



Alternanza Scuola-Lavoro

Progetto di formazione presso Milestone s.r.l.

Gennaio e Febbraio 2019

Indice:

- L'azienda: helping chemists;
- Le microonde: una risorsa da sfruttare;
- I prodotti:
 - Digestori:
 - DMA-80: un nuovo metodo di analisi.
- Le esperienze svolte:
 - Cosa è stato fatto;
 - I risultati.

MILESTONE



L'azienda: helping chemists.

Milestone è nata nel 1988 con l'obiettivo di sviluppare nuovi strumenti che sfruttassero le microonde per preparare il campione all'analisi.

Oggi l'azienda ha oltre 50 brevetti e fornisce servizi a 20 000 utenti tra i quali: industrie governative, università e laboratori di ricerca.



Le microonde: una risorsa da sfruttare.

Come già detto, l'azienda è nata con l'obiettivo di utilizzare le microonde per la preparazione di campioni sui quali verranno effettuate delle analisi.

Per **preparare le sostanze** è necessario un trattamento chiamato mineralizzazione, questo elimina le sostanze organiche presenti, per poi determinare la concentrazione di specie metalliche.

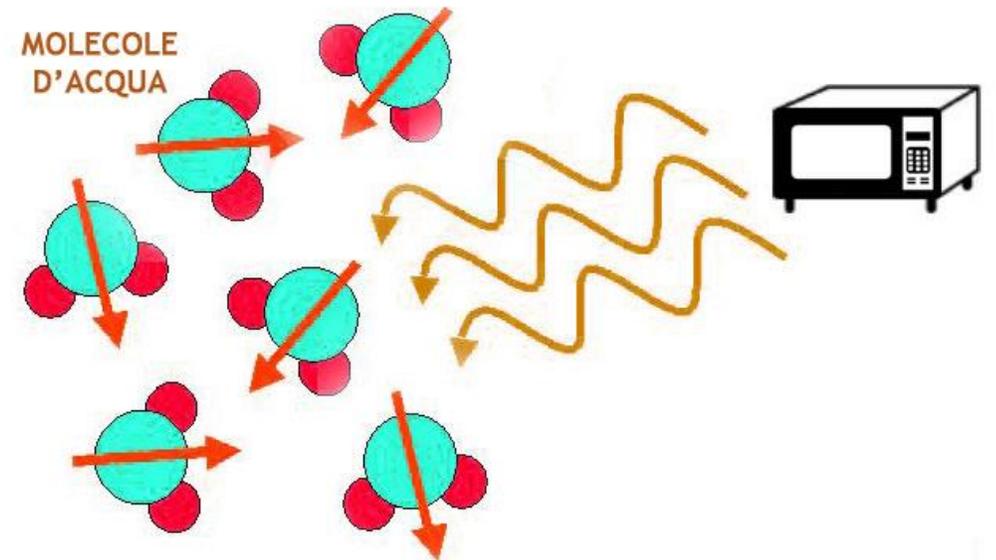


Le microonde: una risorsa da sfruttare.

La mineralizzazione è eseguita con l'uso di uno o più acidi (acido nitrico, fluoridrico, cloridrico o solforico).

Questi, una volta raggiunte elevate pressioni e temperature, eliminano la parte organica del campione.

Milestone ha sviluppato tecnologie di efficienza massima che sfruttano le microonde, queste sono in grado di aumentare l'energia di molecole che presentano un dipolo.



DMA-80: lo strumento.

