

INDICE

INTRODUZIONE ALLA SECONDA EDIZIONE	16
LE ANALISI CHIMICHE DAL PASSATO AI GIORNI NOSTRI	18
PREMESSA	21
 CAPITOLO 1	
METODI DI CAMPIONAMENTO DI ACQUE SOLIDI E ARIA	23
Prelievo acque: il piano di campionamento	25
<i>Sistemi di campionamento per liquidi (UNI 25667-1-2-3 1996)</i>	
Scelta delle apparecchiature per il campionamento di campioni liquidi	28
Sistemi di campionamento	29
<i>Campionamento di piccoli volumi di acque</i>	29
<i>Campionamento e filtrazione "in situ" di grossi volumi di acque</i>	31
I campionatori	32
<i>Campionatori portatili</i>	32
<i>Campionatori fissi</i>	32
<i>Procedura di campionamento</i>	32
<i>Conservazione del campione per campioni liquidi</i>	33
<i>Recipienti per la raccolta e il trasporto dei campioni</i>	34
<i>Volume del campione</i>	38
Sistemi da campionamento per solidi (UNI 10802-2004)	38
Campionamento casuale	39
Campionamento sistematico	41
<i>Campionamento sistematico casuale</i>	41
Campionamento sistematico stratificato	42
Campionamento dei gas nei flussi convogliati	42
Campionamento con assorbimento fisico	43
Campionamento con adsorbimento	48
Campionamento e analisi in situ	50
Tubo di Pitot	51
Composti inorganici del Cloro e del Fluoro	54

Acido Cloridrico all2 Istisan 98/0 UNI-EN 1911-1-2-3	54
Acido Fluoridrico All 2 ISTISAN 98/02 UNI 10787	55
Ossidi di azoto	56
Ossidi di zolfo	57
Campionamento delle polveri	59
Campionamento delle polveri negli effluenti gassosi	59
Campionamento isocinetico	61
Campionamento delle polveri nelle aree urbane	61
Campionatore ad alto volume	62
Campionatore personale	63
Impattatore a cascata	63
Campionamento delle polveri frazione PM ₁₀	64
Misurazione di emissioni da sorgente fissa (UNI EN 15259)	67
Generalità dell'impianto	67
Descrizione del ciclo produttivo	68
Descrizione delle tecnologie adottate per prevenire l'inquinamento	68
Qualificazione, quantificazione e caratteristiche delle emissioni in atmosfera	68
Campionamento alle emissioni del Carbonio organico totale (COT)	69
Campionamento alle emissioni delle sostanze organiche volatili (SOV)	69
Definizione di solvente della ISO/DIS 4618-4-1999	70
Alcune classi specifiche dei SOV	73
Determinazione dei SOV aerodispersi	77
Fiale rivelatrici	78
Canister (EPA TO-12, EPA TO-14-ASTM 5466-01)	79
Sacche e pipettoni per campionamento dell'aria	81
Monitoraggio in continuo delle emissioni	84
Misurazioni "in situ"	84
Ossigeno	85
Monossido di carbonio Biossido di Carbonio	86
Sistemi estrattivi	86
<i>Sistema estrattivo a secco</i>	87
<i>Sistema estrattivo a umido</i>	88
<i>Sistema estrattivo a diluizione</i>	88

Il campionamento passivo dell'aria	90
<i>Introduzione</i>	90
Principi di campionamento passivo.....	91
Legge della diffusione.....	92
Requisiti di un campionatore passivo in accordo con la UNI EN 838.....	94
Uso e applicazioni del campionamento passivo nelle analisi ambientali.....	95
Determinazione delle aldeidi.....	95
Determinazione dell'ozono.....	96
Determinazione dei solventi organici volatili.....	97

CAPITOLO 2

PARAMETRI CHIMICO-FISICI DELLE ACQUE	100
Solidi.....	100
ST.....	101
SS.....	101
SST.....	102
TDS.....	102
Ceneri.....	102
TVS.....	102
Umidità.....	102
Temperatura.....	104
Torbidità ¹³	106
Conducibilità ¹³	108
Salinità.....	109
<i>Scala di salinità pratica (1978 PSS78)</i>	109
PH(attività degli ioni idrogeno)(CNR-IRSA Q100 2060 ;SM20 4500-H+;EPA 150.1)	112
Alcalinità.....	115
Durezza ¹³	120
Indice di Langelier.....	121

