

LAB&Ambiente

Rubrica a cura di **Licia Guzzella**

Edito

Analisi di campioni di suolo contaminato

Uno degli strumenti analitici più utili nella caratterizzazione speditiva di un'area soggetta all'inquinamento da metalli sia questo un terreno o una discarica è rappresentato dall'analizzatore portatile XRF (FP-EDXRF).

83

Obiettivo su

Contaminazione da metalli in discariche minerarie mediante spettrometro XRF portatile (FP-EDXRF)

Viene presentata la caratterizzazione della composizione chimica dei materiali di una discarica di waste rocks in una miniera dismessa di solfuri di rame in Liguria, utilizzando uno spettrometro XRF portatile (FP-EDXRF).

84

Tecniche analitiche

Analizzatori palmari per analisi spot di olio in acqua

Il palmare touchscreen HD-1000, commercializzato da TECNOVA HT riesce ad effettuare l'analisi di Olio in Acqua alle lunghezze d'onda proprie di ogni inquinante

88

Spettrometro EDXRF portatile per terreni

Lo spettrometro EDXRF portatile Oxford X-MET7500 commercializzato in Italia da Technologies for Quality è ideale per l'analisi di elementi tossico-nocivi nei terreni ed in altre matrici solide

90





Licia Guzzella

Analisi di campioni di suolo contaminato

Uno degli strumenti analitici più utili nella caratterizzazione speditiva di un'area soggetta all'inquinamento da metalli sia questo un terreno o una discarica è rappresentato dall'analizzatore portatile XRF (FP-EDXRF). Questo strumento, infatti, permette l'ottenimento di dati analitici in situ con una preparazione limitata del campione e di ridurre i tempi di analisi e i costi di laboratorio, ampliando il set di dati necessari per una corretta mappatura degli elementi presenti.

Lo strumento fa parte di quella classe di analizzatori portatili che negli ultimi anni hanno permesso a tecnici, anche non esperti in chimica analitica, di effettuare l'analisi e il riconoscimento degli elementi in campo in maniera non distruttiva. Considerata la notevole estensione delle discariche o dei siti contaminati e la marcata eterogeneità dei materiali, l'utilizzo di strumenti analitici come lo spettrometro portatile XRF (FP-EDXRF) possono permettere la raccolta in situ di un rilevante numero di dati con tempi di esecuzione e costi molto ridotti (ne è un esempio lo studio sulla caratterizzazione chimica dei materiali di una discarica di waste rocks in una miniera dismessa in Liguria condotto dai Dipartimenti DISTAV e DSA di Genova).

La tecnica analitica EDXRF prevede l'uso di un emettitore di raggi X, un rivelatore, un sistema di calcolo, un display per i risultati ed un potente software per la gestione dell'hardware e per l'esecuzione di complessi calcoli matematici. In particolare gli spettrometri EDXRF sono diventati un valido strumento di screening degli elementi tossico-nocivi, quali Cr, Sb, Hg, As, Cd, Ni, Cu, anche in concentrazioni di pochi ppm, in numerose matrici di interesse ambientale (quali ad esempio terreni, minerali, rocce, materiali da costruzione, rifiuti di varia natura, ecc...). In questo campo Technologies for Quality di Genova presenta gli ultimi modelli di FP-EDXRF, X-MET7500, che oltre ad essere adeguati per analisi degli elementi più pesanti, sono in grado di analizzare anche elementi leggeri, quali il magnesio.

Infine, nelle aree dedicate ai parchi serbatoi trova applicazione la cosiddetta analisi di Olio in Acqua.

Alla base di questi analizzatori vi è il fenomeno della Fluorescenza, cioè la capacità da parte di determinate tipologie di idrocarburi di assorbire radiazioni elettromagnetiche e di riemetterle dando origine a una luminescenza misurata da un sensore. Uno dei punti critici era rappresentato in passato dalla presenza di inquinanti idrocarburici diversi. La serie OIW-1000 della Tecnova HT riesce ad effettuare l'analisi qualitativa delle lunghezze d'onda proprie di ogni composizione inquinante, le raffronta con il data base interno ed effettua simultaneamente l'autoscaling dei ppm analizzati, riportandoli al valore misurato in laboratorio.

Questa famiglia di analizzatori trova impiego, nelle aree dedicate ai parchi serbatoi o nel trattamento delle acque.



