

REF 985057

Test 0-57

08.17

NANOCOLOR® IC 300

(Idrocarburi)

it

**Metodo:**

Determinazione fotometrica degli idrocarburi, brevettata, come fabbisogno chimico di ossigeno (COD) dopo l'estrazione del pentano dai campioni d'acqua e di terreno

	1a. campioni d'acqua	1b. campioni di terreno
Campo di misurazione:	0,5–5,6 mg/L IC	30–300 mg/kg IC
Campione:	400 mL	15 g
Lungh. d'onda misurata (onda H = 5–12 nm):	436/445 nm	
Evaporazione:	30 min con 70 °C	
Prospezione:	2 h con 148 °C	

**Contenuto del set di reagenti IC 300:**

20 provette rotonde di IC 300

**Contenuto set di reagenti Estrazione IC d'acqua (REF 918571):**

500 mL n-pentano 500 g solfato di magnesio  
200 mL n-pentano 100 mL acqua priva di COD

**Contenuto set di reagenti Estrazione IC di terreno (REF 918572):**

2 x 500 mL n-pentano 300 g solfato di sodio  
200 mL n-pentano 100 mL acqua priva di COD

**Avvertenze di pericolo:**

Le provette rotonde contengono acido solforico 80–98 % e dicromato di potassio 0,0–0,1 %.

H314, H317 Provoca gravi ustioni cutanee e gravi lesioni oculari. Può provocare una reazione allergica della pelle.

P260sh, P280sh, P303+361+353, P305+351+338, P310 Non respirare la polvere/i vapori. Indossare guanti. Proteggere gli occhi. IN CASO DI CONTATTO CON LA PELLE (o con i capelli): togliere immediatamente tutti gli indumenti contaminati. Sciacquare la pelle/fare una doccia. IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere le eventuali lenti a contatto se è agevole farlo. Continuare a sciacquare. Contattare immediatamente un CENTRO ANTIVELENI/un medico. Per ulteriori informazioni potete richiedere una scheda informativa in materia di sicurezza. Per agitare le cuvette rotonde utilizzare il recipiente di sicurezza (REF 91637).

n-pentane 90–100 %.

H225, H304, H336, H411, EUH066 Liquido e vapori facilmente infiammabili. Può essere mortale in caso di ingestione e di penetrazione nelle vie respiratorie. Può provocare sonnolenza o vertigini. Tossico per gli organismi acquatici con effetti di lunga durata. L'esposizione ripetuta può provocare secchezza e screpolature della pelle.

P210, P233, P260D, P273, P301+310, P331 Tenere lontano da fonti di calore, superfici calde, scintille, fiamme libere o altre fonti di accensione. Non fumare. Tenere il recipiente ben chiuso. Non respirare i vapori. Non disperdere nell'ambiente. IN CASO DI INGESTIONE: contattare immediatamente un CENTRO ANTIVELENI/un medico/... NON provocare il vomito. Per ulteriori informazioni potete richiedere una scheda informativa in materia di sicurezza.

**Interferenze:**

Un tenore di grasso > 1000 mg/L produce più elevate concentrazioni di IC.

E' per questo motivo che deve essere assolutamente rispettato il tempo di evaporazione dei solventi e devono essere impiegati solo apparecchi in vetro esenti da grasso.

Non vengono determinati idrocarburi la cui temperatura di distillazione è < 120 °C (ad es. benzina).

Il metodo è adatto anche per l'analisi di acqua di mare.

**Esecuzione con campioni d'acqua:**

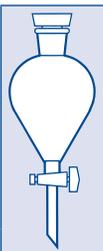
Accessori necessari: 2 imbusti a scosse 500 mL (REF 91608), 1 cilindro graduato 50 mL (REF 91684), 2 colonne di rettificazione CHROMABOND® ALOX N (REF 730250), siringhe in plastica 50 mL con adattatore (REF 91609 e 91603), matraccio graduato 25 mL (REF 91661), matraccio Erlenmeyer 100 mL (REF 91638), pipetta con stantuffo 1–5 mL con punte e arresto di uscita supplementare (REF 91621), blocco termico NANOCOLOR®, provette (REF 91680), accoppiamento a vite (REF 91604)

**1a. Estrazione campioni d'acqua**

Mescolare 400 mL campione d'acqua (il pH del campione deve essere compreso fra pH 1 e 10) con 25 g solfato di magnesio in un imbuto a scosse. Scuoterlo per ca. 1 min, fino a scioglimento del solfato di magnesio. Mescolare i campioni d'acqua con 25 mL n-pentano e scuotere per 5 min aereare di solvente con precauzione. Lasciare posarsi le fasi. Scaricare la fase acquosa inferiore.

Mettere l'estratto organico sulla colonna di rettificazione CHROMABOND ALOX N\* e raccogliere in un matraccio graduato 25 mL. Con il lavaggio della colonna con n-pentano riempire il matraccio graduato fino poco sotto al segno ad anello. Riempire con n-pentano l'estratto di pentano fino al segno ad anello. Chiudere il matraccio graduato e mescolare l'insieme agitando.