CAPITOLO 3

COSTITUENTI INORGANICI NON METALLICI	122
Ossigeno Disciolto	122

Determinazione dei composti dell'azoto	126
Ammoniaca	126
Nitriti	129
Determinazione dello ione nitrato	132
Azoto totale (kjeldahl)	134
Determinazione dei composti del fosforo	135
Deteminazione del cloro residuo	137
Cloro residuo ¹³	138
Clorazione	139
Determinazione del cloro residuo	140
Determinazione iodometrica diretta (UNI EN ISO 7393-3:2002, EPA 330.2 EPA 330.3)	140
Determinazione indiretta	140
Titolazione Amperometrica (ASTM 1253-03 ,EPA 330.1)	140
Titolazione con DFD (EPA 330.4 , UNI EN ISO 7393-1:2002)	142
Reazione con DPD colorimetrica (APAT-CNR-IRSA 4080, EPA 330.5, ISS BHD 033 rev00 UNI EN ISO 7393-2:2002)	142
Siringaldazina (FACTS)	143
Ortotoluidina	143
Cristalli viola leuco (4,4',4'' metildinetris (N,N dimetilnilina))	144
Metilarancio	144
Cianuri	145
Determinazione dei Cianuri totali	146
Determinazione dei cianuri clorabili	147
Solfuri	148
Fluoruri (SM20 4500 F-,EPA 340,Q100 CNR-IRSA 4080)	151
Cloruri	153
CAPITOLO 4	
PREPARATIVA DEL CAMPIONE	156
PARAMETRI CHIMICI-METALLI	157

Preparazione(digestione)	158
Acido Nitrico ²³	158
Acido Cloridrico ²⁹	158
Acido fluoridrico ²⁹	159
Acido perclorico ²⁹	159
Acido Solforico ²⁹	160
Uso di miscele di acidi	160
Acqua Regia	161
Tipologie di mineralizzazione	162
Digestione con acido nitrico	175
Test di cessione ³¹	180
Introduzione	180
Metodologie dei test di cessione	181
Test di caratterizzazione di base	181
Leaching behaviour test- up-flow percolation test (UNI CEN TS 14405:2004)	182
Leaching behaviour test- Part 1:ANC Test	184
Leaching behaviour test- Part 1:pH –static test	185
Test di cessione per il test di conformità (art.1 punto 7 decreto 13 marzo 2003)	186
Test di conformità per rifiuti granulari	186
UNI 10802:2004-A.2	
<i>Pezzatura del rifiuto</i>	186
<i>Determinazione del contenuto di sostanza secca</i>	187
<i>Condizioni di prova e fase di lisciviazione</i>	187
<i>Fase di separazione liquido /solido</i>	187
Preparazione dell'eluato all'analisi	188
<i>informazioni generali</i>	188
<i>informazioni sulla prova di eluizione</i>	188
PROVA DI ELUIZIONE PER RIFIUTI MONOLITICI	189
UNI 10802:2004-A.3	189
DETERMINAZIONE DEGLI ANALITI NEGLI ELUATI	190
ANALISI STRUMENTALE	191
Spettrofotometria d'assorbimento atomico (AA) ¹³⁻³²	191

Assorbimento atomico- fornello di grafite (GFAA) ¹³	192
ARGON PLASMA ACCOPPIATO INDUTTIVAMENTE(ICP)	
A SPETTROMETRIA DI MASSA¹³⁻¹⁴	209
La strumentazione	202
La sorgente	202
Lo spettrometro di massa	204
La tecnica	205
Le applicazioni	205
Voltammetria di Stripping Anodico¹ (SM₂₀ 3130-ASTM D 3559-03B-ASTM D 3557-02 B)	209
Metodi di preconcentrazione dei metalli (APAT-CNR-IRSA 3040-03-ASTM-6800-02-EPA 1640-UNI 10901-01)	210
Speciazione dei metalli	212
Determinazione del Cromo esavalente	213
Volatilizzazione dei metalli dai campioni	216
Analisi del Mercurio: Tecnica ai vapori freddi	217
CAPITOLO 5	
PARAMETRI ORGANICI	219
Carbonio organico totale (cot)	209
Carbonio totale (CT)	219
Carbonio inorganico(CI)	219
Carbonio organico totale	219
ALOGENI dei composti organici adsorbibili (TOX Total Organic Halide)	220
Tensioattivi	221
Idrocarburi Olii e grassi	223
Pre-trattamento e preparativa per la determinazione degli idrocarburi leggeri c<10	223
Metodo EPA 5000	226
Metodo EPA 5021	226

