

Arpa EMILIA ROMAGNA	Procedura di prova	Mod3-P40302/LM
DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OSSIDI DEI METALLI ALCALINO E ALCALINO TERROSI IN FIBRE MINERALI ARTIFICIALI CON TECNICA DI SPETTROFOTOMETRIA DI EMISSIONE AL PLASMA		Revisione 0 del 20/04/2005 Pag. 1 di 8

Gruppo Interregionale Fibre

*(Coordinamento Tecnico Interregionale
della Prevenzione nei Luoghi di Lavoro)
C.T.I.P.L.L.*

GIF
DIAMETRI

Proposta analitica per la classificazione di MMVF

Determinazione ossidi alcalino alcalino -terrosi

Arpa EMILIA ROMAGNA	Procedura di prova	Mod4-P40302/LM
		Revisione 0 del 20/04/2005 Pag. 2 di 8
DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OSSIDI DEI METALLI ALCALINO E ALCALINO TERROSI IN FIBRE MINERALI ATRIFICIALI CON TECNICA DI SPETTROFOTOMETRIA DI EMISSIONE AL PLASMA		

Ottobre 2006

GRUPPO DI LAVORO:

Giovanni Pecchini (ARPA di Reggio Emilia)

Federica Paoli (ARPA di Reggio Emilia)

Tiziana Bacci (ARPA di Reggio Emilia)

Orietta Sala (ARPA di Reggio Emilia)

Valeria Biancolini (ARPA di Reggio Emilia)

LABORATORIO

ARPA Emilia-Romagna sezione di Reggio Emilia

Arpa EMILIA ROMAGNA	Procedura di prova	Mod4-P40302/LM
		Revisione 0 del 20/04/2005 Pag. 3 di 8
DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OSSIDI DEI METALLI ALCALINO E ALCALINO TERROSI IN FIBRE MINERALI ATRIFICIALI CON TECNICA DI SPETTROFOTOMETRIA DI EMISSIONE AL PLASMA		

Gli obiettivi dello studio

La circolare N° 4 del 2000, relativamente alla definizione delle Lane minerali e delle Fibre ceramiche refrattarie, prevede un contenuto di ossidi dei metalli alcalino ed alcalino terrosi inferiore o superiore al 18% in peso, senza fornire alcuna indicazione analitica o metodo di prova.

Di fronte a questa carenza tecnica ed alla necessità legislativa di classificare ed etichettare i materiali in uso, si è pensato di elaborare una procedura di prova che potesse agevolmente permettere la quantificazione degli ossidi alcalino ed alcalino terrosi.

Nella procedura proposta si è adottato la quantificazione strumentale dei metalli tramite spettrofotometria di emissione al plasma, adattabile anche a determinazioni strumentali con spettrofotometro ad assorbimento atomico, strumento di larga diffusione, ma con processo analitico più laborioso.

Per ovviare alla mancanza sul mercato, di materiali fibrosi a contenuto di ossidi certificati, il metodo è stato testato su un materiale a contenuto di ossidi dichiarato dalla scheda di sicurezza. Lo sviluppo del un metodo analitico prosegue con uno studio per determinare un fattore di recupero dei singoli metalli e poter procedere a prove intra ed interlaboratoriali.

Arpa EMILIA ROMAGNA	Procedura di prova	Mod4-P40302/LM
		Revisione 0 del 20/04/2005 Pag. 4 di 8
DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OSSIDI DEI METALLI ALCALINO E ALCALINO TERROSI IN FIBRE MINERALI ATRIFICIALI CON TECNICA DI SPETTROFOTOMETRIA DI EMISSIONE AL PLASMA		

DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OSSIDI DEI METALLI ALCALINO E ALCALINO TERROSI IN FIBRE MINERALI ATRIFICIALI CON TECNICA DI SPETTROFOTOMETRIA DI EMISSIONE AL PLASMA