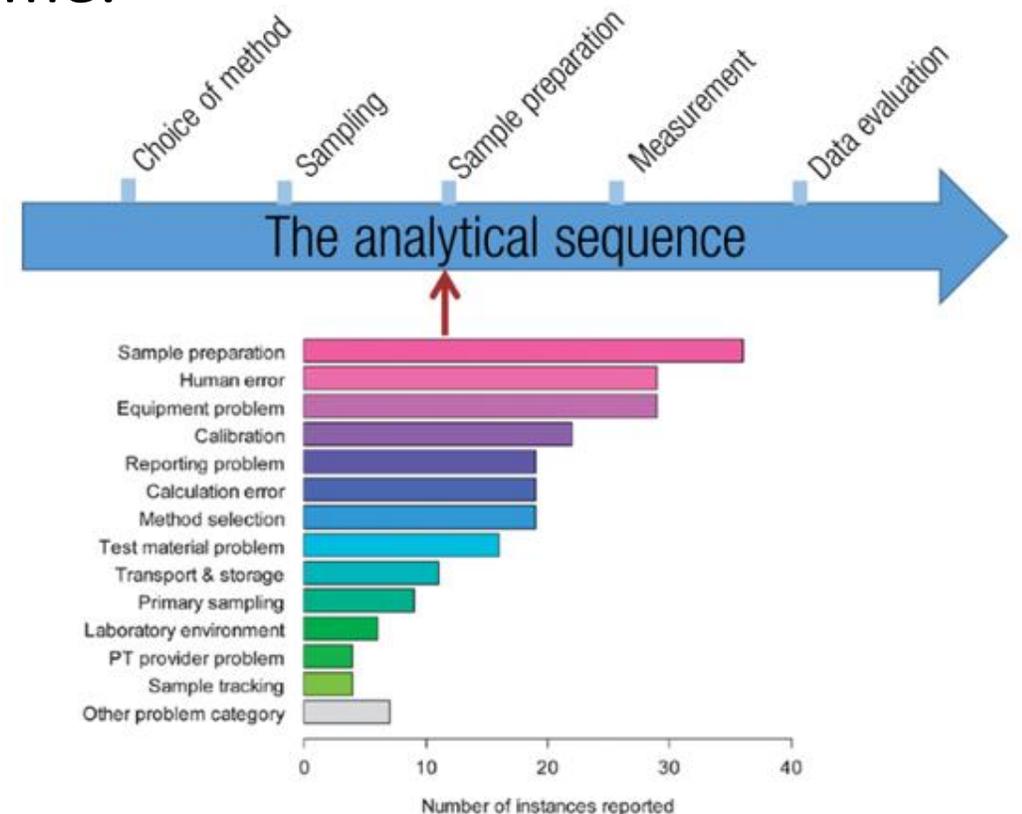


DMA-80: un nuovo metodo di analisi.

La preparazione del campione all'analisi è il procedimento da cui consegue una alta probabilità di errore come:

- Contaminazioni;
- Errori umani e strumentali;
- Perdita di campione.

Inoltre comporta un enorme impiego di tempo e costi.



DMA-80: principio di funzionamento.

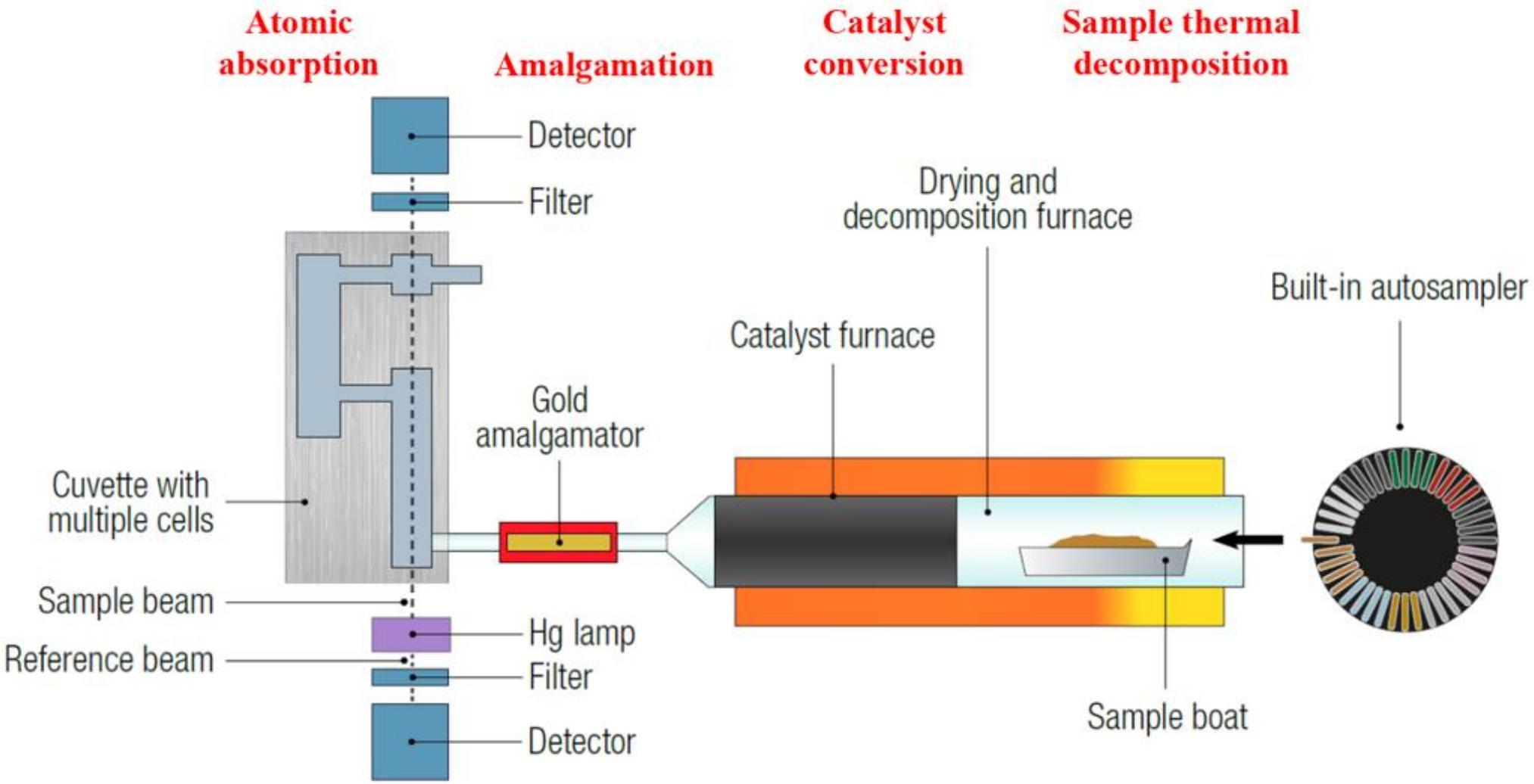
Il DMA-80 analizza il campione senza che questo abbia subito un trattamento di preparazione.

