

c.n.r. istituto di ricerca sulle acque

Metodi analitici

per le acque

notiziario

ISSN: 0392-1425

Anno 4 - N. 2

Aprile-Giugno 1984

- Metodo rapido per la determinazione di nitrati nelle acque naturali e di scarico (A. De Paolis, G.F. Gaggino e S. Galassi)
- Riduzione dell'azoto nitrico ad azoto nitroso mediante spugna di cadmio e successiva determinazione mediante sulfanilammide e α -naftiletildiammina (G. Sarritzu, T. La Noce e A. Liberatori)
- Manuale di metodi d'analisi per acque di mare. Stato dell'arte.
- Indice generale del manuale sui «Metodi analitici per le acque»
- Indice generale del manuale sui «Metodi di analisi per acque di mare»

- *Rapid method for the nitrate determination in natural and waste water (A. De Paolis, G.F. Gaggino and S. Galassi).*
- *Nitrate - nitrite reduction by cadmium sponge and nitrite determination by sulfanilamide and α -naphthylethylenediamine (G. Sarritzu, T. La Noce and A. Liberatori)*
- *Handbook for seawater analysis. State of the art.*
- «Metodi analitici per le acque» (Handbook for Water Analysis). General Index.
- «Metodi di analisi per acque di mare» (Handbook for Seawater Analysis). General Index.

Notiziario di informazioni scientifico-tecniche dell'Istituto di Ricerca sulle Acque del C.N.R.
Direzione e Redazione: Istituto di Ricerca sulle Acque. Via Reno, 1 - 00198 Roma - Tel. 06/841451 - Telex IRSAL 614588
Comitato di Redazione: Luigi Campanella, Tullio La Noce, Alfredo Liberatori
Segreteria di Redazione: Mario Barboni, Giuliana De Giovanni, Ornella Malaguti - Grafico: Piero Fusco

La riproduzione è autorizzata a condizione che venga citata la fonte:
C.N.R. - ISTITUTO DI RICERCA SULLE ACQUE - ROMA

Con questo Notiziario trimestrale l'Istituto di Ricerca sulle Acque del CNR intende dare un contributo alla divulgazione ed al trasferimento dei risultati di studi relativi all'ammodernamento ed aggiornamento dei metodi ufficiali di analisi degli inquinanti nelle acque, con riferimento allo sviluppo di nuove tecniche analitiche, alla determinazione di nuovi indici, alla definizione ed ai rimedi per nuove interferenze. In tal senso il Notiziario si rivolge ai laboratori di analisi e controllo pubblici e privati ed ai centri di ricerca specializzati nel settore dell'analisi delle acque ai quali intende fornire un utile strumento di lavoro.

NORME REDAZIONALI

1. Il Notiziario accoglie lavori originali, contributi e comunicazioni a carattere sperimentale e applicativo, reviews e informazioni su attività relative alle metodologie applicate all'analisi delle acque. Inoltre pubblica rubriche speciali dedicate a particolari argomenti di carattere ambientale ivi incluse normative nazionali e comunitarie. I lavori vengono sottoposti per l'approvazione al Comitato di Redazione che provvederà a comunicare agli autori il proprio parere in merito.

2. I testi dei lavori debbono pervenire in originale, dattiloscritti con interlinea due e debbono essere corredati da: 1) il titolo del lavoro; 2) i nomi completi degli Autori e dei rispettivi enti di appartenenza; 3) un breve riassunto (non più di 10 righe) in italiano e in inglese.

3. Il materiale illustrativo deve essere di ottima qualità e consistere in originali disegnati con inchiostro di china su carta non millimetrata, oppure copie eliografiche o fotografiche, oppure fotografie in bianco e nero, possibilmente su carta opaca. Figure (Fig.) e tabelle (Tab.) debbono avere la relativa didascalia, essere numerate progressivamente con numeri arabi e richiamate nel testo.

È preferibile non appesantire le figure con scritte esplicative, che trovano migliore collocazione nella didascalia a piè pagina con numerazione di richiamo nella figura.

4. La Bibliografia sarà riportata alla fine del testo e dovrà essere ordinata alfabeticamente indicando, nel seguente ordine, il cognome e le iniziali del nome di tutti gli Autori, l'anno di pubblicazione, possibilmente il titolo dell'articolo, il titolo del periodico, il numero del volume, la prima e l'ultima pagina del lavoro.

La Bibliografia dovrà essere citata nel testo indicando il cognome degli Autori e l'anno di pubblicazione di ciascun lavoro.

Per l'abbreviazione dei titoli dei periodici si prega di attenersi alle norme internazionali oppure si consiglia di citarli per esteso.

METODO RAPIDO PER LA DETERMINAZIONE DI NITRATI NELLE ACQUE NATURALI E DI SCARICO

A. De Paolis, G.F. Gaggino e S. Galassi

*Reparto Sperimentale di Idrobiologia Applicata all'Inquinamento delle Acque
Istituto di Ricerca sulle Acque - CNR (Brugherio)*

Riassunto

Viene proposto un metodo per la determinazione dei nitrati, in campioni d'acqua di diversa natura, basato sull'impiego di HPLC. Vengono riportati, inoltre, i risultati di alcune prove condotte su campioni di acqua naturale e di scarico in comparazione con il metodo u.v.