Indice

1. SCOPO
2. CAMPO DI APPLICAZIONE
3. AVVERTENZE E PRECAUZIONI
4. PRINCIPIO DEL METODO
5. PRODOTTI PER LE PROVE
6. APPARECCHIATURE E ATTREZZATURE
7. CONDIZIONI AMBIENTALI
8. PERSONALE
9. PROCEDIMENTO
10. ESPRESSIONE DEI RISULTATI
 - 10.1 CALCOLO, TRASFERIMENTO DEI DATI E ARCHIVIAZIONE
 - 10.2 VALIDAZIONE DEL METODO
 - 10.3 INCERTEZZA DI MISURA
11. CONTROLLO DI QUALITA' ANALITICO (CQA)
12. RIFERIMENTI
13. ALLEGATI
14. TABELLA RIASSUNTIVA DELLE REVISIONI

Rev.	Natura modifica	
Preparazione	Verifica	Approvazione
Specialist/RAA (firma)	RDQ Multisito (firma)	RALR (firma)
		In vigore dal

Arpa EMILIA ROMAGNA	Procedura di prova	Mod4-P40302/LM
		Revisione 0 del 20/04/2005 Pag. 5 di 8

DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OSSIDI DEI METALLI ALCALINO E ALCALINO TERROSI IN FIBRE MINERALI ATRIFICIALI CON TECNICA DI SPETTROFOTOMETRIA DI EMISSIONE AL PLASMA

1. SCOPO

Lo scopo del metodo è di valutare la quantità degli ossidi dei metalli alcalino e alcalino terrosi nelle fibre minerali artificiali al fine della classificazione come previsto dalla circolare 4 del 15/03/2000 del Ministero della Sanità.

2. CAMPO DI APPLICAZIONE

Il metodo permette di determinare quantità di ossidi su campioni che hanno un contenuto minimo di ossidi dell'0,36%, limite di rilevabilità del metodo ottenuto processando un campione di fibra ceramica, ed un valore massimo del 45% circa per le lane di roccia o particolari tipi di fibre artificiali "ecologiche".

3. AVVERTENZE E PRECAUZIONI

Ogni manipolazione del campione di fibre deve essere fatta sotto cappa minimizzando la dispersione di fibre ed indossando guanti al fine di ridurre l'irritazione della pelle

Nella fase di digestione del campione vengono utilizzati acidi particolarmente aggressivi. Occorre operare indossando occhiali, guanti ed operare sotto cappa dedicata per attacchi acidi.

4. PRINCIPIO DEL METODO

Il metodo prevede la mineralizzazione del campione per via umida con acido fluoridrico e la successiva determinazione degli ossidi dei metalli alcalino ed alcalino – terrosi nelle soluzioni di mineralizzazione allo spettrometro al plasma. La lettura e la determinazione del contenuto dei metalli in esame può essere effettuata anche con assorbimento atomico.

5. PRODOTTI PER LE PROVE

- ☐ Acido Fluoridrico RPE
- ☐ Acido Nitrico RPE
- ☐ Acido Cloridrico
- ☐ Acqua Milliq

6. APPARECCHIATURE ED ATTREZZATURE

Normale apparecchiatura di laboratorio:

- ☐ Pipetta automatica
- ☐ Bilancia analitica con precisione di pesata non minore di 0.0005g.

Arpa EMILIA ROMAGNA	Procedura di prova	Mod4-P40302/LM
		Revisione 0 del 20/04/2005 Pag. 6 di 8

DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OSSIDI DEI METALLI ALCALINO E ALCALINO TERROSI IN FIBRE MINERALI ATRIFICIALI CON TECNICA DI SPETTROFOTOMETRIA DI EMISSIONE AL PLASMA

- ☐ Muffola
- ☐ Piastra riscaldante
- ☐ ICP ottico

7. CONDIZIONI AMBIENTALI

Non sono richieste specifiche condizioni ambientali per questo tipo di prova.

8. PERSONALE

Il personale deve saper applicare i metodi analitici chimici e spettrofotometria con assorbimento atomico ed emissione al plasma.

9. PROCEDIMENTO

9.1. Principi

Il materiale viene mineralizzato per attacco acido e sulla soluzione ottenuta si effettua la lettura in ICP ottico.