Questo strumento misura la quantità di mercurio presente nel campione grazie ad uno spettrofotometro.

Il processo seguito dallo strumento, sinteticamente, segue due fasi:

1. Riscaldamento del campione e rilascio vapori di Hg;
2. Misura dell'assorbanza dei vapori di Hg ed elaborazione dati.

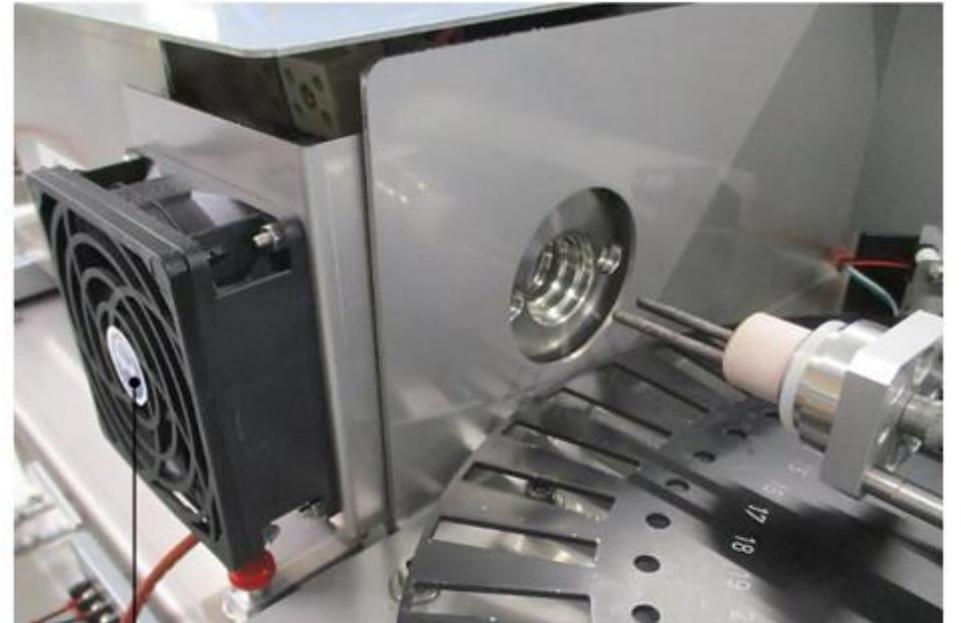
DMA-80: funzionamento.



DMA-80: la fornace.

Dopo aver caricato il campione su una navicella, detta boat, questa viene inserita dal braccio meccanico nella fornace.

La fornace ha lo scopo di scaldare il campione ad alte temperature (fino a 850°C), così da vaporizzare ogni traccia di mercurio nel campione.