Summary

A HPLC method for nitrate determination in different water samples (rivers, tap water, wastes) is described and compared with the u.v. method.

1. Generalità

La gran parte dei metodi ufficiali attualmente in vigore per la determinazione dei nitrati in campioni acquosi di differente natura utilizza tecniche colorimetriche, prevedendo reazioni con agenti complessanti per la formazione di gruppi cromofori.

Nel caso di campioni acquosi ad elevata salinità è necessario adottare un metodo alternativo che sfrutta la riduzione dei nitrati a nitriti e la successiva determinazione dell'azoto nitroso.

Le tecniche colorimetriche, per le procedure relativamente complesse e per l'alta incidenza di sostanze interferenti risultano difficoltose. Recentemente è stato proposto un metodo di analisi dello ione nitrate che si basa sulla lettura diretta a 220 nm mediante spettrofotometria u.v.

Tale procedura risulta, però, di difficile applicazione nel caso delle acque di scarico a causa delle interferenze dovute alla presenza di sostanze organiche disciolte che assorbono nella stessa zona dello spettro u.v. Il metodo che viene proposto elimina tali interferenze in quanto la lettura dell'assorbanza è preceduta da una separazione cromatografica mediante HPLC (high performance liquid chromatography).

2. Principio del metodo

Il metodo si basa sulla misura dell'assorbanza nello spettro u.v. a 220 nm previa separazione cromatografica mediante HPLC con colonna tipo reverse phase.

3. Campo di applicazione

Il metodo può essere applicato a qualunque tipo di acqua naturale e alle acque di scarico. L'intervallo di concentrazione utile, senza necessità di diluizione, è compreso tra 1 e 20 mg/l di azoto nitrico.

4. Interferenze e cause di errore

Possono interferire ioni inorganici come nitriti, cromo esavalente, carbonati (oltre 1 g/l) e solventi organici che assorbono a 220 nm e che presentano lo stesso tempo di ritenzione cromatografica dei nitrati presenti nell'acqua.

5. Campionamento e conservazione del campione

Il prelievo e la conservazione del campione devono essere effettuati in accordo con quanto previsto dal Manuale IRSA: «Metodi di campionamento per il controllo delle acque di scarico».

6. Apparecchiature

Cromatografo liquido ad alta risoluzione, tipo Varian 5000, con rivelatore spettrofotometrico e registratore grafico o altro sistema di registrazione.

7. Reattivi

7.1 Acqua bidistillata fresca, esente da nitrati, in seguito indicata come acqua.

7.2 Nitrato di potassio: reagente puro per analisi.

7.3 Soluzione standard di KNO_3 .

Sciogliere in acqua e portare ad un litro in matraccio tarato 0,7218 g di KNO_3 (7.2) pesati esattamente e precedentemente essiccati a 105 °C per 24 ore (conservati in essiccatore).

7.4 Acetonitrile: reagente puro per HPLC.

8. Condizioni cromatografiche

- flusso: 1 ml al minuto.
- eluente: acetonitrile + acqua (95 + 5)

— colonna: Micropak MCH-5-N-CAP (fase legata C_{18}), 4 mm I.D. (diametro interno) x 0.25 inch O.D. (diametro esterno) x 15 cm (lunghezza).

— 10 μ l di soluzione acquosa di nitrati vengono introdotti mediante siringa in colonna, con una valvola tipo Rheodyne. L'eluizione della soluzione acquosa di nitrato avviene in 1,06 minuti.

9. Taratura

Vengono preparate una serie di soluzioni contenenti rispettivamente 0,0-1,0-2,5-5,0-7,5-10-15-20 mg/l di $N-NO_3$ preparate a partire dalla soluzione 7.3.

Per ciascuna soluzione vengono iniettati 10 μ l. Tutte le misure sono effettuate in doppio. Le altezze medie dei picchi vengono riportate in grafico in funzione della corrispondente concentrazione.

La retta di taratura deve essere ripetuta per ogni serie di determinazioni. Un esempio di retta di taratura è riportato in Fig. 1.

