

Determinazione di Ni in un acciaio

Campione:

lamette di acciaio.

Analita:

Ni

Tecnica analitica: ICP-OES.

Utilizzo della vetreria: riempire ogni contenitore (matraci e flaconi in polietilene) con acido nitrico al 10% (da preparare sotto cappa per diluizione di HNO_3 concentrato), lasciare a contatto per 1/2 ora e risciacquare con acqua deionizzata e ultrapura a seguire.

Trattamento del campione:

- ✓ pesare circa 0.1000 g di campione (annotare la massa effettivamente pesata) nella bomba in teflon del digestore a microonde
- ✓ sotto cappa aggiungere 5 ml di HCl 37%, 1.5 ml di HNO_3 65% per ogni campione (**INDOSSARE GUANTI RESISTENTI ALL'ACIDO FORNITI DAL DOCENTE**)
- ✓ chiudere accuratamente il contenitore dopo aver verificato l'integrità della membrana di rottura nella valvola di sfiato
- ✓ inserire il piatto con i contenitori (1 per gruppo) nel digestore a microonde (Microwave Accelerated Reaction System)
- ✓ si applica il seguente programma:

stadio	Rampa (min)	Durata	Temp. max	Pressione max (psi)	Potenza (W)
1	15	30	200	130	800
2	5	5	180	130	0

- ✓ lasciare raffreddare i campioni e aprire i contenitori con cautela sotto cappa (**INDOSSARE GUANTI RESISTENTI ALL'ACIDO**).
- ✓ filtrare ciascun campione su filtri resistenti a soluzioni acide trasferendo quantitativamente la soluzione in un matraccio da 100 ml, aggiungere lo standard interno in concentrazione 1 mg/L, portare a volume con acqua **ultrapura**.

Ipotizzando che il contenuto di Nichel nell'acciaio sia circa pari allo 0.1 % in peso del campione solido, stimare quale potrebbe essere la concentrazione del Ni nella soluzione preparata a partire da 0.1 g di lametta.

Quantificazione:

- Ogni tre gruppi di lavoro preparare 500 ml di una soluzione che contenga HCl , HNO_3 e acqua ultrapura nello stesso rapporto presente nel campione al termine del pretrattamento di

solubilizzazione. **Questa soluzione verrà utilizzata per preparare il “bianco dei reagenti” e per diluire lo standard concentrato di Ni per preparare gli standard per la taratura.**

Analisi quantitativa

- Preparare 5 soluzioni standard (25 ml):
 - una contenente il bianco dei reagenti e lo standard interno con concentrazione 1 mg/L (concentrazione di Ni = 0)
 - 4 soluzioni standard contenenti il Ni in concentrazioni crescenti, opportunamente selezionate rispetto alla concentrazione di Ni precedentemente stimata. In tutte le soluzioni standard deve essere anche aggiunto lo standard interno con concentrazione 1 mg/L.
- Analizzare all'ICP gli standard, il bianco ed il campione. Valutare la congruità del segnale dell'analita nel campione rispetto al segnale degli standard e fare le valutazioni opportune circa la necessità di diluizione del campione o di preparazione di nuovi standard.
- **Costruire la retta di taratura sia con il metodo degli standard esterni sia con il metodo dello standard interno.**
- Calcolare la concentrazione del Ni nella soluzione con entrambe i metodi.
- Riportare il contenuto % in peso di Ni nel campione solido iniziale
- Fare una valutazione critica dei risultati.

Reagenti a disposizione:

- acido nitrico concentrato 65%
- acido cloridrico concentrato 37%
- acido nitrico al 10%,
- soluzione di Ni 1000 mg/L
- soluzione di Lu (standard interno) 1000 mg/L
- acqua ultrapura