

## **SCHEDA LABORATORIO SCIENTIFICO n. 48**

**TITOLO: SPETTROMETRIA DI MASSA ISOTOPICA – ISOTOPIC MASS SPECTROMETRY**

**Responsabile:** Carmine Lubritto

**Settore/i Scientifico-Disciplinari di riferimento:**

FIS/07, AGR/05

**RADoR:** Carmine Lubritto, Giovanna Battipaglia

**Tipologia:** CHIMICO

**Gruppi afferenti: METODOLOGIE ISOTOPICHE PER I BENI AMBIENTALI, CULTURALI, BIOMEDICINA E ANALISI PER LA TRACCIABILITÀ DI PRODOTTI ALIMENTARI, ECOLOGIA E BIODIVERSITÀ DEGLI ECOSISTEMI TERRESTRI (ECOBET)**

### **LOCALIZZAZIONE E DESCRIZIONE**

- Riportare: piano terra, corpo H, (locale\*);
- dimensioni\*: (\*Il locale e le dimensioni saranno inseriti dalla Commissione)
- n. 4 postazioni di lavoro

### **ATTIVITÀ SVOLTE NEL LABORATORIO**

- Misure di spettrometria di massa isotopica con accoppiamento con Analizzatore Elementale, Gas Cromatografo e Pirolizzatore (preparazione di colonna di reazione per Analizzatore Elementale e per Pirolizzatore; preparazione filtro per acqua dell'Analizzatore Elementale)
- Estrazione collagene da ossa.
- Preparazione carboncini per misure isotopiche.
- Preparazione terreno di coltura per microalghe.
- Preparazione lisciviati acidi per test con biomassa algale.
- Preparazione malte per misure archeometriche.

### **RELAZIONE SINTETICA DESCRITTIVA DELLE ATTIVITÀ SVOLTE E DELLE MODALITÀ OPERATIVE**

- 1. Misure di spettrometria di massa isotopica con accoppiamento con Analizzatore Elementale, Gas Cromatografo e Pirolizzatore** ( preparazione di colonna di reazione per Analizzatore Elementale e per Pirolizzatore; preparazione filtro per acqua dell'Analizzatore Elementale)

Vengono effettuate misure di spettrometria di massa di rapporti isotopici e vengono realizzate attività di preparazione dei campioni.

Di seguito sono dettagliate le fasi relative all' Impacchettamento colonna di reazione per Analizzatore Elementale e per Pirolizzatore; preparazione filtro per acqua dell'Analizzatore Elementale" (come da scheda rischi chimico), perché direttamente collegate ai rischi chimici.

1. Indossare i DPI necessari (guanti di protezione in nitrile, camice).
2. Sotto cappa, procedere all'inserimento dei reagenti granulari, con apposita asta di metallo, nella colonna di quarzo o di ceramica o nel filtro per l'acqua, seguendo i quantitativi indicati da manuale.
3. Montare la colonna nell'Analizzatore Elementale o nel Pirolizzatore, a seconda del rapporto isotopico da misurare,

4. Smaltire i residui delle colonne usurate nei contenitori appositi dei rifiuti speciali

## **2. Estrazione collagene da ossa**

1. Indossare DPI necessari (camice da laboratorio, guanti). Pulire il piano di lavoro e la strumentazione necessaria (bisturi, dremel) con etanolo puro.
2. Pulire meccanicamente i reperti osteoarcheologici con l'ausilio di bisturi e/o dremel sotto cappa al fine di eliminare contaminanti esterni. Pulire gli strumenti con etanolo puro e riporli al termine del loro utilizzo. Pesare circa 500 mg di campione utilizzando una bilancia di precisione.
3. Versare 10 mL di HCl 0.5M per campione per poi porli in frigo a 5° gradi fino al completamento della demineralizzazione.
4. Sversare la soluzione acida nell'apposita tanica posta al di sotto della cappa per poi smaltirla seguendo le indicazioni fornite dal Dipartimento. Neutralizzare i campioni con risciacqui con H<sub>2</sub>O distillata, utilizzando Pipette Pasteur in vetro, fino al raggiungimento del pH=7. Smaltire le pipette Pasteur in vetro nei rifiuti speciali.
5. Procedere alla gelatinizzazione dei campioni utilizzando H<sub>2</sub>O a pH=3. Porre i campioni in stufa a 70° per 48 ore.
6. Filtrare i campioni di collagene gelatinizzato con Ezee-filter, per poi smaltirli nei rifiuti speciali.
7. Porre i campioni in freezer a -20° per 24 ore.
8. Inserire i campioni in liofilizzatore per 48/72 ore.
9. Sversare le soluzioni acide nelle apposite taniche poste sotto la cappa.
10. Pulire il piano di lavoro con etanolo puro. Smaltire i guanti nei rifiuti speciali.

## **3. Preparazione carboncini per misure isotopiche**

1. Indossare DPI necessari (camice da laboratorio, guanti). Pulire il piano di lavoro con etanolo puro.
2. Pesare il campione utilizzando una bilancia di precisione.
3. Porre una piastra riscaldante da laboratorio sotto la cappa ed accenderla a 70°.
4. Porre il campione all'interno di un becher, porre sopra la piastra e versare 10 mL di HCl 3% e lasciar agire per circa 15 minuti.
5. Rimuovere la soluzione acida con Pipette Pasteur in vetro e risciacquare il campione con acqua distillata fino al raggiungimento di pH=7.
6. Versare 10 mL di NaOH 3.2% e lasciar agire per circa 15 minuti.
7. Rimuovere la soluzione basica con Pipette Pasteur in vetro e risciacquare il campione con acqua distillata fino al raggiungimento di pH=7.
8. Versare 10 mL di HCl 3% e lasciar agire per circa 15 minuti.
9. Rimuovere la soluzione acida con Pipette Pasteur in vetro e risciacquare il campione con acqua distillata fino al raggiungimento di pH=7.
10. Porre il campione in stufa a 70° per 24 ore.
11. Sversare le soluzioni acide e basiche nelle apposite taniche poste al di sotto della cappa per poi smaltirle secondo le indicazioni di Dipartimento. Smaltire le Pipette Pasteur in vetro nei rifiuti speciali.
12. Pulire il piano di lavoro con etanolo puro. Smaltire i guanti nei rifiuti speciali.