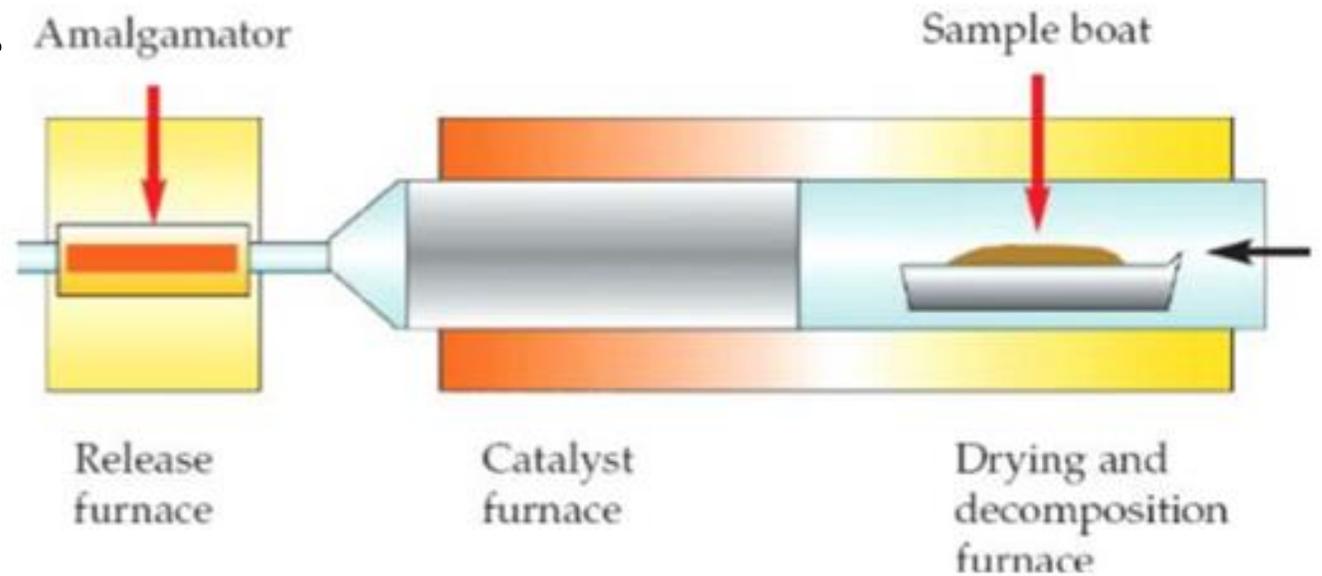


DMA-80: catalizzatore ed amalgama.

I vapori di Hg vengono trasportati da un flusso di aria in un catalizzatore a base di manganese ed ossidi di cromo.

Questo catalizzatore riduce i vapori di mercurio a Hg^0 .

Durante il riscaldamento in fornace il campione produce dei fumi che devono essere espulsi prima dello spettrofotometro perché causerebbero errori di misura.



DMA-80: catalizzatore ed amalgama.

Il flusso di aria continua a circolare, portando vapori e fumi all'amalgama di particelle d'oro.

Qui i vapori di Hg^0 vengono intrappolati dall'oro dell'amalgama.

Invece i fumi vengono trasportati via dal flusso di aria all'esterno dello strumento.

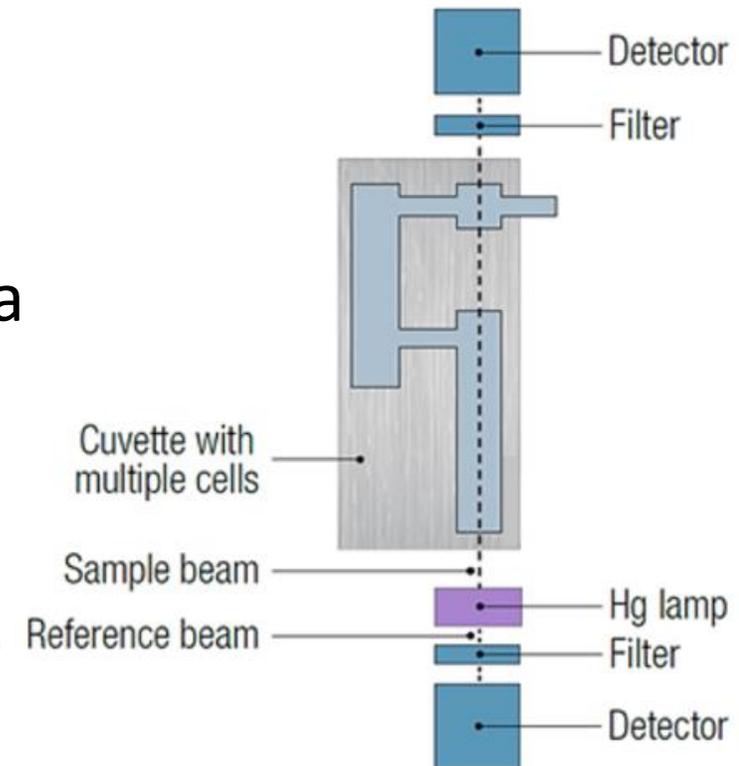
Una volta liberati i gas indesiderati, l'amalgama viene scaldata ad $850^{\circ}C$, così liberando ancora i vapori di mercurio.

DMA-80: assorbimento atomico.