9.2. Preparazione

Alcuni grammi di campione sono sottoposti a riscaldamento in muffola a 450 °C per almeno 3 ore al fine di eliminare il materiale organico ricoprente le fibre (apretto).

Dopo raffreddamento si pesano in bilancia analitica (L 05) in capsule di teflon (preventivamente lavate) circa 200-250 mg di fibra (circa 100 mg per fibre ceramiche).

La fibra pesata viene poi sottoposta a mineralizzazione sotto cappa in stanza L 03. Ad ogni campione vengono aggiunti 2 ml di Acido Fluoridrico (4 ml per fibre ceramiche), 2 ml di Acido Nitrico, 2 ml di Acido Cloridrico e 10 ml circa di Acqua MilliQ.

Le capsule di teflon vengono riscaldate sulla piastra al fine di accelerare la mineralizzazione. Si riscalda fino a secco. Si riprende con Acqua MilliQ e alcune gocce di Acido Nitrico.

Il campione mineralizzato è trasferito in palloncini in polietilene (preventivamente lavati), tarati da 100 ml (50 ml per fibre ceramiche).

Un'aliquota proveniente dai campioni tarati (circa 20 ml) è filtrata con setto poroso da 0.45 µm in un contenitore per il campionatore automatico per ICP senza ulteriore acidificazione.

9.3. Lettura Strumentale

Le soluzioni derivate dalla mineralizzazione sono lette allo spettrometro al plasma ad accoppiamento induttivo che prevede una nebulizzazione completa del campione ed iniezione in torcia al plasma ad una temperatura variabile tra i 4800 – 9800°C. In tali condizioni gli elementi presenti nella soluzione emettono una radiazione UV-visibile a lunghezza d'onda caratteristica la cui assorbanza è letta su una retta di taratura

Arpa EMILIA ROMAGNA	Procedura di prova	Mod4-P40302/LM
<i>DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OSSIDI DEI METALLI ALCALINO E ALCALINO TERROSI IN FIBRE MINERALI ATRIFICIALI CON TECNICA DI SPETTROFOTOMETRIA DI EMISSIONE AL PLASMA</i>		Revisione 0 del 20/04/2005 Pag. 7 di 8

preventivamente preparata effettuando letture di 3 soluzioni standard a contenuto noto dei vari elementi da determinare. La correlazione di linearità tra le rette di taratura e le concentrazioni è valida per valori sia bassi che alti.

10. ESPRESSIONE DEI RISULTATI

I risultati sono ottenuti sommando **la percentuale** di ossidi dei singoli metalli alcalino e alcalino-terrosi. La lettura strumentale, su retta di taratura specifica di ogni singolo metallo, ha fornito il valore in concentrazione della soluzione di mineralizzazione, da cui, dopo calcolo stechiometrico, **è stata ricavata la percentuale relativa agli ossidi del materiale, secondo le seguenti espressioni:**

$$\%Ossido \ Metallo \ alcalinoterroso = \frac{A \times PM_{MeO}}{10 \times P \times PA_{metallo}} \times 100$$

$$\%Ossido \ Metallo \ alcalino = \frac{A \times PM_{MeO}}{10 \times P \times 2PA_{metallo}} \times 100$$

Dove:

A= concentrazione del metallo ricavato dalla retta di taratura espressa in mg/l

P= peso del materiale sottoposto a mineralizzazione espresso in mg

PA_{metallo}= peso atomico del metallo

PM_{MeO}= peso molecolare dell' ossido

10.1 Calcolo, trasferimento dei dati e archiviazione

10.2 Validazione del metodo

Arpa EMILIA ROMAGNA	Procedura di prova	Mod3-P40302/LM
<i>DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO DI OSSIDI DEI METALLI ALCALINO E ALCALINO TERROSI IN FIBRE MINERALI ARTIFICIALI CON TECNICA DI SPETTROFOTOMETRIA DI EMISSIONE AL PLASMA</i>		Revisione 0 del 20/04/2005 Pag. 8 di 8

14. TABELLA RIASSUNTIVA DELLE REVISIONI

Revisione	Data	Descrizione modifica	Verifica	Approvazione