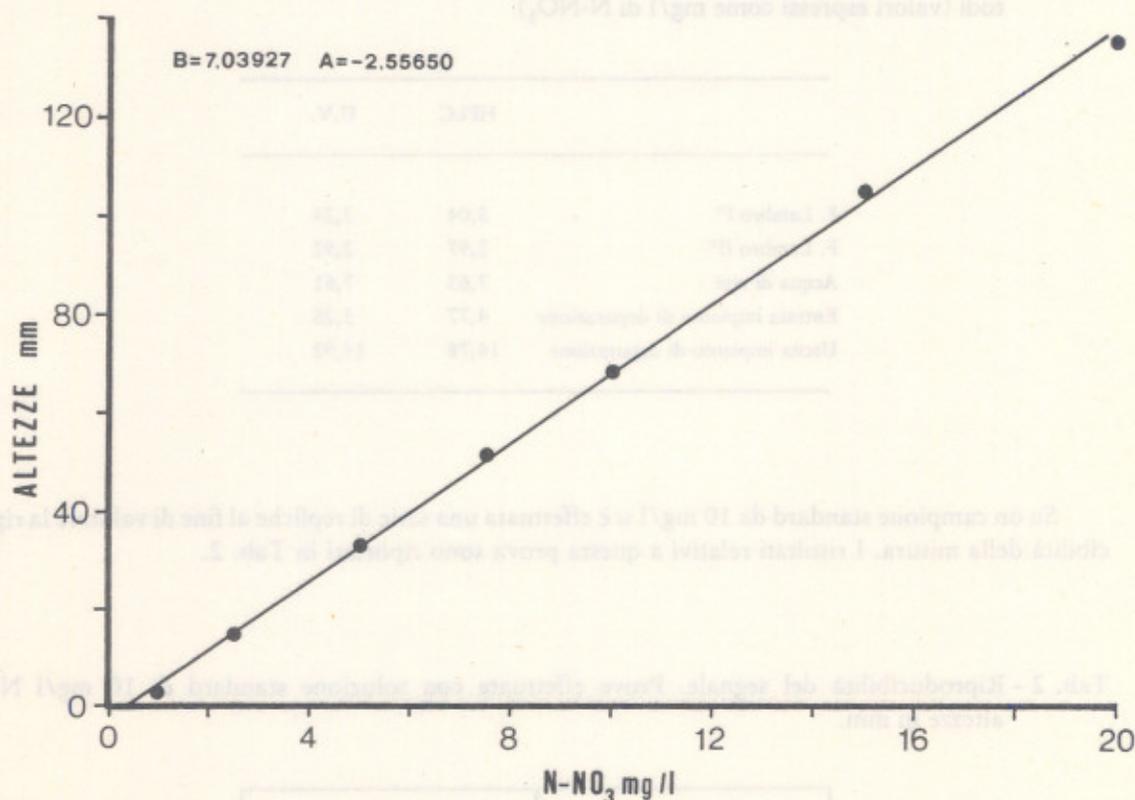


Fig. 1 - Retta di taratura.

10. Determinazione

In presenza di solidi sospesi il campione deve essere preventivamente filtrato su membrane filtranti a porosità di 0,45 μ m. I campioni limpidi possono essere analizzati direttamente.

11. Applicazioni e risultati

Il metodo è stato applicato all'analisi di acque di diversa tipologia:

- Acqua di rete,
- Fiume Lambro,
- Refluo urbano misto prima dell'impianto di trattamento,
- Effluente dell'impianto di trattamento.

Parallelamente i campioni sono stati analizzati con il metodo spettrofotometrico u.v.

I valori di azoto nitrico ottenuti con i due metodi sono riportati in Tab. 1. Come si può osservare esiste una buona corrispondenza nei valori di nitrati determinati con i due metodi ad eccezione del campione relativo al reflujo urbano prima dell'impianto di trattamento.

In questo caso la determinazione u.v. risultava non accettabile per la presenza di un forte assorbimento a 275 nm determinato dalla sostanza organica.

Tab. 1 - Contenuto di nitrati in alcuni campioni di acqua naturale e di effluenti: confronto fra i due metodi (valori espressi come mg/l di N-NO₃)

| | HPLC | U.V. |
|---------------------------------|-------|-------|
| F. Lambro I° | 3,04 | 3,24 |
| F. Lambro II° | 2,97 | 2,92 |
| Acqua di rete | 7,63 | 7,61 |
| Entrata impianto di depurazione | 4,77 | 5,26 |
| Uscita impianto di depurazione | 14,78 | 14,92 |

Su un campione standard da 10 mg/l si è effettuata una serie di repliche al fine di valutare la riproducibilità della misura. I risultati relativi a questa prova sono riportati in Tab. 2.

Tab. 2 - Riproducibilità del segnale. Prove effettuate con soluzione standard di 10 mg/l N-NO₃, altezze in mm.

| | | | |
|---|----|-----------|-------|
| 1 | 67 | 6 | 65 |
| 2 | 66 | 7 | 65 |
| 3 | 62 | | |
| 4 | 64 | \bar{x} | 64,57 |
| 5 | 63 | d.s. | 1,70 |

Conclusioni

Da quanto esposto si può dedurre che la tecnica proposta presenta un ampio campo di applicazione, buona riproducibilità ed un limitato numero di interferenze. Il procedimento è molto semplice, non richiede l'uso di reattivi particolari è molto rapido e utilizza un'apparecchiatura già affermata per altre applicazioni.

La metodologia proposta si dimostra particolarmente indicata per il controllo di acque reflue, sia perché elimina le interferenze dovute alla presenza di sostanze organiche, sia perché consente la determinazione di concentrazioni abbastanza elevate di nitrati senza effettuare diluizioni.

