

# Impiego di aerosol prodotti tramite nebulizzazione ad ultrasuoni per la produzione di standard XRF per l'analisi di PMx

G. Clauser, C. Dalpiaz, A. Lucchi, P. Lazzeri\*, S. Veronesi

Agenzia Provinciale Protezione Ambiente, via Lidorno 1, 38123 Trento  
paolo.lazzeri@provincia.tn.it

## RATIONALE

X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) è una tecnica ampiamente utilizzata per l'analisi elementare del PMx raccolto su filtro (metodo EPA IO-3.3). In XRF, l'analisi quantitativa è basata su curve di taratura determinate da campioni di riferimento (RMs), idealmente particolato campionato su filtro.

In commercio esistono pochissimi campioni di questo tipo (NIST 2783, BCR 128).

Il metodo EPA IO-3.3 prevede l'uso di RMs "Micromatter", ottenuti per deposizione di materiali puri su membrana.

Altri approcci per la taratura dei sistemi XRF impiegano campioni reali, successivamente mineralizzati e analizzati in ICP, o RMs prodotti per deposizione di microdroplets. Questi approcci hanno limitazioni che ne condizionano l'uso.

## AIM

Un metodo alternativo basato sull'impiego di aerosol generati con nebulizzazione a ultrasuoni [Vanhoof et al., Adv. X-Ray Anal. 43, 449] è stato utilizzato per la taratura di uno strumento XRF. Per la validazione, i risultati XRF relativi a un discreto numero di campioni reali di PM<sub>10</sub> raccolti su teflon o quarzo sono stati confrontati con i dati ICP-MS dopo mineralizzazione.

## EXPERIMENTAL

nebulizzatore per ICP-OES Spectrosonic (Spectro) / soluzioni standard UltraScientific/Merck

ED-XRF Panalytical Epsilon5, Gd-tube, secondary polarizing targets

mineralizzazione secondo UNI-EN 14902 (HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 4:1)

