.011376 del 4 Aprile 2007** (“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 sitospecifica ai siti contaminati”) **venga applicato esclusivamente per la valutazione del coefficiente di ripartizione solido-liquido per matrici solide contaminate da metalli**, in attesa di ulteriori approfondimenti sulla validità della metodica analitica per i composti organici.

Osservazioni

Si ritiene quindi opportuno, in attesa delle suddette verifiche, l'utilizzo, per i composti organici, dei valori di foc determinati su base sito-specifica secondo le modalità indicate nel "Documento di riferimento per la determinazione e la validazione dei parametri sito-specifici" e dei valori di Koc riportati nella Banca-Dati ISS-ISPEL. Per i composti organici per i quali il parametro Koc è funzione del pH, si richiede l'utilizzo dei valori riportati nell'APPENDICE O del manuale "Criteri metodologici per l'applicazione dell'analisi assoluta di rischio ai siti contaminati" elaborato da APAT-ARPA-ISS-ISPEL e disponibile sul sito dell'APAT nella sua versione più aggiornata alla pagina sopra indicata.

Si sottolinea che tutti i documenti sopra citati e la Banca-Dati ISS-ISPEL sono disponibili sul sito dell'APAT nella loro versione più aggiornata alla pagina

http://www.apat.gov.it/site/it/IT/Servizi_per_l'Ambiente/Siti_contaminati/Analisi_di_rischio/

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