

# ***Determinazione della concentrazione di Zn, Cd, Pb e Cu in un campione di particolato atmosferico $PM_{10}$ tramite Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetry (DPASV)***

## **SCOPO**

Determinazione di Zn, Cd, Pb e Cu nelle polveri fini  $PM_{10}$  campionate nell'area urbana di Parma.

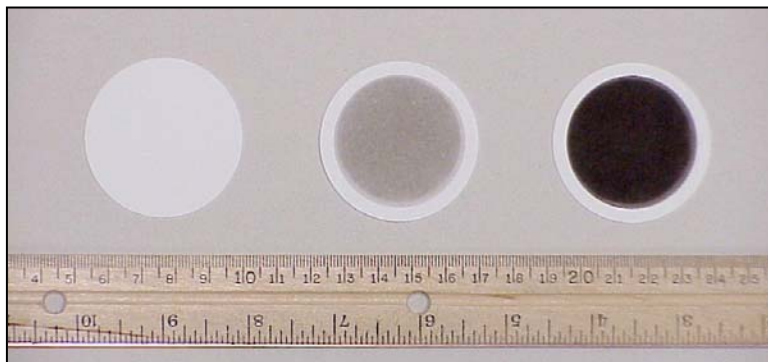
## **CAMPIONAMENTO**

Il dispositivo per la raccolta del particolato atmosferico si trova nella stazione di monitoraggio della qualità dell'aria di Parma presso la sede dell'ARPA in via Spalato.

Il sistema di campionamento del  $PM_{10}$  è costituito da una testa di prelievo, dal sistema di accumulo e dal sistema di misura.

L'aria viene aspirata per 24 ore, attraverso una sonda di prelievo rigorosamente posizionata in maniera verticale, attraverso il sistema filtrante in modo da trattenere le polveri su uno dei filtri in nitrato di cellulosa sequenziali montati su una catena di supporto.

## ***Il filtro su cui si effettua il campionamento***



*Foto dei filtri in FIBRA DI VETRO; da sinistra: filtro bianco; campionamento  $PM_{10}$  di domenica 11 novembre 2001 ( $12 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ); campionamento  $PM_{10}$  di domenica 23 dicembre 2001 ( $174 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ).*

## Trattamento del Campione

La DPASV è una tecnica voltammetrica nella quale si misura la corrente in funzione del potenziale di un elettrodo di lavoro a goccia di mercurio, immerso in una soluzione contenente specie elettroattive.

E' pertanto necessario solubilizzare gli analiti di interesse

### Preparazione del campione:

- Mineralizzazione del particolato su filtro ( $\text{HNO}_3$  65%, (2 ml) assistita da microonde)
- Durante la mineralizzazione sia il particolato che il filtro vengono dissolti per via ossidativa dall'agente mineralizzante e dalle microonde
- Diluizione (2 ml di soluzione estraente diluiti a 10 ml con acqua deionizzata)

### Pretrattamento:

- Neutralizzazione di  $\text{HNO}_3$  con KOH 5 M
- Tamponamento del pH ( $\approx 4.6$ , tampone acetico)

## Strumentazione e Parametri Strumentali

La determinazione dei metalli pesanti è stata effettuata tramite DPASV (Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetry), utilizzando un potenziostato “Ecochemie microAutolab”, gestito da software dedicato.

Elettrodo di lavoro (WE):	HDME (elettrodo a goccia di mercurio)
Elettrodo di riferimento (RE):	Ag/AgCl/KCl 3 M
Elettrodo ausiliario (CE):	Pt

### Procedimento dell'analisi:

- 1.Purging della soluzione con  $\text{N}_2$  (allontanamento di  $\text{O}_2$ )
- 2.Preelettrolisi / Preconcentrazione (-1.2 V, 60 sec)
- 3.Riossidazione con scansione in DP tra -1.1 e 0.2 V
- 4.Aggiunte dello standard multielemento
- 5.Punti 1, 2, 3



<b><i>Parametri dell'analisi DPASV</i></b>	
WE	HDME
CE	Pt
RE	Ag/AgCl/KCl 3 M
Stirrer speed	3000 rpm
Mode	DP
Purge time	60 s
Deposition potential	-1200 mV
Deposition time	60 s
Equilibration time	10 s
Pulse amplitude	50 mV
Start potential	-1100 mV
End potential	20 mV
Voltage step	6 mV
Voltage step time	0.1 s
Sweep rate	60 mV/s