Il flusso porta i vapori di mercurio rilasciati dall'amalgama attraverso le due celle di lettura dello spettrofotometro.

La prima cella legge i bassi valori di concentrazione, la seconda legge gli altri valori di concentrazione.

Lo spettrofotometro segue il principio di assorbimento atomico, la radiazione viene trasmessa dalla sorgente in due direzioni: la prima verso le celle precedenti, l'altra verso una cella: il bianco.





DMA-80: l'esperienza.

DMA-80: la taratura.

La taratura è stata effettuata grazie a delle soluzioni standard a varie concentrazioni.

Prima di cominciare si imposta il programma di taratura, poi si effettuano i prelievi di soluzione standard.

Si inseriscono i dati richiesti dal terminale (concentrazione e massa degli standards) e si avvia la misurazione.

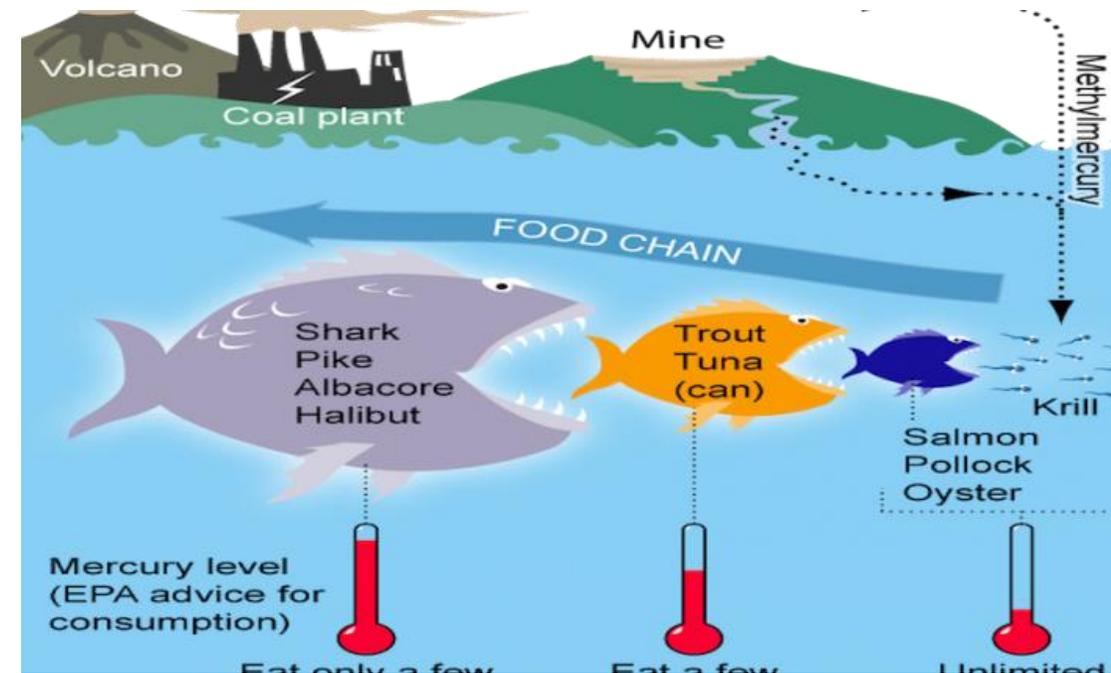
Si ripete la determinazione con ogni standards, i risultati verranno posti su grafico e comporranno la retta di taratura.

DMA-80: l'esperienza.

Durante il periodo di alternanza scuola-lavoro, abbiamo determinato la concentrazione di mercurio in vari campioni organici.

La parte centrale della ricerca si basa sulla matrice pesce.

Il mercurio è presente in questi animali perché presente nella loro alimentazione, i pesci non sono in grado di smaltire questo metallo perciò lo accumulano.



DMA-80: l'esperienza.

Per studiare al meglio la matrice, questa è stata sezionata, poi sono stati raccolti i campioni di ogni organo.