ICP-MS Agilent 7700x, cella collisione, nebulizzatore MicroMist

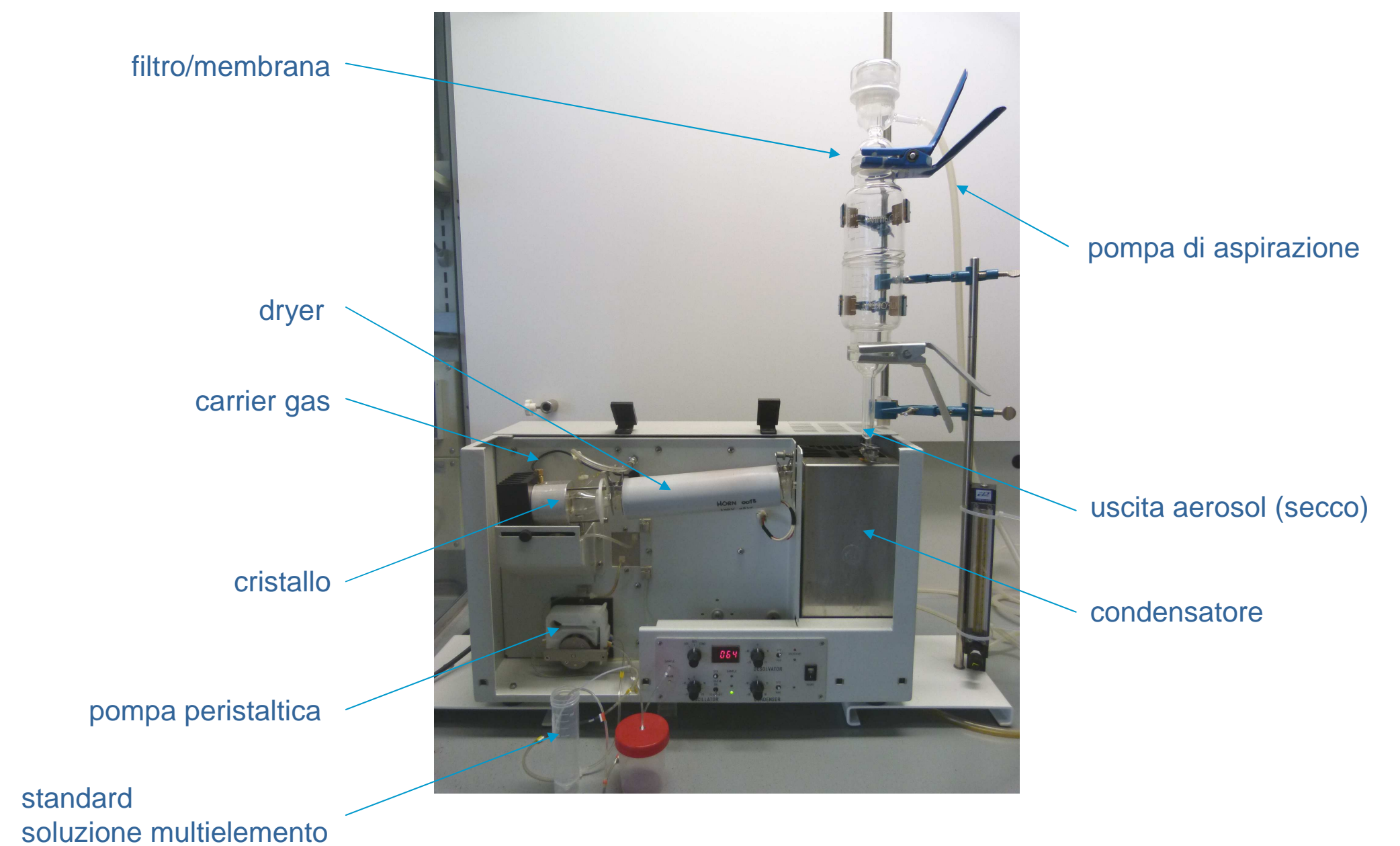
PM<sub>10</sub>, Tecora Skypost (2.3 m<sup>3</sup>/h) su teflon (PALL, 2 μm) e quarzo (Sartorius T293)

## ULTRASONIC NEBULIZER

Un onda sonora (generata da un cristallo piezoelettrico) che attraversa un liquido è in grado di rompere la tensione superficiale e di provocarne la nebulizzazione. Le dimensioni medie teoriche D dell'aerosol generato sono legate alla frequenza di oscillazione del cristallo ν, alla tensione superficiale σ e alla densità ρ del liquido:

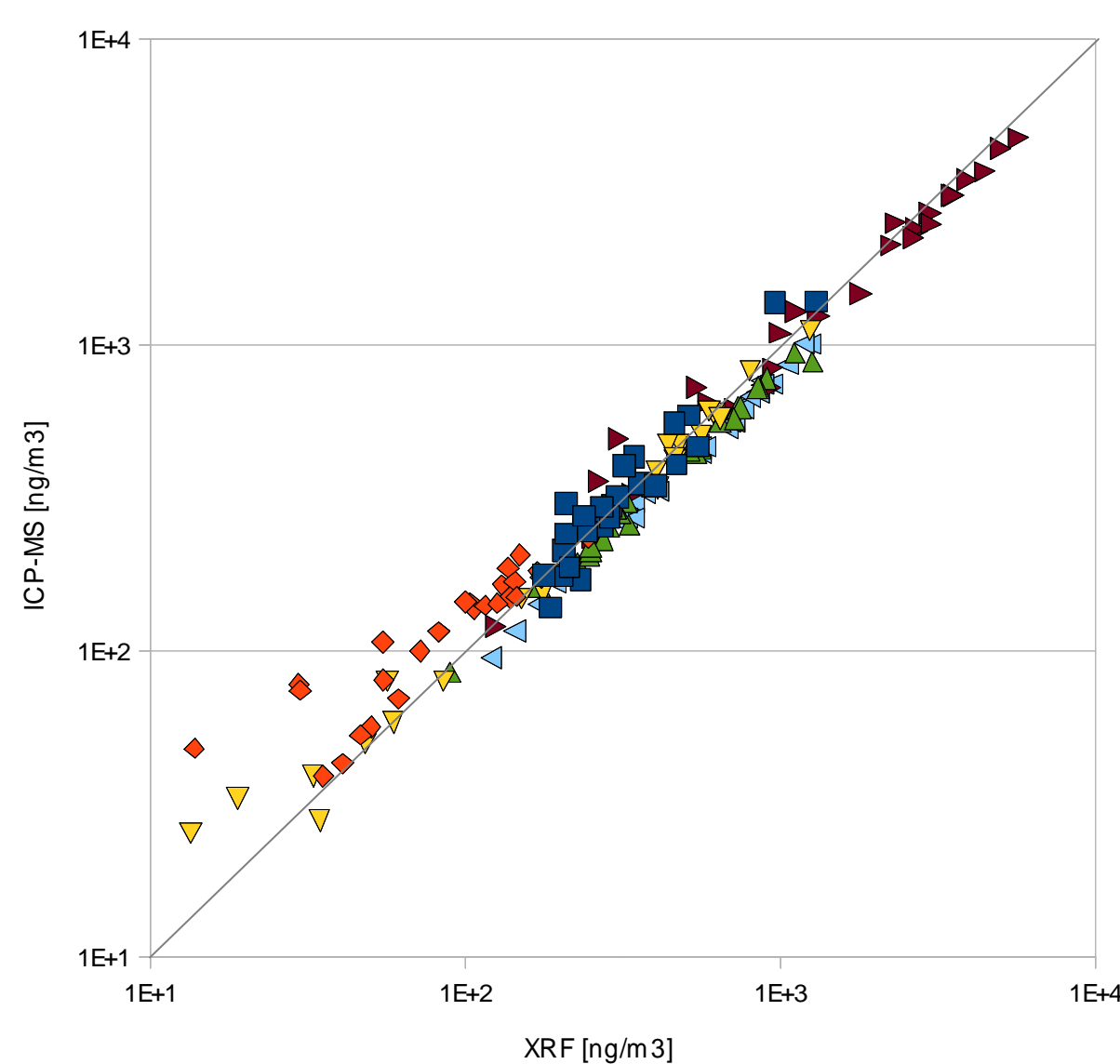
$$D = 0.34 \cdot (8 \cdot \pi \cdot \sigma / \rho \nu)^{1/3}$$

per ν = 1 MHz, D < 4 μm (acqua distillata)

