

DETERMINAZIONE DELL'AZOTO

^aBadalucco L., ^aLaudicina V.A., ^bRao M.A., ^bScelza R.

^a *Università degli Studi di Palermo*

^b *Università degli Studi di Napoli "Federico II"*

Email: laudicina@unipa.it; tel.: 0917028172

Giornata Studio Metodi Analisi Chimiche del Suolo

Bologna, 31 marzo 2011

*La revisione dei metodi ufficiali di analisi chimiche del suolo: aspetti chimici
ambientali ed interpretazione agronomica*

Edizione 2000

XIV. Azoto

XIV.1. Determinazione dell'N totale con analizzatore elementare

XIV.2. Mineralizzazione Kjeldahl all'idrogeno perossido

XIV.3. Determinazione dell'N totale per distillazione secondo Kjeldahl

XIV.4. Estrazione dell'N minerale con soluzione di potassio cloruro

XIV.5. Estrazione dell'N solubile in soluzione di calcio cloruro

XIV.6. Determinazione dell'N minerale per distillazione

XIV.7. Determinazione degli ioni ammonio con l'impiego di elettrodo specifico

XIV.8. Determinazione degli ioni nitrato con l'impiego di elettrodo specifico

XIV.9. Determinazione degli ioni nitrato per cromatografia ionica

XIV.10. Determinazione dell'N ammoniacale(Diffusione gassosa)

XIV.11. Determinazione dell'N ammoniacale (Reazione di Berthelot)

XIV.12. Determinazione dell'N nitrico e nitroso(Reazione di Griess-Ilosvay)

XIV.13. Determinazione dell'N nitroso (Reazione di Griess-Ilosvay)

XIV.14. Determinazione degli ioni ammonio non scambiabili

Edizione ????

- ?1. Azoto: introduzione
- ?2. Determinazione dell'N totale con analizzatore elementare
- ?3. Determinazione dell'N totale (Metodo semi-micro-Kjeldahl)
- ?4. Determinazione dell'N totale (Metodo semi-micro-Kjeldahl modificato)
- ?5. Estrazione dell'N con soluzione salina
- ?6. Determinazione dell'N totale estraibile (micro-Kjeldahl)
- ?7. Determinazione dell'N totale estraibile (persolfato di K)
- ?8. Determinazione degli ioni ammonio estraibili (colorimetrico)
- ?9. Determinazione degli ioni nitrato estraibili (colorimetrico)
- ?10. Estrazione di N con acido cloridrico e sua determinazione
- ?11. Frazionamento dell'N estratto con HCl

?1. Azoto: introduzione

1. Forme, quantità, reazioni e trasformazioni dell'N nel suolo
2. Principali fattori che possono influenzare i diversi pool di N nel suolo
3. Linee guida per il trattamento del campione di suolo post-campionamento

?2. Determinazione dell'N totale con analizzatore elementare

(in collaborazione con capitolo “Determinazione del C organico)

?3. Determinazione dell'N totale (Metodo semi-micro-Kjeldahl)

(il metodo non include quantitativamente i nitrati)

Edizione 2000 (SSSA, 1982)

2,5 g suolo + 4 mL H₂O₂ + 11 mL H₂SO₄ → eboll. 30' → 4 mL H₂O₂ → eboll. 30'

Soil Science Society of America, 1996

1 mg N + catalizzatori Kjeldahl + 3 mL H₂SO₄ → 3 h a 375°C

Canadian Society of Soil Science, 2008

1 mg N + 2 mL H₂O + 3,5 g K₂SO₄-CuSO₄ + 10 mL H₂SO₄ → 3.5 h a 360°C

1 mg di N = 0.25 -2.0 g di suolo

?4. Determinazione dell'N totale (Metodo semi-micro-Kjeldahl modificato)

Prima di procedere con la classica mineralizzazione Kjeldahl, il metodo prevede l'ossidazione di NO_2^- a NO_3^- per trattamento con KMnO_4 e H_2SO_4 e successivamente la riduzione di NO_3^- a NH_4^+ con Fe ridotto.

Il metodo KMnO_4 -Fe ridotto è tra i preferiti in quanto permette il recupero quantitativo di NO_2^- e NO_3^- , che è di fondamentale importanza in particolare per gli studi che prevedono l'utilizzo dell'isotopo ^{15}N

Edizione ????