Bibliografia

- APHA, AWWA, WPCF (1980): *Standard methods for the examination of water and wastewater*, 15^a ed. (Washington, APHA).
- ISTITUTO DI RICERCA SULLA ACQUE (1977): «Metodi di campionamento per il controllo delle acque di scarico», *Quad. Ist. Ric. Acque*, 11 (4).
- SARRITZU, G.; LA NOCE, T. & LIBERATORI, A. (1983): «Determinazione dei nitrati mediante potenziometria con elettrodo a membrana liquida», *Notiz. Metodi Anal. acque*, 3(3), 39.
- STRICKLAND, J.D.H. & PARSONS, J.R. (1972): *A practical handbook of seawater analysis*, (Ottawa, Fisheries Research Board of Canada).

RIDUZIONE DELL'AZOTO NITRICO ED AZOTO NITROSO MEDIANTE SPUGNA DI CADMIO E SUCCESSIVA DETERMINAZIONE MEDIANTE SULFANILAMMIDE E α -NAFTILETILENDIAMMINA

G. Sarritzu (*), T. La Noce (**), e A. Liberatori (**)

(*) Laboratorio di Igiene e Profilassi (Cagliari)

(**) Istituto di Ricerca sulle Acque - CNR (Roma)

Riassunto

In questo lavoro sono riportati i risultati delle prove effettuate sulla riduzione dell'azoto nitrico ad azoto nitroso mediante spugna di cadmio impiegando poi, per la determinazione analitica, il metodo alla sulfanilammide e alla α -naftiletilediammina. Sono anche riportati i dati di precisione e accuratezza ottenute dall'analisi di campioni preparati in laboratorio in assenza e in presenza di concentrazioni crescenti di possibili sostanze interferenti.

Summary

In this paper the results of reduction tests from nitric to nitrous-nitrogen by cadmium sponge are reported. The analytical determinations have been performed by sulfanilamide and α -naphthylethylenediamine method. Both precision and accuracy have been also evaluated from the analyses of samples containing increasing concentrations of supposed interfering substances.

1. Introduzione

Nel campo degli studi ambientali e nel controllo degli scarichi industriali e domestici risulta di grande interesse la stima delle varie forme di azoto. Tra queste una delle più importanti è l'azoto nitrico che può essere determinato, dopo una riduzione ad azoto nitroso, mediante diazotazione con sulfanilammide e copulazione con α -naftiletilediammina (I.R.S.A., 1981).

Nei metodi ufficiali la riduzione viene effettuata impiegando una colonna di cadmio (Strickland and Parsons, 1972) o, meglio, una colonna impaccata con rame e cadmio attivato (EPA, 1979; APHA, 1980). Tuttavia l'utilizzazione di metodi, che prevedono per la riduzione l'impiego di una colonna, risulta poco pratico a causa dei tempi di analisi abbastanza elevati e della progressiva diminuzione dell'efficienza delle colonne durante il processo di riduzione.

Per questi motivi è stata esaminata la possibilità di operare la riduzione trattando e agitando il campione in presenza di spugna di cadmio preparata come descritto al paragrafo successivo.

Successivamente sono stati affrontati anche i problemi relativi alla precisione e all'accuratezza del metodo d'analisi su campioni preparati in laboratorio in presenza o meno di sostanze delle quali è possibile ipotizzare un effetto interferente.

2. Preparazione e utilizzazione della spugna di cadmio per la riduzione dei nitrati

Sciogliere 20 g di $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ in 100 ml di acqua, immergere nella soluzione alcune verghe di zinco elettrolitico ed attendere una ventina di ore. La spugna di cadmio che si forma sulla superficie delle verghe, viene asportata dalle stesse e sminuzzata con macinino fino alla consistenza finissima impalpabile, indi trattata con HCl 0,1 N ripetutamente per consentire l'allontanamento delle tracce di N -nitrico e nitroso, contenute come impurezze nel sale di Cd, quindi lavata con acqua fino alla completa eliminazione dei cloruri. La spugna così preparata va conservata sotto un battente d'acqua.

La spugna di cadmio utilizzata si può rigenerare mediante lavaggi con HCl 0,1 N e quindi con acqua.

I risultati più ripetibili si ottengono quando viene utilizzata la spugna finemente suddivisa entro mezz'ora dall'operazione di attivazione.

Un accorgimento adottato per la raccolta della frazione più fine consiste nel prelevare le particelle più leggere in sospensione durante una debole agitazione dell'intera massa sminuzzata.

3. Riduzione dell'azoto nitrico ad azoto nitroso

A 50 ml di campione in una beuta vengono aggiunti 10 ml di soluzione di tampone ammoniacale (soluzione di idrossido d'ammonio 1N) e 3 di spugna di cadmio (peso umido). Chiudere la beuta e mantenere l'agitazione per 15 minuti.

4. Risultati e discussione

È stata verificata l'efficienza della spugna di cadmio ottenuta con il procedimento descritto al punto 2 e utilizzata alle condizioni operative indicate al punto precedente su campioni aventi differenti concentrazioni di azoto nitrico e confrontando i valori di assorbanza ottenuti con quelli di corrispondenti soluzioni standard di azoto nitroso (Tab. 1).