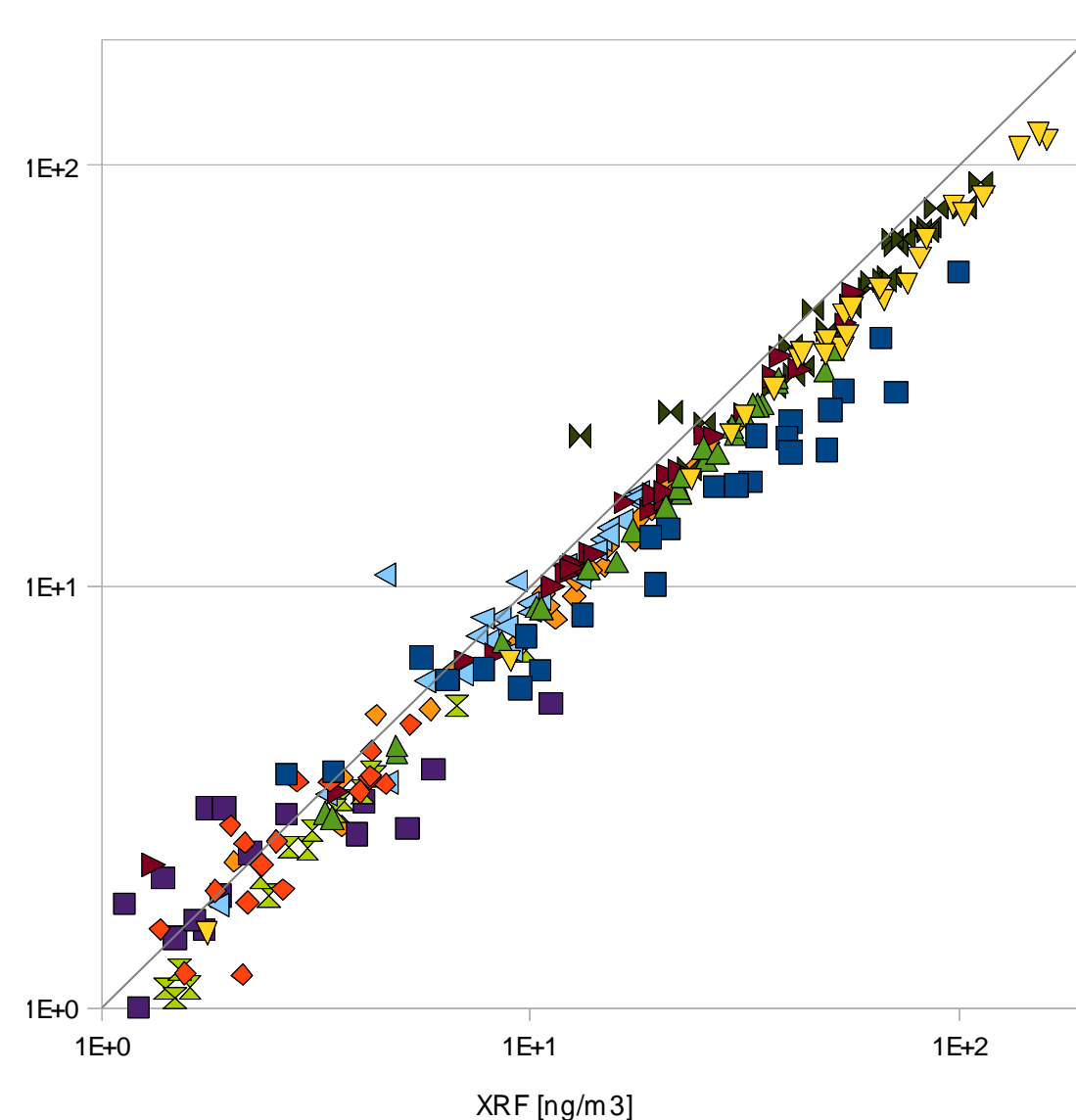


nebulizzatore per ICP-OES Spectrosonic (Spectro)  
ν = 1.35 MHz; carrier gas N<sub>2</sub> 0.4 l/min