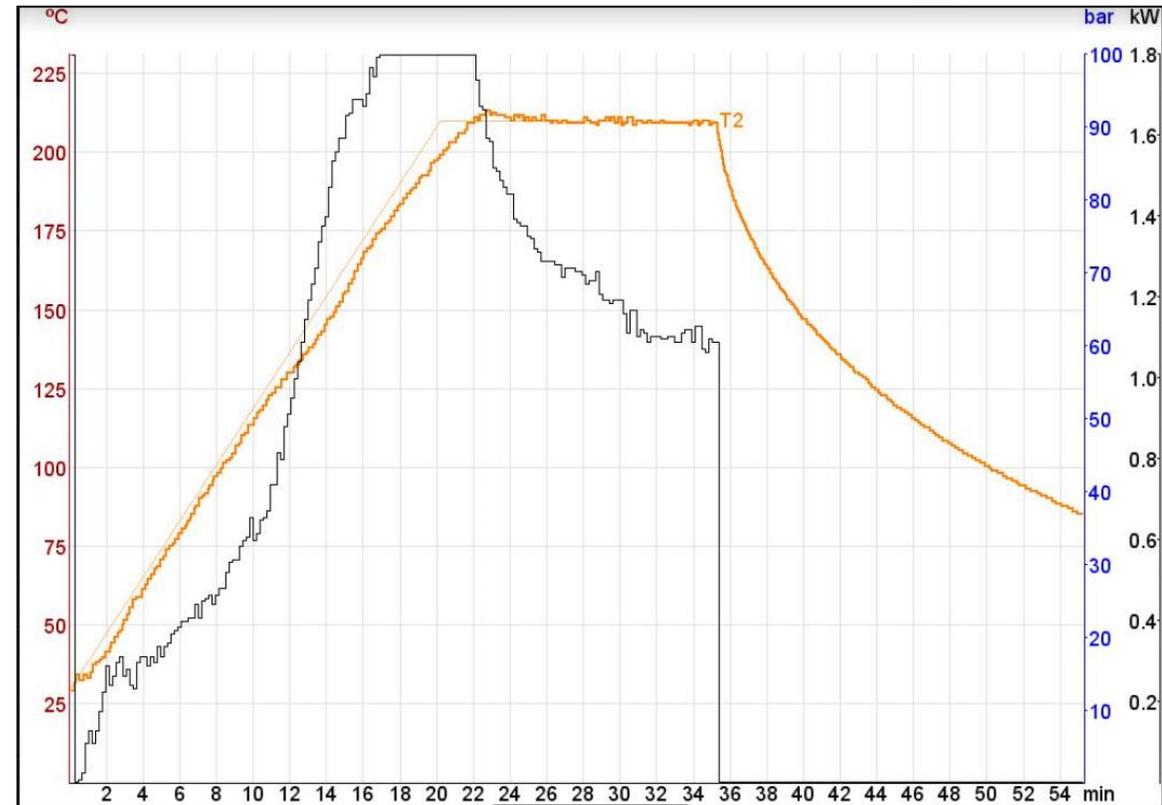
Ogni organo è stato analizzato con due metodologie:

- Con misura diretta (DMA-80);
- Con preparazione del campione (digestione).

DMA-80: misurazione diretta.

Per l'analisi diretta si sono seguiti questi step:

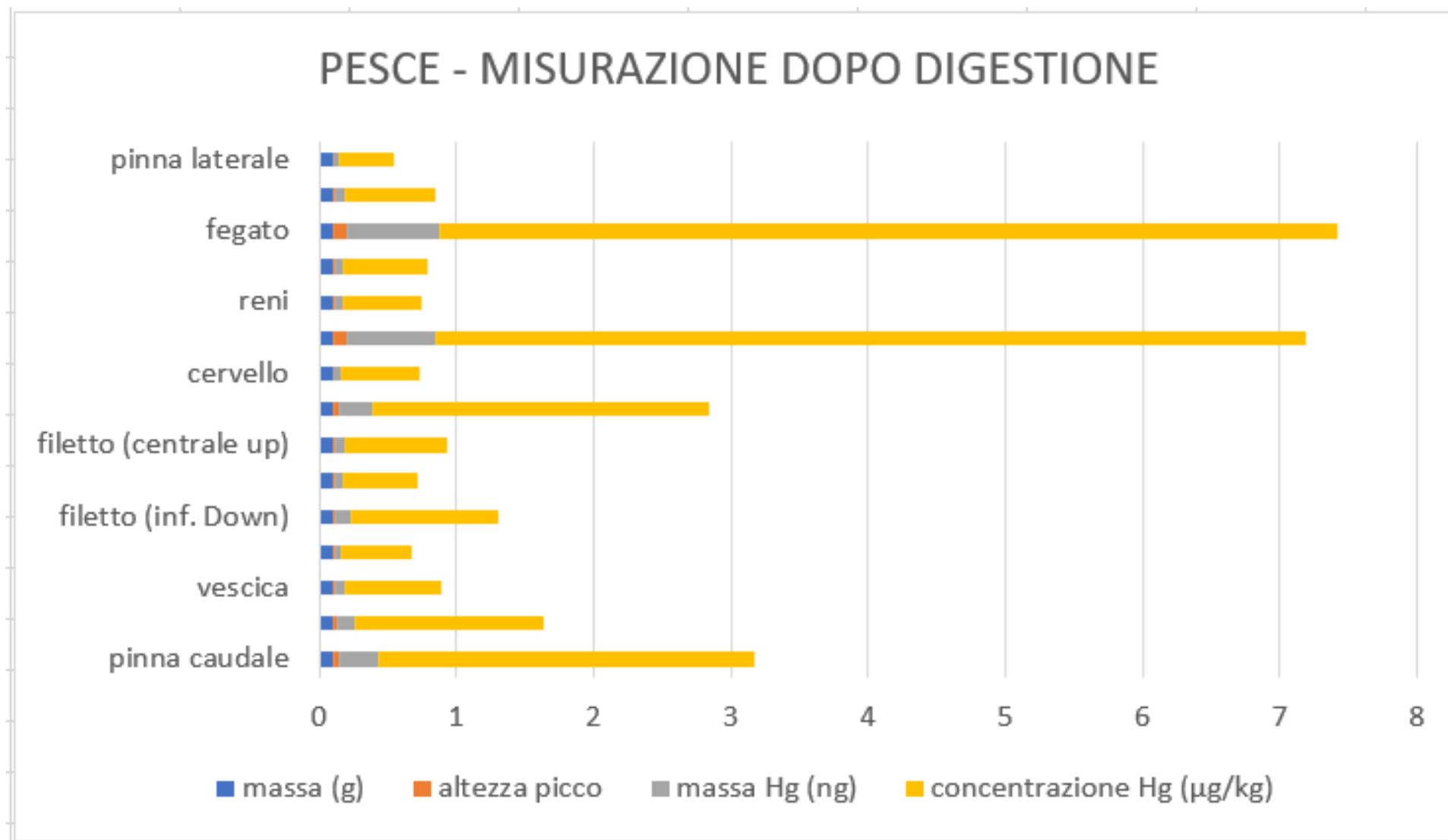
1. Taratura della navicella, si massano circa 0,050 g di campione;
2. Posizionamento della navicella nell'autocampionatore ed avvio del programma;
3. Lettura dei risultati e confronto con gli altri campioni.