Tab. 1 - Prove di efficienza della riduzione con spugna di cadmio

| Concentrazione in azoto ($\mu\text{g}/\text{l}$) | Assorbanza dell'azoto nitroso (soluzioni standard) | Assorbanza dell'azoto nitrico (dopo riduzione) | Scarto (%) |
|--|--|--|---------------|
| 10 | 0,035 | 0,040 | + 14 |
| 50 | 0,190 | 0,195 | + 2,6 |
| 100 | 0,350 | 0,370 | + 5,7 |
| 150 | 0,490 | 0,480 | - 2,1 |

Una volta provata l'applicabilità del metodo su campioni «puliti» si è passati alla valutazione dei possibili effetti derivanti da sostanze di cui può essere ipotizzata la presenza in acque naturali e di scarico.

Una tipica causa di errore nelle determinazioni colorimetriche è costituita dalla torbidità. Sono stati preparati campioni con varie quantità di farine fossili e una quantità fissa di azoto nitrico; l'interferenza è stata totalmente rimossa ricorrendo alla filtrazione.

Tra le sostanze organiche è stata studiata l'interferenza dell'aldeide formica, il cui effetto è risultato nullo fino a una concentrazione di 20 mg/l.

Successivamente è stato studiato l'effetto di solventi organici (tra questi è stata presa in esame la trielina); è stato evidenziato che volumi crescenti da 0,5 a 5 ml di trielina per litro d'acqua non producono alcun effetto apprezzabile nella determinazione di 100 $\mu\text{g/l}$ di azoto nitrico. Analogamente 1 - 5 - 10 mg di fenolo in un litro di acqua non danno alcun effetto nella determinazione dell'azoto nitroso in soluzioni aventi una concentrazione di 100 $\mu\text{g/l}$.

Interferiscono negativamente gli oli minerali, per concentrazioni superiori a 5 mg/l, e quanto l'azoto nitrico è determinato a concentrazioni di 100 $\mu\text{g/l}$ (Tab. 2).

Tab. 2 - Effetto degli oli minerali nella determinazione dell'azoto nitrico

| Concentrazione di azoto nitrico ($\mu\text{g/l}$) | Concentrazione di olio lubrificante (mg/l) | Assorbanza |
|---|--|------------|
| 100 | 0 | 0,370 |
| 100 | 1 | 0,365 |
| 100 | 2,5 | 0,372 |
| 100 | 5 | 0,345 |
| 100 | 50 | 0,315 |

Un particolare interesse è stato rivolto allo studio degli effetti provocati dalla presenza di sostanze tensioattive; sono state effettuate aggiunte di tensioattivi cationici, anionici e non ionici a soluzioni di azoto nitrico alla concentrazione di 100 $\mu\text{g/l}$.

Per concentrazioni in tensioattivi anionici comprese tra 0,1 e 10 mg/l, non si è riscontrato alcun effetto. Una forte depressione del segnale è stata riscontrata soltanto per concentrazioni di tensioattivi anionici notevolmente elevate (50 - 100 mg/l); tale interferenza, che, peraltro, può essere limitata trattando il campione con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ o $\text{Al}(\text{OH})_3$, è stata riscontrata anche nelle determinazioni dell'azoto nitroso, indicando quindi che proprio la reazione di diazotazione-copulazione risulta disturbata dai tensioattivi anionici.

È stato inoltre evidenziato che, per soluzioni di azoto nitrico di 100 $\mu\text{g/l}$, i tensioattivi cationici interferiscono già per concentrazioni di 1 mg/l provocando un abbassamento del segnale del 50%.

Infine è stato studiato l'effetto dell'aggiunta di tensioattivo non ionico a 100 $\mu\text{g/l}$ di azoto nitrico; è stata evidenziata l'interferenza negativa come è mostrato in Tab. 3.

Un parziale superamento di questa interferenza è stato già ottenuto con le prime prove di trattamento con carbone attivo, mantenendo l'agitazione magnetica per 60 minuti; operando in questo modo l'assorbanza è passata da 0,050 a 0,220.

Infine sono iniziate le prove sulle interferenze da metalli; i primi risultati sono in accordo con quanto già riportato nei metodi ufficiali che riportano gli effetti negativi di metalli che agiscono sulla efficienza della riduzione. Nelle Tabb. 4 e 5 sono riportati gli effetti di quantità variabili di ferro e manganese nella

determinazione di 100 $\mu\text{g/l}$ di N - NO_3 a ulteriore conferma di quanto affermato precedentemente.

Tab. 3 - Interferenza di tensioattivi non ionici nella determinazione di 100 $\mu\text{g/l}$ di N - NO_3

| Concentrazione di azoto nitrico ($\mu\text{g/l}$) | Concentrazione di tensioattivi non ionico (mg/l) | Assorbanza |
|---|--|------------|
| 100 | 0 | 0,360 |
| 100 | 1 | 0,300 |
| 100 | 5 | 0,260 |
| 100 | 10 | 0,205 |
| 100 | 100 | 0,050 |

Tab. 4 - Interferenza del ferro sulla determinazione di 100 $\mu\text{g/l}$ di N - NO_3

| Concentrazione di azoto nitrico ($\mu\text{g/l}$) | Concentrazione di ferro (III) (mg/l) | Assorbanza |
|---|--------------------------------------|------------|
| 100 | 0 | 0,360 |
| 100 | 5 | 0,360 |
| 100 | 10 | 0,360 |
| 100 | 100 | 0,000 |

Tab. 5 - Interferenza del manganese sulla determinazione di 100 $\mu\text{g/l}$ di N - NO_3

| Concentrazione di azoto nitrico ($\mu\text{g/l}$) | Concentrazione di tensioattivi manganese (mg/l) | Assorbanza |
|---|---|------------|
| 100 | 0 | 0,360 |
| 100 | 5 | 0,360 |
| 100 | 10 | 0,365 |
| 100 | 100 | 0,050 |

Bibliografia

ISTITUTO DI RICERCA SULLE ACQUE (1981): «Azoto nitroso» D-003, *Quad. Ist. Ric. Acque*, 11.

