

# NOTA APPLICATIVA

## Determinazione dell'azoto totale e del TKN (azoto totale Kjeldahl) nelle acque e nelle acque reflue

Applicazione Kjeldahl basata su **DIN 38409** – Metodo standard tedesco per l'analisi di acque, acque reflue e fanghi, determinazione dell'azoto legato, **AOAC 973.48** – Nitrogen Total in Water, Kjeldahl Method, 1973.



### Introduzione

In natura l'azoto è presente in varie forme. Nel ciclo dell'azoto, si trasforma ripetutamente e spesso raggiunge l'acqua e le acque reflue attraverso i fertilizzanti, gli escrementi umani e animali e attraverso i prodotti di scarico dell'industria manifatturiera. Per la determinazione dell'azoto nell'acqua e nelle acque reflue le sostanze più rilevanti sono ammonio, azoto organico, nitrato e nitrito. A seconda dello standard e dei fini della determinazione vengono analizzati i seguenti valori:

**Azoto totale** = TKN (azoto totale Kjeldahl) + nitrato + nitrito

**Azoto organico totale** = TKN (azoto totale Kjeldahl) – ammonio

**Azoto inorganico totale** = (nitrato + nitrito) + ammonio

**TKN (azoto totale Kjeldahl)** = azoto organico totale + ammonio

La composizione e il tipo di composti dell'azoto sono particolarmente importanti per quanto riguarda il trattamento delle acque reflue. Negli impianti di trattamento urbani l'azoto organico viene convertito in azoto inorganico. Il valore TKN (azoto totale Kjeldahl), ad esempio, è importante per il trattamento biologico delle acque reflue. Deve essere determinato nelle singole fasi del processo di depurazione dell'acqua per monitorare ed eventualmente adattare il processo. Il contenuto di ammonio solitamente è importante per gli impianti idrici e gli impianti di trattamento acque reflue, per determinare ad esempio il grado di contaminazione dell'acqua scaricata. Al termine del trattamento è presente prevalentemente azoto inorganico. Con il metodo descritto nella nota applicativa, sulla base del **metodo Kjeldahl**, è possibile determinare il **TKN (azoto totale Kjeldahl)**. Con le altre applicazioni disponibili **“Determinazione dell'ammonio nei campioni acquei”** e **“Determinazione del nitrato nei campioni acquei”** è possibile determinare di conseguenza i valori pertinenti per le analisi di acqua e acque reflue.

#### Apparecchi C. Gerhardt:

- KJELDATHERM KT20 (in alternativa: TURBOTHERM)
- VAPODEST 200 – 500C
- VACUSOG/TURBOSOG

#### Ulteriore dotazione:

- Mixer per l'omogeneizzazione
- Bilancia analitica
- Bagno d'acqua
- Sistema di aspirazione da laboratorio

# NOTA APPLICATIVA

## Il metodo

### Preparazione del campione e pianificazione

La prima fase importante di questo metodo è la selezione di un campione di dimensioni ragionevoli. La scelta si deve basare sulla concentrazione delle sostanze chimiche utilizzate e il contenuto di azoto del campione. A questo scopo abbiamo preparato una tabella per semplificare la routine.

Quantità di campione [ml]	Range di concentrazione N [mg/L]
500	<1
250	1-5
100	5-35
50	20-70
20	50-175
10	100-350
5	300-700

➔ **Nota applicativa:** Per l'impiego di grandi quantitativi di campione è possibile utilizzare vetreria C. Gerhardt di dimensioni fino a 800 ml.

### Digestione

Il volume selezionato del campione viene pipettato in un provettone tipo Kjeldahl di dimensioni adeguate. In questa fase è necessario prestare particolare attenzione all'omogeneità. L'aggiunta deve essere estremamente precisa in quanto ciò incide sensibilmente sulla precisione dei risultati. A questo punto vengono aggiunte le pastiglie catalizzatrici e l'acido solforico. Ci vogliono 90 minuti prima che la digestione sia limpida.

➔ **Nota applicativa:** Alcuni campioni di acqua tendono ad essere schiumogeni. In questo caso è possibile selezionare un programma temperatura più lento oppure utilizzare pastiglie antischiuma.

### Distillazione e titolazione

Nella fase successiva, i campioni di acqua digerita vengono trasferiti all'unità di distillazione VAPODEST. Qui – a seconda del modello – viene aggiunta acqua e soluzione alcalina e viene eseguita automaticamente la titolazione. L'acido borico impiegato e l'acido per la titolazione devono corrispondere al range di concentrazione dell'azoto. In questo modo si raggiungono volumi di titolazione sensati e una precisione eccellente.

➔ **Nota applicativa:** Nelle analisi dell'acqua solitamente sono previste concentrazioni di azoto ridotte. Pertanto dovrebbe essere utilizzata una concentrazione bassa di acido borico (tra 0,1 e 1%) e una altrettanto bassa concentrazione di acido di titolazione (0,01 – 0,05 N). In questo modo la risoluzione e la deviazione standard sono migliori.

# NOTA APPLICATIVA

## Esempi di risultati per i campioni delle acque di scarico (tabella 1)

Tipo di campione	Quantità di campione	Contenuto teorico	Risultato misurato	Ripetibilità / deviazione standard
Acqua di scarico processo con zeolite	200 ml	20 ppm	20,03 ppm	0,1245
NMP nelle acque reflue	10 ml	0,8 % N	0,796	0,01

## Esempio di valori dei metodi standard tedeschi per l'analisi di acqua, acque reflue e fanghi (tabella 2)

Tipo di campione	Quantità di campione	Contenuto teorico	Deviazione standard ripetibilità	Deviazione standard confronto
Acqua superficiale	1-200 ml	9,84 ppm	0,57 ppm	1,93 ppm
Scarico acque industriali	1-200 ml	206 ppm	3,30 ppm	7,60 ppm
Scarico depuratore comunale	1-200 ml	23,3 ppm	0,93 ppm	3,18 ppm

## Conclusioni

Per l'analisi delle acque e delle acque reflue sono molti i composti dell'azoto rilevanti, sia organici che inorganici. Con le applicazioni ottimizzate per le analisi delle acque e i sistemi di distillazione VAPODEST è possibile determinare in maniera automatizzata tutti i valori rilevanti. Inoltre le analisi risultano ancora più facili grazie agli accessori speciali di C. Gerhardt, ad esempio i palloni Kjeldahl di grandi dimensioni.

Per ulteriori informazioni o altre applicazioni contattare:

**application@gerhardt.de**