

(Spettrofotometria)

Determinazione dei nitrati nel suolo mediante tecnica spettrofotometrica

L'analisi del suolo è lo strumento fondamentale per impostare piani di concimazione corretti. Un buon piano di concimazione consente di ottenere il massimo risultato dalla coltivazione con il costo minore ed il minore impatto ambientale.

Nitrati (NO₃)

L'azoto è presente nel suolo in varie forme. Di queste, quella nitrica, generalmente libera nella fase liquida, e quella ammoniacale, limitatamente alla frazione adsorbita sul complesso di scambio, in equilibrio con una limitatissima quantità che si accerta in soluzione, sono prontamente assimilabili dalle piante. Le riserve azotate sono costituite dall' azoto organico e dall' azoto ammoniacale fissato negli spazi interstrato dei fillosilicati.

I nitrati rappresentano l'ultimo stadio di ossidazione dei composti azotati provenienti dai processi di decomposizione biologica di sostanze organiche.

Principio del metodo

➤ **Campionamento**

➤ **Estrazione**

➤ **Determinazione spettrofotometrica**

Campionamento

• **L'appezzamento da cui si preleva il campione deve essere uniforme.**

• E' una regola molto importante! Uniforme significa che all'interno dell'area prescelta non devono esserci differenze nel colore, nell'aspetto, nella sensazione al tatto, nell'ordinamento colturale e nei risultati produttivi.

• **Il campione deve essere prelevato in più punti**

• E' necessario che il campione portato in laboratorio rappresenti tutto l'appezzamento, si deve quindi prendere il terreno in almeno 15 punti diversi scelti a caso su tutta la superficie; non si dovrebbe scendere sotto i 6 prelievi per ettaro.

• **Si deve prelevare alla giusta profondità**

• Dopo l'asportazione dei primi centimetri di suolo, con l'eventuale vegetazione, eseguire i singoli campionamenti alla massima profondità di lavorazione prevista; in linea generale per le colture erbacee il campione è prelevato preso nei primi 25-40 cm e per le colture arboree si può scendere anche a 40-50 cm.

• Una volta raccolti, i singoli prelievi devono essere mescolati accuratamente; 1 Kg di questo terreno sarà il campione da inviare al laboratorio.

• **Si deve inviare al laboratorio correttamente confezionato**

• Utilizzare un sacchetto di materiale plastico pulito; evitare di conservare a lungo il campione e di esporlo a temperature elevate. Il campione di suolo deve essere trasferito in laboratorio in contenitore frigorifero.

Estrazione dell'azoto solubile in soluzione di calcio cloruro

Le diverse frazioni di azoto solubile vengono estratte dal suolo con una soluzione di CaCl_2 (0.01 moli. L⁻¹, sciogliere 0.05844g in 100mL di H₂O). Il contenuto dei composti inorganici azotati, quali gli ioni ammonio e nitrato (+ nitrito) sono determinati per spettrofotometria manuale o colorimetria a flusso.

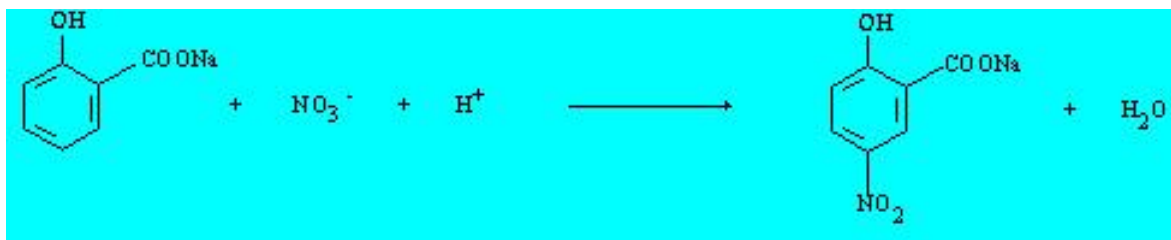
- Se il campione viene analizzato entro tre giorni dal campionamento, può essere conservato a 4°C. In caso contrario, per evitare possibili perdite in azoto minerale, è necessario tenerlo in congelatore a -20°C . Quando il contenuto in azoto minerale viene determinato in campioni di suolo conservati in congelatore, la temperatura e la durata del processo di scongelamento devono essere opportunamente controllate
- È importante la omogeneizzazione del campione di suolo, che può avvenire manualmente o meccanicamente.