STRICKLAND, J.D.H. & PARSONS, J.R. (1972): *A practical handbook of seawater analysis* (Ottawa, Fisheries Research Board of Canada).

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (1979): *Methods for chemical analysis of water and wastes*, (Cincinnati, Ohio).

APHA, AWWA, WPCF (1980): *Standard methods for the examination of water and wastewater*, 15^a ed. (Washington, APHA).

| Concentrazione di azoto nitroso (µg/l) | Concentrazione di azoto nitroso (mg/l) | Concentrazione di azoto nitroso (µg/l) |
|--|--|--|
| 0,100 | 0 | 100 |
| 0,200 | 1 | 100 |
| 0,300 | 2 | 100 |
| 0,400 | 10 | 100 |
| 0,500 | 100 | 100 |

Tab. 4 - Intensità del segnale sulla scala di concentrazione di 100 µg/l di N-NO₂

| Concentrazione di azoto nitroso (µg/l) | Concentrazione di azoto nitroso (mg/l) | Concentrazione di azoto nitroso (µg/l) |
|--|--|--|
| 0,100 | 0 | 100 |
| 0,200 | 1 | 100 |
| 0,300 | 10 | 100 |
| 0,400 | 100 | 100 |

Tab. 5 - Intensità del segnale sulla scala di concentrazione di 100 µg/l di N-NO₂

| Concentrazione di azoto nitroso (µg/l) | Concentrazione di azoto nitroso (mg/l) | Concentrazione di azoto nitroso (µg/l) |
|--|--|--|
| 0,100 | 0 | 100 |
| 0,200 | 1 | 100 |
| 0,300 | 10 | 100 |
| 0,400 | 100 | 100 |

MANUALE DI METODI DI ANALISI PER ACQUE DI MARE. STATO DELL'ARTE

| Codice | Metodo | Principio del metodo |
|--------|---|---|
| 140.1 | SALINITA': | Determinazione del contenuto di sali disciolti, in grammi per kg di acqua di mare, mediante titolazione iodometrica degli alogenuri (metodo di Mohr). |
| 225.1 | CADMIO: Metodo spettrofotometrico ad assorbimento atomico | Estrazione con MIBK del complesso formato dal Cadmio con il sale di ammonio dell'acido 1 - Pirrolidinditiocarbossilico (APDC). L'assorbanza della fase organica, aspirata direttamente nella fiamma aria-acetilene, è misurata alla lunghezza d'onda di 228,8 nm. |
| 235.1 | FERRO: Metodo spettrofotometrico alla Batofenantrolina | Il Ferro (III), ridotto a pH4 a Fe (II) con cloridrato di idrossilammina, forma con 4,7 difenile - 7,10 fenantrolina (batofenantrolina) un complesso estraibile con alcool isoamilico. L'assorbanza della soluzione organica è misurata alla lunghezza d'onda di 533 nm. |
| 250.1 | NICHEL: Metodo spettrofotometrico ad assorbimento atomico | Estrazione con MIBK del complesso del Nichel con il sale di ammonio dell'acido 1 - Pirrolidinditiocarbossilico (APDC). L'assorbanza della fase organica, aspirata direttamente nella fiamma aria/acetilene, è misurata alla lunghezza d'onda di 232,0 nm. |
| 255.2 | PIOMBO: Metodo spettrofotometrico al ditizone | Il Piombo, in soluzione acidificata, trattato con soluzione ammoniacale di citrato/cianuro, viene estratto con una soluzione cloroformica di ditizone che si colora in rosso-ciliegia. L'assorbanza della soluzione cloroformica è misurata per via colorimetrica alla lunghezza d'onda di 510 nm. |
| 260.1 | RAME: Metodo spettrofotometrico ad assorbimento atomico | Estrazione con MIBK del complesso formato dal Rame con il sale di ammonio dall'acido 1 - Pirrolidinditiocarbossilico (APDC). L'assorbanza della fase organica, aspirata direttamente nella fiamma aria/acetilene, è misurata alla lunghezza d'onda di 324,8 nm. |
| 265.1 | SELENIO: Metodo spettrofotometrico ad assorbimento atomico mediante formazione di idruri | Il Selenio, dopo mineralizzazione acida del campione che lo contiene, reagisce con Sodio boridruro per formare idruro di selenio (H_2Se). H_2Se viene atomizzato in una cella di quarzo riscaldata con fiamma aria-acetilene ed il Se elementare determinato alla lunghezza d'onda di 196,0 nm. |
| 330.1 | FOSFORO ORTOFOSFATO SOLUBILE: Metodo spettrofotometrico al molibdato di ammonio | Gli ioni ortofosfato reagiscono con il molibdato d'ammonio e tartrato di ossido di antimonio e potassio in ambiente acido formando un composto che viene ridotto a blu di molibdeno con acido ascorbico. L'assorbanza della soluzione acquosa di questo composto è misurata alla lunghezza d'onda di 885 nm. |