## **Analisi ed elaborazione dei dati voltammetrici**

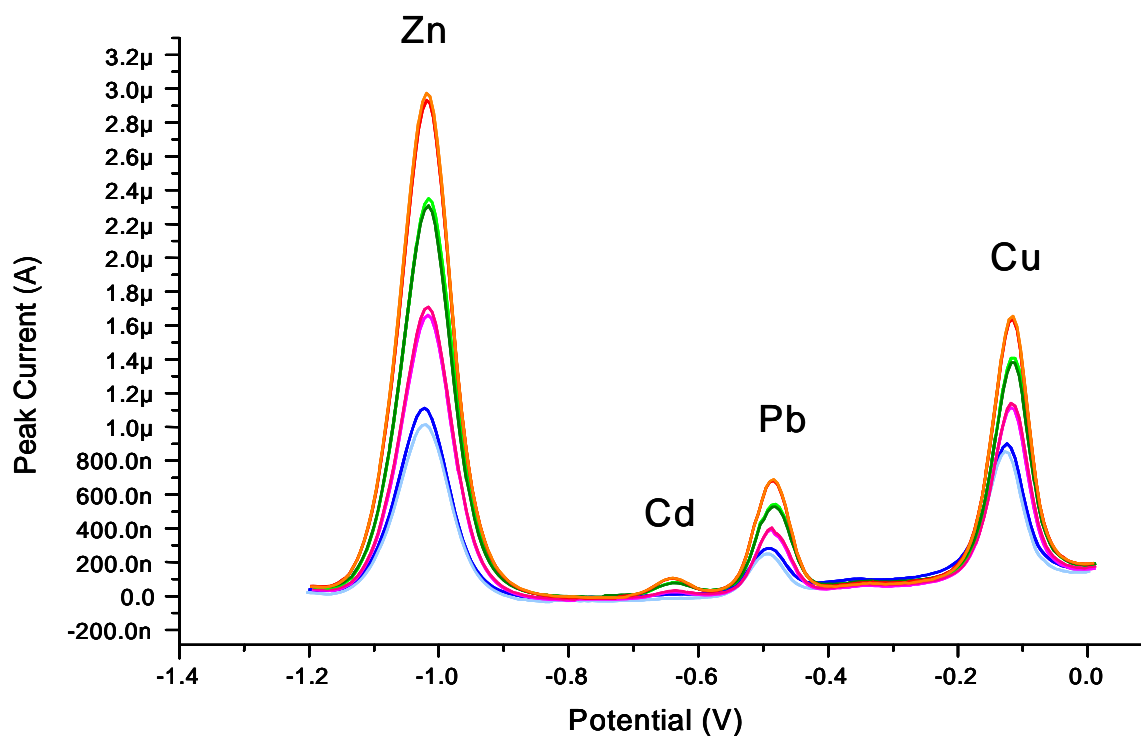
La valutazione della concentrazione dei metalli è stata fatta utilizzando una tecnica di calibrazione interna (metodo della aggiunte multiple standard).

Secondo questa procedura viene prima acquisito il voltammogramma del campione tal quale e vengono successivamente effettuate tre aggiunte della stessa aliquota di standard, registrando un voltammogramma dopo ciascuna aggiunta.

Ogni scansione, del campione e delle aggiunte, è stata fatta in triplo, per valutare la riproducibilità e la precisione del metodo.

Lo standard utilizzato per le aggiunte è multielemento e la sua composizione è riassunta nella tabella seguente:

Metallo	Concentrazione dello standard multiplo	Volume aggiunta
Zn	2 ppm	0.5 ml
Cd	0.08 ppm	
Pb	0.8 ppm	
Cu	0.8 ppm	



### Elaborazione dati

Concentrazione dei metalli in soluzione (calcolata tramite retta di regressione):

$[Zn^{2+}] = 335 \text{ ppb}$

$[Cd^{2+}] = 0.42 \text{ ppb}$

$[Pb^{2+}] = 42 \text{ ppb}$

$[Cu^{2+}] = 67 \text{ ppb}$

Volume di aria campionata: 22981 l

Concentrazione atmosferica particolato: 56  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  (mercoledì 3 ottobre 2001)

Sulla base di tali dati si calcola la concentrazione dei metalli in aria e nel particolato.