- ?1. Azoto: introduzione
- ?2. Determinazione dell'N totale con analizzatore elementare
- ?3. Determinazione dell'N totale (Metodo semi-micro-Kjeldahl)
- ?4. Determinazione dell'N totale (Metodo semi-micro-Kjeldahl modificato)
- ?5. Estrazione dell'N con soluzione salina**
- ?6. Determinazione dell'N totale estraibile (micro-Kjeldahl)**
- ?7. Determinazione dell'N totale estraibile (persolfato di K)
- ?8. Determinazione degli ioni ammonio estraibili (colorimetrico)
- ?9. Determinazione degli ioni nitrato estraibili (colorimetrico)
- ?10. Estrazione di N con acido cloridrico e sua determinazione
- ?11. Frazionamento dell'N estratto con HCl

?5. Estrazione dell'N con soluzione salina

1. *Jones D.L., Willet V.B., 2006, Soil Biol Biochem 38: 991-999.*
2. *Ros et al., 2009, Soil Biol Biochem 41: 1029-1039.*

Principali fattori che influenzano il pool di N estraibile dal suolo

- Preparazione del campione di suolo (setacciatura)
- Temperatura di estrazione
- Concentrazione della soluzione salina
- Separazione delle fasi
- Tempo di agitazione
- N° di repliche (intensità di campionamento)
- Conservazione dell'estratto salino

L'estratto è idoneo anche per la "Determinazione del C organico estraibile in soluzione salina" (da inserire nel capitolo C organico)

?6. Determinazione dell'N totale estraibile (micro-Kjeldahl)

Il metodo prevede la mineralizzazione dell'estratto con acido solforico e solfato di rame come catalizzatore e la successiva determinazione dell'N per distillazione.

Il metodo non include quantitativamente i nitrati

?7. Determinazione dell'N totale estraibile (persolfato di K)

Doyle et al., 2004. Persulfate digestion and simultaneous colorimetric analysis of carbon and nitrogen in soil extracts. SSSAJ 68, 669-676

L'N organico estratto e l' NH_4^+ vengono ossidati a NO_3^- con soluzione di persolfato di K

In tubi Pirex da 15 mL

5 mL di estratto in $0,5\text{M K}_2\text{SO}_4$ + 5 mL di reagente persolfato



In stufa a 80°C

Il campione digerito è idoneo anche per la determinazione del C estraibile

?8. Determinazione degli ioni ammonio estraibili (colorimetrico)

Mulvaney R.L., 1996. Nitrogen-Inorganic forms. In D.L. Sparks (Ed.), Methods of Soil Analysis. Chemical Methods. Part 3. SSSA Book Series No. 5. Soil Science Society of America and American Society of Agronomy. Madison, WI, USA.

Nella vecchia versione del metodo (Dorich, R.A., Nelson D.W., 1983, SSSAJ 47:833–836) era usato il fenolo. Il nuovo metodo prevede la sua sostituzione con sodio-salicilato.

?9. Determinazione degli ioni nitrato estraibili (colorimetrico)

Sims & Jackson, 1971. Rapid Analysis of soil nitrate with Chromotropic acid. SSSAJ 35: 603-606

3 mL di estratto in 0,5M K_2SO_4 + 7 mL di reagente

Reagente = soluzione del sale disodico dell'acido cromotropico (1,8-diidrossi-3,6-naftalendisolfonico) in acido solforico ed acido cloridrico.

Edizione ????

- ?1. Azoto: introduzione
- ?2. Determinazione dell'N totale con analizzatore elementare
- ?3. Determinazione dell'N totale (Metodo semi-micro-Kjeldahl)
- ?4. Determinazione dell'N totale (Metodo semi-micro-Kjeldahl modificato)
- ?5. Estrazione dell'N con soluzione salina
- ?6. Determinazione dell'N totale estraibile (micro-Kjeldahl)
- ?7. Determinazione dell'N totale estraibile (persolfato di K)
- ?8. Determinazione degli ioni ammonio estraibili (colorimetrico)
- ?9. Determinazione degli ioni nitrato estraibili (colorimetrico)
- ?10. Estrazione di N con acido cloridrico e sua determinazione
- ?11. Frazionamento dell'N estratto con HCl

?10. Estrazione di N con acido cloridrico e sua determinazione

Stevenson F.J., 1996. Nitrogen-organic forms. In D.L. Sparks (Ed.), Methods of Soil Analysis. Chemical Methods. Part 3. SSSA Book Series No. 5. Soil Science Society of America and American Society of Agronomy. Madison, WI, USA.

Estrazione: il suolo è idrolizzato con 6M HCl caldo (a refluxo) per 12 ore

Determinazione: metodo Kjeldahl

Permette la quantificazione del pool di azoto idrolizzabile e non idrolizzabile (per differenza con l'N totale)

?11. Frazionamento dell'N estratto con HCl

1. Determinazione dell'N ammoniacale
2. Determinazione dell'N α -amminoacidico
3. Determinazione dell'N degli amminozuccheri

Principi e breve descrizione del metodo

DETERMINAZIONE DELL'AZOTO

^aBadalucco L., ^aLaudicina V.A., ^bRao M.A., ^bScelza R.

^a *Università degli Studi di Palermo*

^b *Università degli Studi di Napoli "Federico II"*

Email: laudicina@unipa.it; tel.: 0917028172

Giornata Studio Metodi Analisi Chimiche del Suolo

Bologna, 31 marzo 2011

*La revisione dei metodi ufficiali di analisi chimiche del suolo: aspetti chimici
ambientali ed interpretazione agronomica*