\* non necessario per la determinazione de la sostanza lipophile

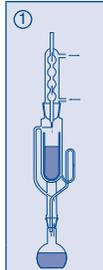
**Esecuzione con campioni di terreno:**

Accessori necessari: apparecchio Soxhlet 30 mL (REF 91605), manico di estrazione 23 Ø x 100 mm (REF 645008), 1 cilindro graduato 50 mL (REF 91684), colonne di rettificazione CHROMABOND® ALOX N (REF 730250), siringhe in plastica 50 mL con adattatore (REF 91609 e 91603), matraccio graduato 50 mL (REF 91606), matraccio Erlenmeyer 100 mL (REF 91638), pipetta con stantuffo 1–5 mL con punte e arresto di uscita supplementare (REF 91621), blocco termico NANOCOLOR®, provette (REF 91680), accoppiamento a vite (REF 91604)

**1b. Estrazione campioni di terreno**

Setacciare (con trama di 2 mm) 50 g campione di terreno ancora umido. Nel mortaio tritare 15 g campione setacciato con 15 g solfato di sodio e poi trasferirlo nel manico di estrazione. Inserire il manico di estrazione nell'estrattore Soxhlet e riempire il matraccio rotondo con 50 mL n-pentano. Costruire l'apparecchiatura secondo la fig. 1. Regolare la temperatura del dispositivo di riscaldamento (piastra/bagno d'acqua) su 70 °C minimo ed per 1 h estrarre sotto riflusso il campione del terreno. Mettere l'estratto organico sulla colonna di rettificazione CHROMABOND® ALOX N\* e raccogliere in un matraccio graduato 50 mL. Con il lavaggio della colonna con n-pentano riempire il matraccio graduato fino poco sotto il segno ad anello. Riempire l'estratto di pentano con n-pentano fino al segno ad anello. Chiudere il matraccio graduato e mescolare l'insieme agitando.

\* non necessario per la determinazione de la sostanza lipophile

**Continua l'esecuzione con campioni d'acqua e di terreno:****2. Valore bianco**

Mettere circa 20 mL di n-pentano sulla seconda colonna CHROMABOND® e raccogliere in un matraccio Erlenmeyer.

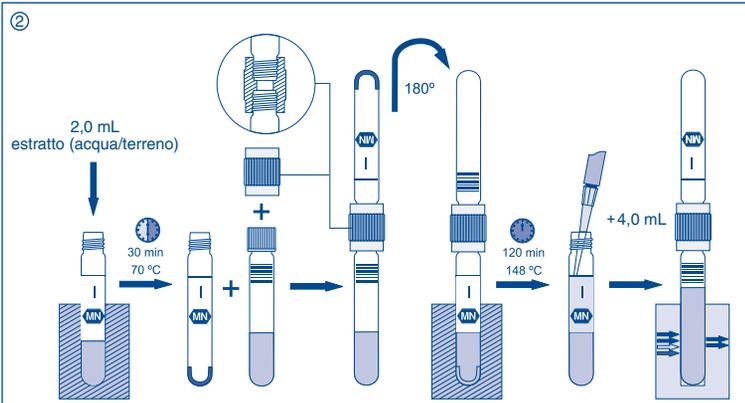
**3. Evaporazione del mezzo di estrazione**

Trasferire rispettivamente 2,0 mL d'estratto di pentano e la valore bianco a mezzo pipetta, dotata di arresto uscita, in una provetta vuota. Introdurre la provetta nel blocco termico (programma 70 °C/30 min) e lasciar evaporare il pentano.

**4. Determinazione del COD degli idrocarburi**

Una volta evaporato il mezzo di estrazione avvitare a tenuta ogni provetta a mezzo l'accoppiamento a vite con una provetta rotonda IC 300, contenente acido di reazione (vedi fig. 2). Le provette avvitate girarle con la testa in giù e introdurre nel blocco termico (provetta sotto, provetta IC 300 sopra). Regolare la temperatura del blocco su 148 °C e la durata su 2 h, quindi accendere.

Dopo 2 h togliere le provette rotonde dal blocco termico e lasciarle raffreddare per 15 min. Disavvitare la provetta rotonda superiore e poi versare adagio uno strato (non mescolarlo) della soluzione nella provetta inferiore con 4,0 mL di acqua priva di COD. Riavvitare la provetta superiore e poi scuoterla nuovamente con precauzione (Precauzione: le provette diventano calde). Prima di eseguire la misurazione fotometrica lasciare raffreddare fino a temperatura ambiente le provette rotonde.

**Misurazione:**

Con i fotometri MACHEREY-NAGEL vedere il manuale, test 0-57.

**Fotometri di altri produttori:**

Con gli altri fotometri controllare se è possibile misurare provette rotonde. Controllare il fattore per ciascun tipo di apparecchio utilizzando soluzioni standard.

**Possibilità del errore:**

Anomalie	Effetti <sup>1)</sup>	Rimedio
Il tempo di evaporazione per il solvente non viene rispettato → resti di pentano	+	Rispettare il tempo di evaporazione: 30 min
Impiego di pipette non idonee per la dosatura dell'estratto → pipetta gocciola	-	Impiego di pipette con spostamento diretto o impiego dell'arresto di uscita
a) si perdono delle gocce b) si immettono troppe gocce	+	
Modo di lavoro improprio, impurità nei reagenti → valore IC più elevato	+	Definire il valore bianco
Perdite di evaporazione → più elevata concentrazione del campione	+	Lavorare velocemente, avvitare a tenuta i recipienti
Scorretto riempimento del matraccio quotato:	-	Lavorare con precisione
a) fino al sopra del segno ad anello b) fino al sotto del segno ad anello	+	
Errore di diluizione al momento di aggiungere 4,0 mL d'acqua esente da FCO	-	Lavorare con precisione, pipettatura esatta
a) volume insufficiente b) volume troppo alto	-	
Alto tenore di idrocarburi volatili	-	IC con una temperatura di ebollizione < 120 °C non sono definibili

<sup>1)</sup> L'errore conduce a una sopravvalutazione (+) ovvero sottovalutazione (-).