



Application Note AN-T-214

Azoto Kjeldahl nelle acque reflue

Determinazione semplice mediante titolazione secondo la norma ASTM D3590

I composti a base di azoto sono ampiamente distribuiti nell'ambiente. Sono nutrienti essenziali per la crescita degli organismi fotosintetici (es. piante e alghe). Pertanto, è importante monitorare e controllare la quantità di composti di azoto rilasciati nell'ambiente.

In questa Application Note, viene presentato un metodo per determinare il contenuto di azoto nell'acqua mediante digestione e distillazione Kjeldahl seguita da una titolazione fotometrica o potenziometrica secondo la norma **ASTM D3590**. La determinazione dell'azoto mediante digestione e distillazione Kjeldahl viene eseguita dal 1883.

L'universalità, la precisione e la riproducibilità hanno reso il metodo Kjeldahl un metodo riconosciuto a livello internazionale ad es. per la stima del contenuto di proteine in molte matrici, nonché il metodo standard che funge da termine di paragone per la valutazione di tutti gli altri metodi.

Dopo la distillazione Kjeldahl, il contenuto di azoto viene determinato mediante titolazione acido-base. Questa può essere una titolazione fotometrica o potenziometrica a seconda del campione e delle preferenze dell'utente. Entrambi i metodi di titolazione offrono una determinazione affidabile ed economica.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Questa applicazione è dimostrata su acque reflue per la titolazione fotometrica e su acque addizionate per la titolazione potenziometrica.

Ogni campione viene trasferito nella provetta Kjeldahl per la digestione che viene eseguita automaticamente utilizzando un digestore disponibile in commercio.

ANALISI

Questa analisi viene eseguita su un OMNIS Advanced Titrator dotato di Optrode per la titolazione fotometrica e di dEcotrode plus per la titolazione potenziometrica.

I campioni preparati vengono titolati con acido solforico fino al raggiungimento del punto di equivalenza. Per garantire un buon recupero e riproducibilità, è importante che l'apparato di distillazione utilizzato per questa preparazione del campione sia a tenuta stagna e che l'acqua, utilizzata per il bianco, sia priva di azoto.

Dopo la digestione, alla miscela viene aggiunta una soluzione di idrossido di sodio e l'ammoniaca risultante viene automaticamente distillata in un recipiente di raccolta contenente acido borico utilizzando un apparato di distillazione a vapore.



Figure 1. OMNIS Advanced Titrator dotato di dEcotrode plus per la determinazione potenziometrica dell'azoto Kjeldahl nell'acqua.

RISULTATI

Non è stato possibile confrontare il recupero e la deviazione standard delle due diverse titolazioni, poiché sono stati utilizzati campioni diversi. Tuttavia,

per entrambi i metodi le deviazioni standard relative sono inferiori al 2%, il che è accettabile per questa applicazione.

Tabella 1. Risultati delle determinazioni dell'azoto in acqua mediante titolazione dopo digestione e distillazione Kjeldahl.

	Titolazione fotometrica (n = 4)	Titolazione potenziometrica (n = 3)
Mean	33,63 mg/l	19,78 mg/l
SD(abs)	0,45 mg/l	0,26 mg/l
SD(rel)	1,33%	1,34%

CONCLUSIONE

La titolazione è un metodo semplice per determinare l'azoto Kjeldahl nelle acque reflue secondo la norma **ASTM D3590**. La titolazione può essere eseguita fotometricamente o potenziometricamente. Il metodo potenziometrico offre il vantaggio che non è necessario alcun indicatore. L'Optrode per misure fotometriche invece non necessita di manutenzione.

La titolazione utilizzata dipende dal campione e dalle preferenze dell'utente.

Per entrambi i metodi è possibile utilizzare un titolatore OMNIS. Ciò consente di personalizzare il sistema in base alle proprie esigenze ed espanderlo per altre applicazioni di titolazione necessarie per il controllo della qualità dell'acqua.

Internal reference: AW TI CH1-1301-032020

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Titolatore OMNIS Advanced con agitatore magnetico

Titolatore OMNIS potenziometrico, innovativo e modulare per il funzionamento autonomo o come cuore di un sistema di titolazione OMNIS per la titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica). Grazie a Liquid-Adapter con tecnologia 3S, la gestione delle sostanze chimiche è più sicura che mai. Il titolatore è configurabile liberamente con moduli di misura e unità cilindriche e, in caso di necessità, può essere ampliato con un agitatore a elica. All'occorrenza, è possibile dotare OMNIS Advanced Titrator della relativa licenza di funzionamento del software per la titolazione parallela.

- Comando tramite PC o rete locale
- Possibilità di collegare fino ad altri quattro moduli di dosaggio e titolazione per ulteriori applicazioni o soluzioni ausiliarie
- Possibilità di collegamento di un agitatore a elica
- Disponibili varie grandezze del cilindro: 5, 10, 20 o 50 mL
- Liquid Adapter con tecnologia 3S: gestione sicura delle sostanze chimiche, trasferimento automatico dei dati del reagente originale del produttore

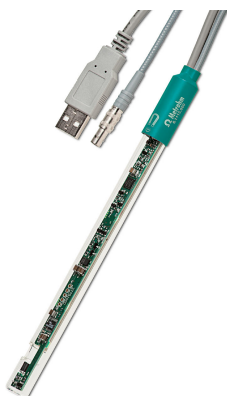
Modalità di misura e opzioni del software:

- Titolazione a punto finale: licenza di funzionamento "Basic"
- Titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica): licenza di funzionamento "Advanced"
- Titolazione a punto finale e a punto di equivalenza (monotonica/dinamica) con titolazione parallela: licenza di funzionamento "Professional"



Ecotrode plus

Elettrodo per pH combinato per titolazioni acido/basiche acquose. Il diaframma fisso a smeriglio è insensibile allo sporco. Elettrolita di riferimento: $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$, conservazione in soluzione di conservazione.



Optrode

Sensore ottico per titolazioni fotometriche con 8 lunghezze d'onda disponibili. La modifica della lunghezza d'onda può avvenire tramite software (datiamo 2.5) o con magnete. Lo stelo di vetro è completamente resistente ai solventi e facile da pulire. Il sensore salvaspazio è adatto ad es. per:

- Titolazioni non acquose secondo USP o EP
- Determinazioni dei gruppi terminali carbossilici
- TAN/TBN secondo ASTM D974
- Determinazione del solfato
- Fe, Al, Ca in calcestruzzo
- Durezza dell'acqua
- Solfato di condroitina secondo USP

Il sensore non è adatto per la determinazione di concentrazioni mediante misura dell'intensità del colore (colorimetria).