## **4. Preparazione terreno di coltura per microalghe**

1. Indossare i DPI necessari (guanti di protezione, occhiali di protezione, camice da laboratorio).
2. Sali inorganici vengono pesati su bilance analitiche per la preparazione di soluzioni acquose.
3. Quando tutti i sali sono disciolti, si aggiunge gradualmente una aliquota di H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> per regolare il

pH fino al valore desiderato, utilizzando un pH-metro per verificarne il valore; questa fase è condotta sotto cappa aspirante, mediante l'utilizzo di opportune pipette in vetro con propipette al fine di prelevare e dosare l'acido in sicurezza.

4. Le soluzioni vengono, infine, sterilizzate mediante l'uso di autoclave.

#### **5. Preparazione lisciviati acidi per test con biomassa algale**

1. Indossare i DPI necessari (guanti di protezione, occhiali di protezione, camice da laboratorio).

2. Sotto cappa aspirante, preparare soluzioni di specifici reagenti acidi secondo il grado di molarità richiesto dal setup sperimentale. Utilizzare opportune pipette in vetro con propipette al fine di prelevare e dosare ciascun acido in sicurezza; nel caso in cui si lavori con acido fluoridrico, lavorare con plastiche.

3. Pesare la quantità di materiale solido da sottoporre a lisciviazione, mediante uso di bilancia analitica.

4. Sotto cappa aspirante, aggiungere le soluzioni acide ai solidi, avendo cura di farlo lentamente.

5. Sotto cappa aspirante, le miscele ottenute vengono poste su agitatore lineare per la durata di tempo richiesta dal setup sperimentale.

6. Sempre sotto cappa aspirante, al termine del periodo di contatto, le miscele vengono filtrate per separare il surnatante dal solido e stoccarlo in sicurezza.

#### **6. Preparazione malte per misure archeometriche**

1. Indossare i DPI necessari (guanti di protezione, occhiali di protezione, camice da laboratorio).

2. Pesare le malte da sottoporre a cracking termico mediante bilancia analitica; impacchettarle in carta d'alluminio.

3. Per il cracking termico, si lavora ponendo le malte alternativamente in azoto liquido e in stufa, utilizzando opportune pinze per maneggiare i campioni durante il processo. Durante questa fase, l'azoto liquido (un volume di circa 2L) viene stoccato in contenitori di polistirolo dotati di coperchio, al fine di lavorare in sicurezza ed evitare che l'azoto evapori troppo velocemente. Tra un passaggio e l'altro, si velocizza la disgregazione del materiale dando leggeri colpetti con un martello.

4. Al termine del processo, il materiale viene setacciato, pesato e stoccato in provette opportune.

#### **LISTA DELLE ATTREZZATURE PRESENTI:**

1. Spettrometro di Massa Isotopica
2. Computer collegato allo Spettrometro
3. Analizzatore Elementale
4. Pirolizzatore
5. GC-trace
6. Conflo IV
7. Stufa
8. Liofilizzatore
9. Piastre riscaldanti/agitanti n°2
10. Centrifughe per provette da 12 ml n°2
11. Dremel
12. Centrifuga per Falcon/ependorf
13. Incubatore con piatto oscillante
14. Agitatore lineare
15. Vortex
16. Bilancia analitica

17. Bagnetto ultrasonico

**LISTA DEI DISPOSITIVI DI PROTEZIONE GENERALE (DPG):**

1. Cappa chimica (MOMOWORK ECOAIR120 TIRAGGIO EXT)

**LISTA DEI DISPOSITIVI DI PROTEZIONE INDIVIDUALI (DPI) AD USO PERSONALE DEGLI OPERATORI (DEVONO CORRISPONDERE A QUELLI INDICATI NELLE SCHEDE DI RISCHIO CHIM/BIOLOGICO):**

- Occhiali di protezione (5)
- Guanti in nitrile (2 confezioni taglia M)
- Camice antiacido (2)

**Categorie ISI WEB di riferimento:**

02-SCIENZE FISICHE, FOREST ECOLOGY

**Categorie ERC di riferimento:**

- **PE4 Physical and Analytical Chemical Sciences**
- **PE10 Earth System Science**
  - ✓ PE10\_4 Terrestrial ecology, land cover change
  - ✓ PE10\_6 Paleoclimatology, paleoecology
  - ✓ PE10\_9 Biogeochemistry, biogeochemical cycles, environmental chemistry)
- **LS8 Environmental Biology, Ecology and Evolution**
  - ✓ LS8\_1 Ecology (theoretical, community, population, microbial, evolutionary ecology)
  - LS9\_7 Forestry, biomass production (e.g. for biofuels)
- **SH6 The Study of the Human Past**
  - ✓ SH6\_1 Archaeology, archaeometry, landscape archaeology
  - PE10(PE10\_3 Climatology and climate change

[SCHEDE DI SICUREZZA](#)