Metodo EPA 5032	226
EPA 5035	226
Altri metodi	227
Determinazione degli idrocarburi leggeri (c<10)	227
Metodo 8015b	227
Metodo EPA 8260	227
Pre-trattamento e preparativa per la determinazione degli idrocarburi pesanti c₁₀-c₂₈	228
Il metodo EPA 3500b	228
EPA 3540c	228
EPA 3541	228
EPA 3545	228
EPA 3550b	229
EPA 3560	229
Determinazione degli idrocarburi pesanti c₁₀-c₂₈	230
EPA 8015b	230
EPA 8270c	230
EPA 8440	230
ALTRE METODICHE	230
FENOLI TOTALI	232
RICHIESTA CHIMICA D'OSSIGENO (COD)⁸⁵	238
ESTRAZIONE E PURIFICAZIONE DEL CAMPIONE PER ANALISI ORGANICHE	241
Introduzione	241
Estrazione dei composti organici semivolatili da matrici Solide	241
La frazione organica del suolo	242
Estrazione con il SOXHLET	243
Estrazione liquido-solido	244
Estrazione ad ultrasuoni	245
ESTRAZIONE CON MICRO-ONDE	245
Introduzione e principio di funzionamento	245
Sistema di estrazione con contenitori chiusi	246
Sistema di estrazione a sistema aperto	247

estrazione con fluido pressurizzato	247
strumentazione	248
ESTRAZIONE CON FLUIDO SUPERCRITICO (SFE)	249
Principali metodi DI ESTRAZIONE ED ANALISI DEI COMPOSTI ORGANICI DAI SUOLI	250
METODI UFFICIALI DI ANALISI CHIMICA DEL SUOLO (D.M. 11/09/99)	250
METODICHE EPA	250
METODO EPA 3540	250
METODO EPA 3541	250
METODO EPA 3545	250
METODO 3550 EPA	251
METODO 3560 EPA	251
METODO 3561 EPA	251
METODO 9078 EPA	251
METODI DI PURIFICAZIONE ED ANALISI (EPA 3510/EPA 8000)	252
METODI CNR-IRSA PER I FANGHI	254
METODO 22, GENNAIO 1988	255
METODO 24 A , OTTOBRE 1988	255
METODO 24 B , OTTOBRE 1988	256
METODO 22 A, GENNAIO 1989	256
METODO 25 , GENNAIO 1990	256
METODO 23 A, GENNAIO 1989	256
METODO 23 B, SETTEMBRE 1990	256
METODO 19 A, GIUGNO 1993	256
Estrazione dei composti organici semivolatili dai liquidi	257
Estrazione liquido-liquido	257
ESTRAZIONE IN FASE SOLIDA(SPE)	258
Tipologie di fasi per estrazione solida-(SPE)	259
Microestrazione in fase solida	260
Fibre SPME	260
Stir bar sorpitve extraction (SBSE)	267

Confronto tra i metodi di estrazione	268
ESTRAZIONE DEI COMPOSTI ORGANICI VOLATILI DA LIQUIDI E SOLIDI ..	270
Analisi dei composti organici volatili nei solidi e liquidi	270
<i>Estrazione con spazio di testa statico</i>	270
<i>Estrazione con spazio di testa dinamico: "purge and trap"</i>	271
<i>Strumentazione</i>	272
Micro estrazione in fase solida solida (SPME) e "purge and trap"	273
Trattamenti in post estrazione : purificazione del campione nelle analisi dei composti organici	275
<i>Colonna di allumina</i>	275
<i>Colonna di florisil</i>	275
<i>Colonna di gel di silice</i>	275
<i>Cromatografia a permeazione su gel</i>	276
<i>Partizione acido-base</i>	276
<i>Purificazione con acido solforico/permanganato</i>	276
Analisi in ultra tracce: le diossine	277
CAPITOLO 6	
LC-MS NELLE ANALISI CHIMICHE AMBIENTALI	280
Ionizzazione elettronica (IE)	282
Ionizzazione chimica	283
Ionizzazione chimica a pressione atmosferica	284
Ionizzazione elettrospray(ESI)	285
<i>Introduzione</i>	285
<i>Interfaccia per la ionizzazione elettrospray</i>	285
<i>Sorgente Bruins-Sciex Ionspray®</i>	286
<i>Elettrospray Smith</i>	287
Meccanismo della ionizzazione elettrospray	288
L'aspetto degli spettri di massa ESI	291
Fotoionizzatore a pressione atmosferica	294
vantaggi e svantaggi delle tecniche di ionizzazione in lc-ms	294