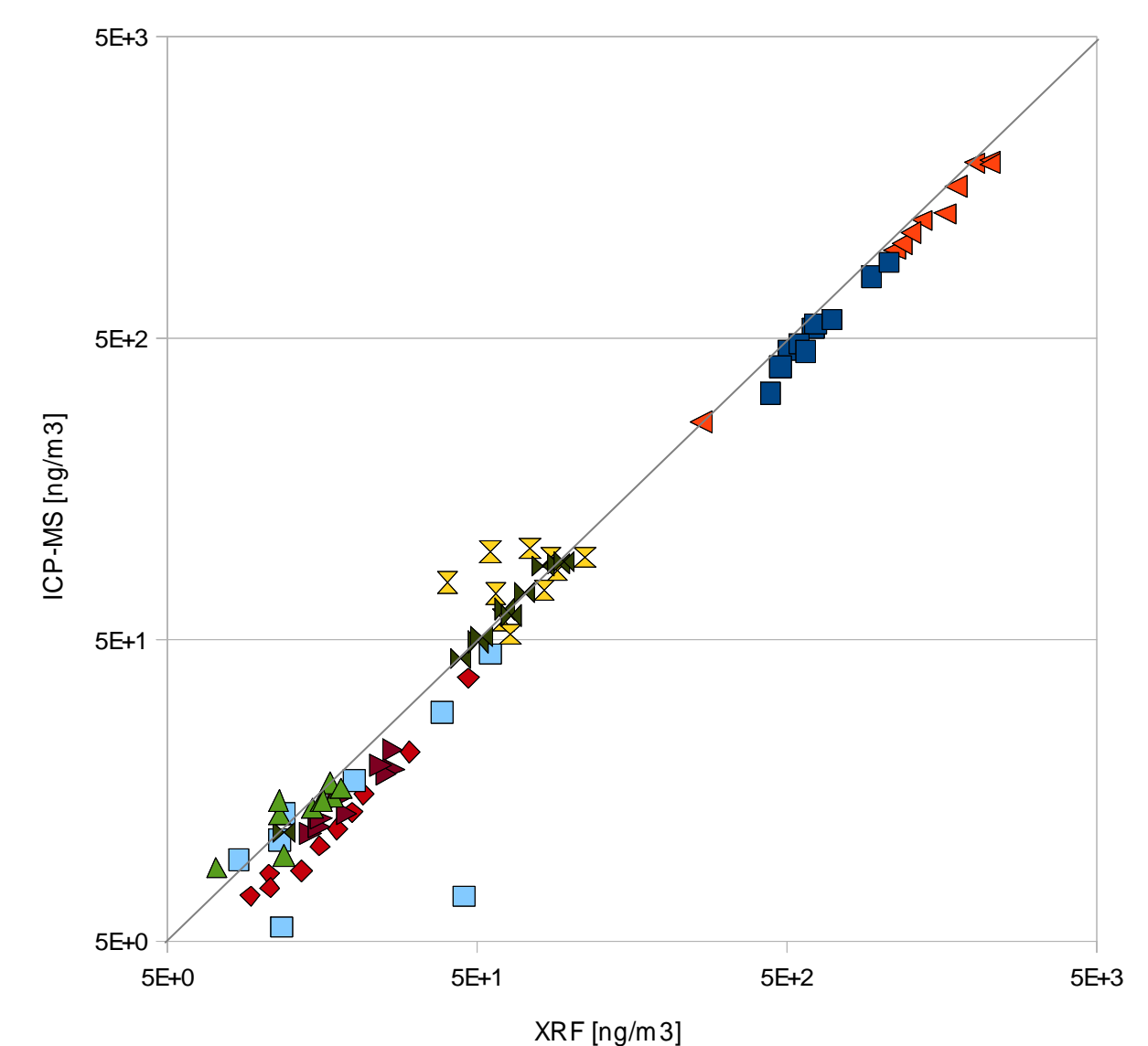
## RISULTATI



ED-XRF vs. ICP-MS, PM<sub>10</sub> su teflon



ED-XRF vs. ICP-MS, PM<sub>10</sub> su quarzo



ED-XRF, PM<sub>10</sub> campionamento parallelo teflon/quarzo

## CONCLUSIONI

Con poche eccezioni (alogeni), il sistema consente di preparare RMs

- ✓ multi-elemento
- ✓ spazialmente omogenei
- ✓ con concentrazioni selezionabili a piacere / tipiche del PM<sub>x</sub> atmosferico
- ✓ con caratteristiche fisiche proprie del particolato aerodisperso
- ✓ su qualunque substrato
- ✓ utilizzando attrezzature comunemente disponibili nei laboratori analitici

consentendo di valutare effetti matrice in XRF e interferenze spettrali reciproche.

In generale, i dati XRF e ICP-MS relativi a campioni reali sono in ottimo accordo. Questo conferma l'attendibilità del metodo di preparazione dei RMs basato su nebulizzatore a ultrasuoni.

I dati relativi a campioni raccolti su quarzo sono allineati ai dati su teflon con la sola eccezione del Cr a bassi livelli di concentrazione. XRF può essere utilizzato per l'analisi elementare di particolato raccolto su filtri di questo tipo, previa disponibilità di RMs preparati utilizzando questo substrato.