Procedimento

•Trasferire 10 g del campione di terra fine in un contenitore di materiale plastico da 250 mL. Aggiungere 100 mL della soluzione di calcio cloruro (MW=58.44, 0.01moli/L=0.5844 g/L) precondizionata alla temperatura di 20°C. Tenere in agitazione per 2 ore a 20°C. Centrifugare un'aliquota della sospensione per 10 minuti a circa 3000 giri/minuto. Decantare il surnatante limpido in un contenitore di materiale plastico. Preparare la prova in bianco seguendo le stesse modalità operative, omettendo il campione di suolo.

Determinazione spettrofotometrica con salicilato di sodio

Il metodo si basa sulla reazione tra i nitrati e il salicilato di sodio in soluzione acida per acido Solforico formando il paranitrosalicilato di sodio



Il composto ottenuto ha, in soluzione alcalina, un colore giallo stabile misurabile spettrofotometricamente alla lunghezza d'onda di 420 nm

Il metodo è applicabile nell'intervallo di concentrazione 0.5-5 mg/L di NO₃.

Interferenze e cause di errore

Il campione non deve essere torbido, Se sono presenti sostanze colorate, a 50 mL di campione aggiungere 1 g di carbone attivo ed agitare energicamente per 5 minuti. Filtrare I cloruri non interferiscono fino ad una concentrazione di 400 mg/L. Se la concentrazione di cloruri è più alta si ha una interferenza negativa. In questo caso, trattare 100 mL di campione con una quantità equivalente di soluzione di solfato di argento.

Il ferro interferisce per concentrazioni superiori a 5 mg/L; in questo caso agitare una quantità definita di campione con ossido di zinco e filtrare.

I nitriti interferiscono positivamente per concentrazioni superiori a 2 mg/L; in questo caso aggiungere al campione prelevato per l'analisi, prima dell'evaporazione a secco, 0,05 g di solfato di ammonio .

Procedimento

Taratura

La taratura va effettuata all'inizio di ogni ciclo di analisi.

Preparare soluzioni diluite dalla madre (KNO_3 PM=101.11 PA(K)=39) da 0.5ppm fino a 10ppm (5-99uM) **concentrazione calcolata considerando le aggiunte che seguono**.

- 1) Portare al volume di 5 mL con acqua. Preparare inoltre un bianco con 5 mL di acqua deionizzata. Aggiungere alle soluzioni di taratura e al bianco 1 mL di soluzione di salicilato di sodio ($\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_3$, MW=160.11; Sciogliere 0,5 g e portare a 100 mL con acqua (31mM). La soluzione va preparata al momento dell'uso).
- 2) Portare a secco la soluzione su bagno ad acqua bollente. Lasciare raffreddare e riprendere il residuo con 2 mL di H_2SO_4 concentrato (96%, MW=98.08). Lasciare a riposo 10 minuti,
- 3) **Aggiungere la soluzione di H_2SO_4 concentrata** a 5 mL di H_2O e 5mL di soluzione di idrossido di sodio e tartrato di sodio e potassio [Sciogliere 40 g di NaOH (MW=40) e 6 g di tartrato di sodio e potassio ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, MW=282.23), raffreddare e portare a 100 mL con acqua. La soluzione va conservata in contenitore di polietilene], che provoca lo sviluppo della colorazione gialla, stabile almeno 1 ora.
- 4) Miscelare bene il tutto ed effettuare le letture alla lunghezza d'onda di 420 nm, utilizzando celle da 1 cm di cammino ottico.
- 5) Tracciare la curva di taratura ponendo in ascisse le quantità di NO_3 in μmg ed in ordinate i corrispondenti valori di assorbanza.

Determinazione Campione

Portare il campione di acqua, incolore, a pH 7 circa. Introdurre 5 mL, od un volume minore «V» diluito a 5 mL con acqua, procedere come descritto per la taratura.

Calcoli

Dal valore di assorbanza rilevato sul campione, utilizzando la retta di taratura, risalire alla concentrazione di NO_3 nel campione di suolo in esame