Figure 1 – Un esempio di parco serbatoi



Analizzatori palmari per analisi spot di olio in acqua

*Il palmare touchscreen HD-1000, commercializzato da **TECNOVA HT** riesce ad effettuare l'analisi di Olio in Acqua alle lunghezze d'onda proprie di ogni inquinante, le raffronta con il data base interno ed effettua simultaneamente l'autoscaling dei ppm analizzati in fluorescenza, riportandoli al valore reale omogeneo con le analisi laboratorio*

a cura di **Andrea Giovane**, TECNOVA HT, Pregnana M.se (MI)

Da più di quarant'anni la cosiddetta analisi Olio in Acqua ha goduto di una delle evoluzioni tecniche più importanti nel campo della strumentazione di processo: dagli imponenti cabinet pressurizzati equipaggiati con complicati sistemi di campionamento e trattamento campione si è giunti agli analizzatori compatti explosion proof serie OIW-100x di Advanced Sensors, UK privati di qualunque condizionamento del processo e disponibili nelle versioni in-line con sonda ad inserzione. Alla base di questi analizzatori rimane sempre il fenomeno della Fluorescenza cioè la capacità da parte di determinate tipologie di idrocarburi di assorbire radiazioni elettromagnetiche generate da apposita sorgente e di riemetterle dando origine a una luminescenza temporanea apprezzata da un sensore, ma finalmente migliorata grazie all'utilizzo massiccio del laser: non solo è stata potenziata la sensibilità dell'analisi in se stessa, ma soprattutto è stata eliminata la deriva dello strumento dovuta al decadimento naturale e continuo delle classiche lampadine UV.



Figura 2
Analizzatore
HD1000 palmare
di Advanced Sensors

Altro annoso problema era la calibrazione fissa dell'analizzatore in questione: una volta specificato per crude oil, ad esempio, la presenza di inquinanti idrocarburi diversi, estemporanei, a percentuale variabile portava ad una inevitabile sovrastima e, quindi, ad azioni correttive da parte dell'operatore del tutto inutili e costose oppure conduceva ad una sottostima dei ppm di olio con possibili sanzioni da parte dell'ente controllante. Invece, la serie OIW-1000, essendo equipaggiata con un nanospettrofotometro integrato, riesce ad effettuare l'analisi qualitativa delle lunghezze d'onda proprie di ogni composizione inquinante, le raffronta con il data base interno ed effettua simultaneamente l'autoscaling dei ppm analizzati in fluorescenza riportandoli al valore reale omogeneo con le analisi laboratorio. Questa famiglia di analizzatori trova suo naturale impiego nei trattamenti acque, nelle aree dedicate ai parchi serbatoi oppure su unità FPSO, magari per il servizio Produced Water, grazie alla certificazione uso navale disponibile: sono tutte installazioni di tipo fisso e quindi gestiscono punti di analisi con sonde ad inserzione nelle vicinanze oppure necessitano di un fast loop per l'adduzione del campione. Potrebbe accadere però che, pur essendo una soluzione analitica ineccepibile, l'operatore senta l'esigenza di monitorare più punti nell'impianto di processo o di stoccaggio (figura 1) non serviti da analizzatori da campo oppure effettui un service itinerante in diverse località come ad esempio in vari punti degli oleodotti per analisi saltuarie: la nuova serie HD-1000 sempre di Advanced Sensors rappresenta il must have di ogni Responsabile HSE o Tecnico Service in quanto è il primo analizzatore palmare di Olio in Acqua da mettersi semplicemente nella propria valigetta senza accessori di alcun genere (figura 2).

Funzionamento dell'analizzatore palmare

In meno di 1 kg di peso, con dimensioni 152 x 85 x 52 mm, alimentato da una batteria ricaricabile da 3,000 mAh, HD-1000 presenta esattamente tutte le stesse innovative caratteristiche della serie OIW-1000x, ma completamente miniaturizzate in un robusto guscio di alluminio. Questo analizzatore portatile presenta una sonda integrata per misurare in fluorescenza campioni acquosi di qualsiasi tipo: grazie al cavo ottico flessibile e all'analisi in spettrofotometria riesce ad effettuare l'analisi in qualunque posto e con inquinanti a composizione variabile. Il microprocessore esegue in tempo reale l'analisi del campione attraverso la metodologia LIF Laser Induced Fluorescence con range liberamente configurabili 0-1 ppm, 0-10 ppm, 0-100 ppm... fino a 0-3,000 ppm, presentando un'accuratezza pari all'1% del medesimo range e una ripetibilità > 99%, mentre lo spettrofotometro integrato lavorando tra i 400 - 1,100 nm con una risoluzione uguale a 0,5 nm riesce agevolmente a distinguere curve spettrali anche similari (figura 3).

