

Novawave – Nota Applicativa

Il Microonde per velocizzare le determinazioni TKN

Introduzione:

Questo studio valuta l'efficienza del Novawave, forno a microonde di nuovissima generazione prodotto dalla SCP, come valida alternativa all' attacco con strumentazione TKN per matrici come fanghi, acque reflue, latte e alimenti per bambini (purea di frutta).

I risultati vengono comparati con la digestione in TKN, blocco ad alta temperatura (>400°C), come il DigiPrep HT.

Campioni :

Fanghi – 6% del solido (0.5-1g.)

Acqua reflua – 5m

Latte – 2% (1-5g)

Purea di frutta – 2g.

Strumentazione e Reagenti:

- Novawave SA, forno a microonde (MW)
- Rack 12 posti con vessel in quarzo da 75ml in classe A Volumetrica
- Tappi in Teflon
- Sensori di Pressione tarati a 35 bars
- H2SO4 98%
- H2O2 30%
- H2SO4 0.1N e 0.001N
- Acido Borico
- NaOH 12.5M
- Indicatore Metil Arancio
- DigiPrep HT, vessel 250ml



OSNAGO –LC

Tel: +39 039 9280061

Cell: +39 366 5767989

www.quantanalitica.com

info@quantanalitica.com

NOVAWAVE

Una nuova categoria di forni a microonde, anche automatici

Preparazione del campione – fango (MW):

- 1g di fango,
- 5ml H₂SO₄,
- 10ml H₂O₂,
- 15' di riposo.
- Il campione viene inserito nella rack del microonde, la digestione segue il profilo di temperatura 1

Preparazione del campione – acqua di scarico (MW):

- ✓ 5ml H₂SO₄,
- ✓ 5ml Acqua di scarico,
- ✓ 5ml H₂O₂,
- ✓ Il campione viene inserito nella stessa rack del campione precedente, la digestione segue il profilo di temperatura 2.

Preparazione del campione – latte (MW):

- 1ml di latte,
- 10ml di H₂SO₄,
- 10ml H₂O₂,
- Il campione viene inserito nella rack con tutti gli altri campioni, la digestione segue il profilo di temperatura 3.

Preparazione del campione – purea di frutta (MW):

- 2g di purea di frutta,
- 5ml H₂SO₄,
- Il campione viene inserito nella stessa rack dei campioni precedenti, la digestione avviene in due steps: segue il profilo di temperatura 4, per H₂SO₄, con conseguente raffreddamento del campione (55°C) e con l'aggiunta di 10ml di H₂O₂ con digestione seguendo il profilo di temperatura 5.

Profilo di temperatura dei campioni – (MW):

	Rampa minuti	Temperatura °C	Isotherma minuti	Campione
Profilo 1	15	230	15	Fango
Profilo 2	15	220	10	Acqua di scarico
Profilo 3	15	230	15	Latte
Profilo 4	20	250	5	Purea di frutta
Punto 5	15	200	10	Purea di frutta

Da questi profili di temperatura, si capisce già la potenzialità del Novawave:

- si possono processare campioni diversi simultaneamente nella stessa corsa.

Infatti il Novawave è dotato di:

- 12 magnetometri per 12 vessel: digestione vessel x vessel;
- 12 Infrarossi per il monitoraggio continuo della temperatura per ciascun campione;
- 12 sonde per il controllo continuo della pressione, con ventilazione automatica del vessel in caso di sovrappressione ai 35 bars, nessun costo di consumabili;
- Chiusura manuale dei vessel, senza la necessità di alcun ausilio esterno;
- Chiusura automatica delle porte del forno;
- Possibilità di utilizzare la rack del Novawave per pochi campioni escludendo dal software le postazioni inutilizzate;

Foto di alcuni campioni prima e dopo la digestione in microonde:



Nella foto il campione di fango

A sinistra prima della digestione in microonde;

A destra dopo la digestione in microonde.



Nella foto il campione di latte

A sinistra prima della digestione in microonde;

A destra dopo la digestione in microonde.

Preparazione del campione – fango (HT):

- 1g di fango,
- 15ml H₂SO₄,
- 0.02g di CuSO₄,
- Il campione viene inserito nella rack del digestore ad alta temperatura, la digestione segue il profilo di temperatura A+B.

Preparazione del campione – acqua di scarico (HT):

- ✓ 15ml H₂SO₄,
- ✓ 5ml Acqua di scarico,
- ✓ 0.02g di CuSO₄
- ✓ Il campione viene inserito nella rack del digestore ad alta temperatura, la digestione segue il profilo di temperatura A+B.

Preparazione del campione – latte (HT):

- 2ml di latte,
- 20ml di H₂SO₄,
- 0.02g di CuSO₄
- Il campione viene inserito nella rack del digestore ad alta temperatura, la digestione segue il profilo di temperatura A+B.

Preparazione del campione – purea di frutta (HT):

- 2g di purea di frutta,
- 15ml H₂SO₄,
- 0.02g di CuSO₄
- Il campione viene inserito nella rack del digestore ad alta temperatura, la digestione segue il profilo di temperatura A+B.

Profilo di temperatura dei campioni – (HT)

Stage	Rampa minuti	Temperatura °C	Isotherma minuti
A	30	180	30
B	30	360	180

Dopo la digestione in microonde e nel sistema ad alta temperatura a ciascun campione vengono aggiunti 85ml di acqua, 75ml di NaOH, ed effettuata la distillazione. Vengono raccolti ca 100-150ml e su ciascuno di essi viene fatta la titolazione.

Questi i valori(mg/kg) comparati per tecnica e per campione.

	Novawave*	TKN*	CRM	Recupero MW	Recupero HT
Fango	61534	60968	60925	101 %	100%
Acqua di scarico	37,1	37,1	37,5	99%	99%
Latte	4,62	4,48	—	—	—
Purea di frutta	5,89	5,98	—	—	—

*media di 4 digestioni per campione

Conclusioni

Il microonde di nuova generazione Novawave, provvede ad una digestione più veloce del sistema classico ad alta temperatura senza bisogno del catalizzatore.

La digestione col microonde, incluso raffreddamento, è completa in meno di un'ora contro la via convenzionale di più di quattro ore.

I risultati sono comparabili e la distillazione dei campioni è l'unica tecnica che può essere utilizzata per determinare il contenuto di azoto nei campioni.

Nel caso del latte, se si volesse utilizzare un volume maggiore (5ml) è consigliabile un altro profilo di temperatura che viene qua riportato:

Profilo di temperatura del latte – 5ml – (MW):

	Rampa minuti	Temperatura °C	Isoterma minuti
Profilo 1	15	230	15
Profilo 2	10	180	10

Dopo l'aggiunta di 10ml di H₂SO₄ la soluzione diventa nera, si digerisce seguendo il profilo 1.

Si raffredda e si aggiungono 10ml di H₂O₂ e si digerisce seguendo il profilo 2. Si prosegue con la distillazione e titolazione come sopra riportato

I tempi di digestione col microonde in questo caso, incluso raffreddamento sono di ca. un'ora: sempre lontani da quelli di quattro ore.