Segue: Manuale di metodi di analisi per acque di mare. Stato dell'arte

| Codice | Metodo | Principio del metodo |
|--------|--|---|
| 340.1 | FOSFORO TOTALE: Metodo spettrofotometrico al molibdato di ammonio | Il metodo prevede una preliminare trasformazione dei composti del fosforo a ortofosfato mediante mineralizzazione acida con persolfato. Gli ioni ortofosfato vengono quindi determinati come già visto per l'ortofosfato solubile (330.1). |
| 350.1 | SILICE DISCIOLTA: Metodo spettrofotometrico al reattivo molibdico | La silice reattiva (acido mono e disilicico) dà con reattivo molibdico un sale dell'ac. silicomolibdico colorato in giallo. L'assorbanza del composto colorato viene misurata alla lunghezza d'onda di 810,0 nm. |
| 510.1 | Microrganismi indicatori di contaminazione | Per le tre specie di microrganismi: il <i>metodo MPN</i> (numero più probabile) si basa sullo sviluppo colturale, ad una data temperatura ed in idoneo terreno liquido, dei microrganismi messi in evidenza dalla produzione di gas (per 510.1 e 520.1) e torbidità (per 530.1) e confermato in altre condizioni specifiche colturali. Viene espresso in N. di microrganismi per 100 ml di campione. Il <i>metodo MF</i> (membrane filtranti) si basa sullo sviluppo di colonie tipiche sulla superficie di una membrana su cui in precedenza è stato filtrato il campione. Lo sviluppo su detta membrana avviene incubando la stessa membrana su idoneo terreno di coltura in adatte condizioni. Viene espresso in N. di microrganismi per 100 ml di campione. |
| 520.1 | fecale (coliformi totali e fecali, streptococchi | |
| 530.1 | fecali) (MPN e MF) | |

INDICE GENERALE DEL MANUALE SUI "METODI ANALITICI PER LE ACQUE" (*)

| Codice | Metodo | Anno di pubbl. su volume | Anno di pubbl. su scheda |
|--|---|-----------------------------|-----------------------------|
| Sezione A - (Parte generale) | | | |
| A-001 | Strutture, attrezzature e reattivi di laboratorio | — | — |
| A-002 | Lineamenti di tecniche analitiche | 1983 | — |
| A-003 | Metodi di campionamento | 1977 | — |
| A-004 | Elaborazione dei risultati | 1983 | — |
| Sezione B - (Determinazione di parametri fisici e chimico fisici) | | | |
| B-001 | pH | 1972 | 1981 |
| B-002 | Temperatura | 1972 | 1979 |
| B-003 | Colore | 1972 | 1980 |
| B-004 | Materiali sedimentabili | — | 1979 |
| B-005 | Materiali in sospensione | — | 1979 |
| B-006 | Conducibilità | 1972 | — |
| B-007 | Salinità | — | — |
| B-008 | Odore | 1972 | — |
| B-009 | Torbidità | 1972 | — |
| Sezione C - (Determinazione di metalli e di specie metalliche) | | | |
| C-001 | Alluminio | 1972 | 1981 |
| C-002 | Argento | 1972 | — |
| C-003 | Arsenico | 1972 | 1983 |
| C-004 | Bario | 1972 | 1980 |
| C-005 | Berillio | 1972 | — |
| C-006 | Boro | 1972 | 1982 |
| C-007 | Cadmio | 1972 | 1979 |
| C-008 | Calcio | 1972 | — |
| C-009 | Cromo (VI) | 1972 | 1982 |
| C-010 | Cromo (III) | 1972 | 1982 |
| C-011 | Ferro | 1972 | 1980 |
| C-012 | Litio | 1972 | — |
| C-013 | Magnesio | 1972 | — |
| C-014 | Manganese | 1972 | 1980 |
| C-015 | Mercurio | 1972 | 1979 |
| C-016 | Molibdeno | — | — |
| C-017 | Nichel | 1972 | 1980 |
| C-018 | Piombo | 1972 | 1979 |
| C-019 | Potassio | 1972 | — |
| C-020 | Rame | 1972 | 1980 |
| C-021 | Selenio | 1972 | 1979 |
| C-022 | Sodio | 1972 | — |
| C-023 | Stagno | 1972 | 1981 |
| C-024 | Zinco | 1972 | 1980 |
| C-025 | Cromo totale | 1972 | 1982 |

(segue)

(*) I metodi analitici sono in vendita presso il Consiglio Nazionale delle Ricerche - Ufficio Pubblicazioni - Servizio Vendite, Piazzale Aldo Moro, 7 - 00185 Roma (Tel. 4993255). La spedizione viene effettuata con pagamento contro assegno.