La filosofia che ha ispirato gli ingegneri di Advanced Sensors è quella della semplicità estrema attraverso l'innovativa metodologia di uso CMAS Calibrate, Measure, Analyze & Share. La calibrazione o meglio la field calibration è sempre stato il concetto portante di ogni strumento da campo: per HD-1000 invece la memorizzazione di ogni set di inquinanti e la possibilità di uploading di nuovi set modificati a seconda della necessità o della località di analisi permette una immediatezza senza confronti. È comunque sempre possibile effettuare una calibrazione ad hoc estemporanea con un semplice contenitore, il campione inquinato, acqua pulita per lo zero e, tramite diluizioni successive, crearsi delle curve supplementari: eventuali valori spuri dopo essere stati correttamente interpretati possono essere nascosti per una polinomiale più regolare. La misurazione può avvenire direttamente in una bottiglia di campionamento, in un becker, in un pozzetto o in un canale scolmatore, semplicemente introducendo il sensore nel liquido: l'analisi in continuo può essere temporizzata da 250 millisecondi fino a 10 secondi a seconda della applicazione in campo e grazie alla batteria di grande potenza è possibile lasciare il palmare in analisi per almeno 4 ore in continuo con anche la possibilità di una espansione della batteria.

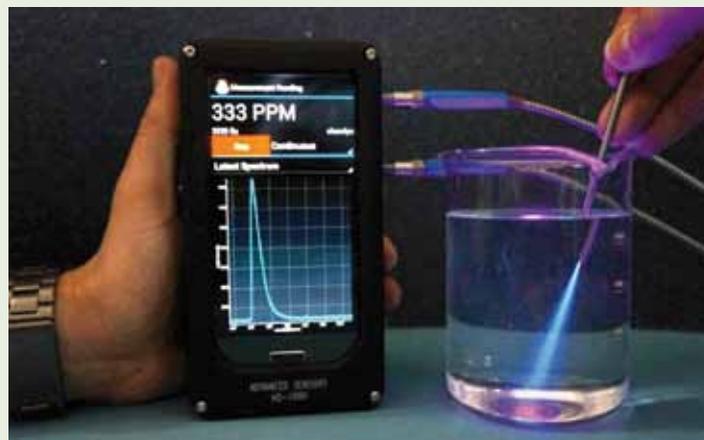


Figura 3 - L'HD1000 mentre misura

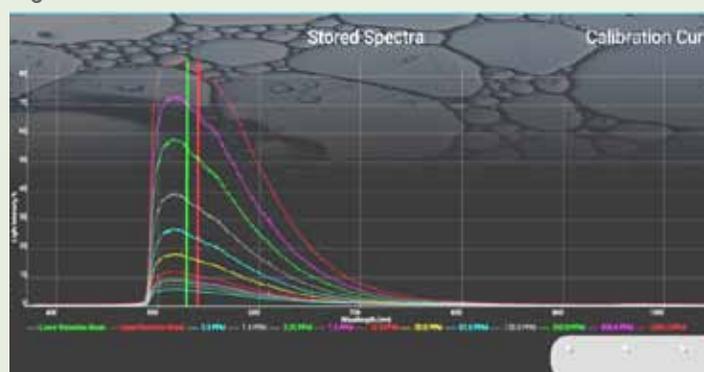


Figure 4 - Curve spettrali misurate dal HD1000



Ma l'Operatore trova estremamente accattivante la tecnologia touchscreen dell'analizzatore HD-1000: non solo è possibile catturare semplicemente la schermata dei dati ma con un dito vengono rinominati interi set di calibrazione, zoomate le curve, effettuate le scelte per comparare gli spettri di più siti produttivi o più punti di analisi nel parco serbatoi. Grazie al giroscopio integrato lo schermo si posiziona orizzontalmente o verticalmente con un facile movimento del polso, esattamente come i popolari smartphone, e pertanto migliora la visibilità delle curve grafiche di interesse (figura 4), mentre la funzione notepad permette all'utente di scrivere o annotarsi dati o considerazioni sull'analisi in corso. Tutti i dati inseriti manualmente, caricati digitalmente o analizzati in campo vengono raccolti e immagazzinati nella scheda di memoria da 9 a 40 GB di capienza e resi disponibili al download via porta USB standard, oppure tramite wi-fi o bluetooth® nativi o ancora con servizi di cloud storage societari o gratuiti come DropBox®. Tutto il manuale di uso disponibile direttamente sullo schermo, il menù multilingue e la possibilità di utilizzare un sistema di password per impedire accessi non autorizzati completano le caratteristiche di HD-1000 di Advanced Sensors. Il monitoraggio di TOC/COD/BOD in linea, la verifica della presenza di haze nel distillato, gli analizzatori di Acqua in Olio per qualità crudo, l'applicazione Olio in Acqua declinata come analizzatori stand-alone fissi o come HD-1000 (figura 5) sono alcune delle soluzioni per l'analisi in fase liquida di TECNOVA HT, global player nell'automazione di Processo dal 1974.