DMA-80: i risultati.

RISULTATI MISURAZIONE DOPO DIGESTIONE				
campione	massa (g)	altezza picco	massa Hg (ng)	concentrazione Hg ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
pinna caudale	0,1018	0,0418	0,2804	2,7549
filetto (sup. up)	0,1021	0,021	0,1402	1,3736
vescica	0,1009	0,0107	0,0711	0,7051
branchie	0,1028	0,0079	0,0522	0,5077
filetto (inf. Down)	0,1007	0,0163	0,1084	1,0765
occhio	0,1057	0,0088	0,0584	0,5523
filetto (centrale up)	0,1034	0,0115	0,0765	0,7396
cuore	0,1001	0,0368	0,2465	2,4628
cervello	0,0984	0,0084	0,056	0,5692
pinna dorsale	0,1019	0,0949	0,6462	6,3419
reni	0,1021	0,0089	0,0588	0,5763
intestino	0,1033	0,0096	0,0636	0,6157
fegato	0,1035	0,0993	0,6772	6,5429
filetto (sup. down)	0,1035	0,0104	0,0692	0,669
pinna laterale	0,0978	0,006	0,0395	0,4039

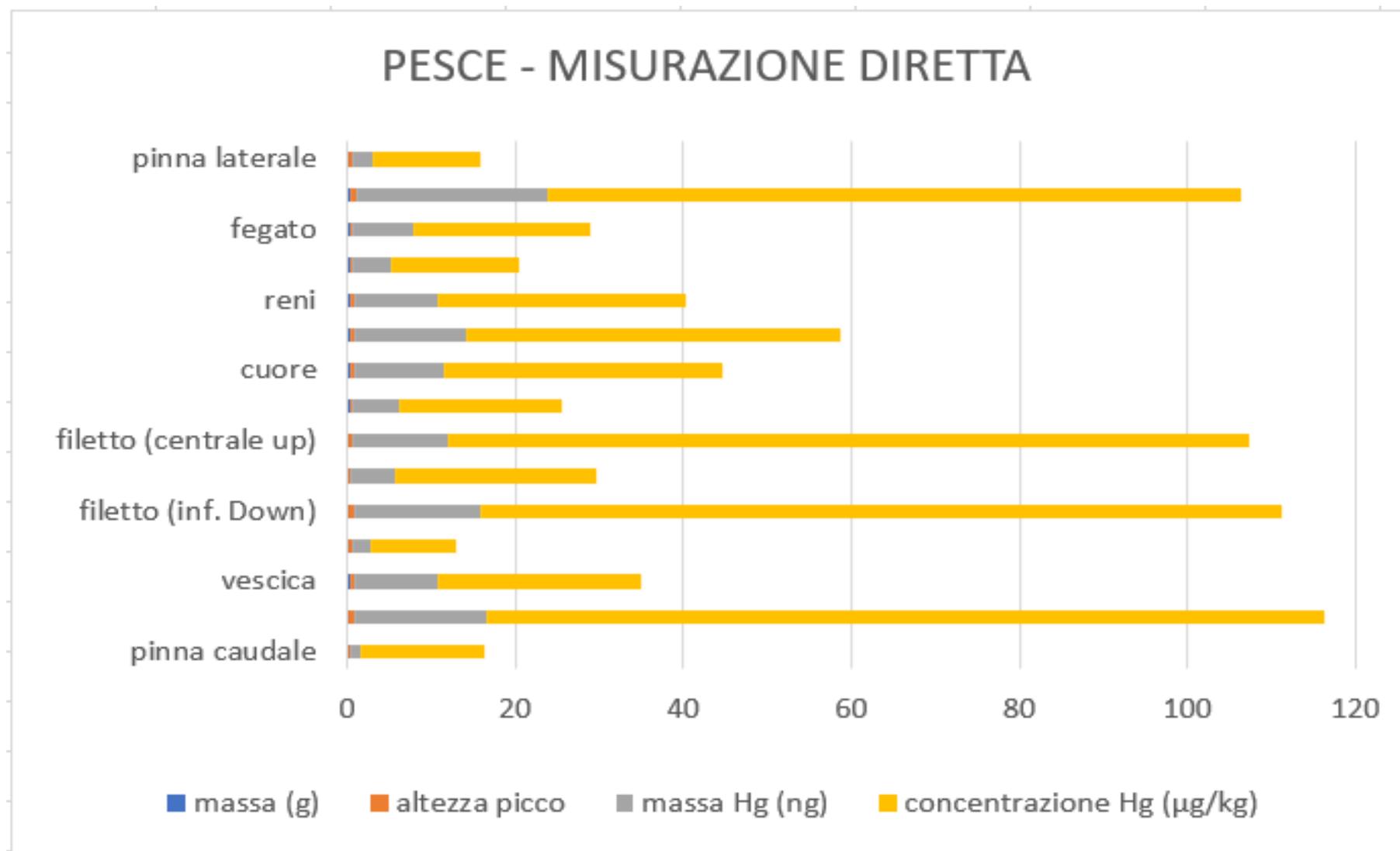
DMA-80: i risultati.



DMA-80: i risultati

RISULTATI MISURAZIONE DIRETTA				
campione	massa (g)	altezza picco	massa Hg (ng)	concentrazione Hg ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
pinna caudale	0,0865	0,1821	1,2746	14,7354
filetto (sup. up)	0,1587	0,6426	15,8001	99,5598
vescica	0,4122	0,4537	9,9401	24,1147
branchie	0,2165	0,3021	2,2052	10,1857
filetto (inf. Down)	0,1591	0,6244	15,1435	95,1822
occhio	0,2152	0,2567	5,1652	24,0019
filetto (centrale up)	0,1194	0,5058	11,3878	95,3751
cervello	0,2948	0,2809	5,7047	19,3509
cuore	0,3218	0,481	10,6862	33,2075
pinna dorsale	0,3016	0,5715	13,3736	44,3422
reni	0,335	0,4525	9,9087	29,5783
intestino	0,3001	0,2311	4,6069	15,3512
fegato	0,3342	0,3403	7,0787	21,1809
filetto (sup. down)	0,2758	0,7909	22,7319	82,4216
pinna laterale	0,1866	0,3289	2,4255	12,9984

DMA-80: i risultati.



DMA-80: confronto risultati.

CONFRONTO CONCENTRAZIONE - PESCE		
campione	concentrazione Hg ($\mu\text{g}/\text{kg}$)-misurazione dopo digestione	concentrazione Hg ($\mu\text{g}/\text{kg}$)-misura diretta
pinna caudale	2,7549	14,7354
filetto (sup. up)	1,3736	99,5598
vescica	0,7051	24,1147
branchie	0,5077	10,1857
filetto (inf. Down)	1,0765	95,1822
occhio	0,5523	24,0019
filetto (centrale up)	0,7396	95,3751
cervello	0,5692	19,3509
cuore	2,4628	33,2075
pinna dorsale	6,3419	44,3422
reni	0,5763	29,5783
intestino	0,6157	15,3512
fegato	6,5429	21,1809
filetto (sup. down)	0,669	82,4216
pinna laterale	0,4039	12,9984

DMA-80: confronto risultati.