Segue: Indice generale sui «Metodi Analitici per le Acque»

| Codice | Metodo | Anno di pubbl. su volume | Anno di pubbl. su scheda |
|--|--|-----------------------------|-----------------------------|
| Sezione D - (Determinazione di sostanze e parametri inorganici non metallici) | | | |
| D-001 | Acidità e basicità | 1972 | |
| D-002 | Azoto ammoniacale | 1972 | 1981-1983 |
| D-003 | Azoto nitroso | 1972 | 1981 |
| D-004 | Azoto nitrico | 1972 | |
| D-005 | Biossido di carbonio | 1972 | |
| D-006 | Solfuri | 1972 | |
| D-007 | Cianuri | 1972 | 1980 |
| D-008 | Cloro | 1972 | |
| D-009 | Cloruri | 1972 | 1979 |
| D-010 | Fluoruri | 1972 | 1983 |
| D-011 | Fosforo | 1972 | 1981 |
| D-012 | Ossigeno disciolto | 1972 | |
| D-013 | Silice | 1972 | |
| D-014 | Solfati | 1972 | 1979 |
| D-015 | Solfiti | 1972 | 1983 |
| Sezione E - (Determinazione di sostanze e parametri organici) | | | |
| E-001 | Azoto albuminoideo | 1972 | |
| E-002 | Azoto organico | 1972 | |
| E-003 | Sostanze oleose totali | 1972 | |
| E-004 | Oli minerali | — | |
| E-005 | Grassi e oli animali e vegetali | — | |
| E-006 | Carbonio organico | 1972 | |
| E-007 | Richiesta chimica di ossigeno (COD) | 1972 | 1981 |
| E-008 | Richiesta biochimica di ossigeno (BOD) | 1972 | 1982 |
| • E-009 | Pesticidi clorurati | 1978 | — |
| • E-010 | Pesticidi fosforati | 1982 | — |
| • E-011 | Policlorodifenili | 1981 | — |
| • E-012 | Policloroterfenili | 1981 | — |
| E-013 | Tensioattivi non ionici | 1972 | 1979 |
| E-014 | Fenoli | 1972 | 1979 |
| E-015 | Aldeidi | — | 1978 |
| E-016 | Solventi aromatici | — | |
| E-017 | Tensioattivi anionici | 1972 | 1983 |
| E-018 | Solventi organici clorurati | — | 1978 |
| Sezione F - (Determinazione di parametri biologici e microbiologici) | | | |
| F-001 | Saggio di tossicità | 1972 | |
| F-002 | Coliformi totali | 1972 | |
| F-003 | Coliformi fecali | 1972 | |
| F-004 | Streptococchi fecali | 1972 | |

INDICE GENERALE DEL MANUALE SUI «METODI DI ANALISI PER ACQUE DI MARE» (*)

| Codice | Parametro | Anno di pubblicazione |
|--------|-------------------------------------|-----------------------|
| — | Indicazioni generali: | |
| — | Fattori di conversione e di calcolo | |
| — | Campionamento | |
| 100 | Caratteristiche chimico-fisiche | |
| 110 | Trasparenza | |
| 120 | Temperatura | |
| 130 | Colore | |
| 140 | Salinità | 1983 |
| 150 | Materiale in sospensione | |
| 160 | pH | |
| 170 | Ossigeno disciolto | |
| 200 | Specie metalliche: | |
| 210 | Alluminio | |
| 215 | Argento | |
| 220 | Arsenico | |
| 225 | Cadmio | 1983 |
| 230 | Cromo | |
| 235 | Ferro | 1983 |
| 240 | Manganese | |
| 245 | Mercurio | |
| 250 | Nichel | 1983 |
| 255 | Piombo | 1983 |
| 260 | Rame | 1983 |
| 265 | Selenio | 1983 |
| 270 | Zinco | |
| 300 | Specie inorganiche non metalliche: | |
| 300 | Azoto ammoniacale | |
| 315 | Azoto nitroso | |
| 320 | Azoto nitrico | |
| 325 | Azoto totale | |
| 330 | Fosforo ortofosfato solubile | 1982 |
| 340 | Fosforo totale | 1982 |
| 350 | Silice disciolta | 1983 |
| 400 | Composti organici: | |
| 410 | Fenoli | |
| 420 | Oli minerali | |
| 430 | Tensioattivi anionici | |
| 440 | Composti organo-alogenati | |
| 500 | Saggi biologici e microbiologici | |
| 510 | Coliformi totali | 1983 |
| 520 | Coliformi fecali | 1983 |
| 530 | Streptococchi fecali | 1983 |
| 540 | Salmonelle | |
| 550 | Enterovirus | |
| 600 | Prove di tossicità: | |
| 610 | Saggio di ittiotossicità | |

(*) I metodi sono pubblicati a scheda e sono in vendita, con il relativo raccoglitore, presso il Consiglio Nazionale delle Ricerche - Ufficio Pubblicazioni - Servizio Vendite, Piazzale Aldo Moro, 7 - 00185 Roma (Tel. 4993.255). La spedizione viene effettuata con pagamento contro assegno.

