



Executive Summary

Indagini sulla idoneità di impermeabilizzanti al contatto con alimenti

Introduzione:

In questa relazione sono presentati i risultati ottenuti nelle prove di cessione di specie chimiche, tra quelle dichiarate dalla Ditta Produttrice costituenti i liquidi impermeabilizzanti per superficie lapidee, in seguito all'attuazione con gli stessi di strati di copertura su materiali diversi.

Due distinti campioni di liquidi impermeabilizzanti, prodotti dalla Ditta GENERAL, sono stati ricevuti dalla CGS s.a.s. di Pisa:

- IMPERSTON
- IMPERSTON NATURA

Entrambi i campioni di liquidi sono stati consegnati nei loro recipienti originali recanti etichetta della Ditta Produttrice, chiusi con tappo a vite e corredati di istruzioni per l'uso. Dal momento della ricezione i campioni sono stati mantenuti nei rispettivi contenitori e conservati a temperatura controllata (20°C).

Significato e scopo delle indagini:

- Accertare la presenza di specie chimiche cedute dalla copertura impermeabilizzante realizzata su vari tipi di materiali, secondo le indicazioni fornite nelle istruzioni inviate a parte dalla Ditta Produttrice e a noi inoltrate da CGS s.a.s..
- Valutare se tale eventuale presenza, quando a contatto con alimenti, possa comportare rischio per la salute degli utilizzatori finali.

Criteri adottati per le indagini:

Tenendo conto di quanto indicato al punto precedente e delle normative in merito, le indagini sono state effettuate attraverso le seguenti fasi:

CONFIDENTIAL

28/02/2001.



- Predisposizione di provini (parallelepipedi con spessore approssimativo di 1 cm e superficie piana di circa 50 cm²) per ciascuno dei materiali sotto riportati:
 - Marmo
 - Granito
 - Cotto
- Per ciascun tipo di materiale e secondo le specifiche della Ditta Produttrice, attuazione di uno strato impermeabilizzante sulla superficie piana di ciascun provino con uno dei due prodotti.
- Inserimento e conservazione dei provini a contatto con il liquido simulante in camera chiusa di vetro, a temperatura controllata per un tempo appropriato.
- Ripetizione dei saggi sugli stessi provini impermeabilizzati, con liquido simulante identico a quello usato in precedenza.
- Utilizzo di tecniche analitiche per il rilevamento dell'eventuale cessione.
- Confronto dei risultati.



Informazioni generali

In base al D.M. 21 Marzo 1973 e alle successive modifiche ed integrazioni (appendice A), l'idoneità di un prodotto al contatto con alimenti viene stabilita mediante l'esecuzione di saggi analitici, definiti *prove di cessione*, nei quali il prodotto stesso è posto a contatto (*attacco*) con un liquido che simuli il potere estrattivo di un tipo di sostanza alimentare (*liquido simulante*).

Obiettivo del saggio è l'analisi del liquido simulante i cui risultati sono di solito espressi in termini di:

- Migrazione Totale (mg/dm²)
- Migrazione Specifica (mg/L ovvero ppm) di una determinata specie chimica

Riportiamo l'elenco dei liquidi simulanti previsti per le prove di cessione, assieme alle categorie alimentari che essi rappresentano:

Liquido simulante	Categoria alimentare rappresentata
A: Acqua distillata	Alimenti acquosi neutri
B: Soluzione 3% (p/v) di acido acetico	Alimenti acquosi acidi
C: Soluzione 10% (v/v) di etanolo	Alimenti alcolici neutri
D: Olio di oliva o girasole rettificati; oppure ¹ i 'mezzi di prova': isoottano, etanolo 95%, MPPO ²	Alimenti oleosi e grassi

Per ciascun saggio sono previsti tre attacchi successivi, e l'analisi del liquido proveniente dal terzo attacco.

Tempi e temperature delle prove di cessione sono correlati con la destinazione d'uso del materiale in esame. Delle condizioni previste dal D.M. 21 Marzo 1973 e seguenti, per i prodotti esaminati nel corso della presente indagine sono state selezionate quelle riportate nella sezione relativa alle procedure.

¹ Il D.M. 22 Luglio 1998 prevede 'prove sostitutive' e 'prove alternative' all'uso dei liquidi simulanti delle sostanze grasse. Le 'prove sostitutive' utilizzano 'mezzi di prova' alle 'condizioni convenzionali delle prove sostitutive'; esse possono essere preferite qualora per motivi tecnici inerenti al metodo di analisi non sia possibile eseguire la prova di migrazione utilizzando olio di oliva oppure olio di girasole rettificati.

² MPPO: Modified PolyPhenyl Oxide



Limiti di riferimento

MIGRAZIONE TOTALE

Limite di migrazione totale (TML) ammesso (EU) per un test di cessione:

- 10 mg/dm²

Limite di migrazione totale (TML) ammesso dalla normativa Italiana (D.M. 21 Marzo 1973):

- 8 mg/dm²

MIGRAZIONE SPECIFICA

Non essendo previsti dalla normativa valori limite per le sottoriportate specie chimiche, riteniamo utile ricordare alcuni valori limite correlati, tratti dalle varie normative italiane ed internazionali:

FLUORURI:

- massima concentrazione ammessa nelle acque potabili (Dir. 80/778/CEE): 1.5 ppm
- massima concentrazione ammessa nelle acque potabili (National Primary Drinking Water Regulation, EPA): 4 ppm
- massimo fluoruro estratto (U.S. FDA CFR): 0.46mg/dm²
- massimo fluoruro estratto, calcolato come concentrazione nel volume di liquido simulante a contatto col prodotto (U.S. FDA CFR): 5 ppm

CLORURI

- massima concentrazione ammessa nelle acque potabili (Dir. 80/778/CEE): 200 ppm

SOLFATI

- massima concentrazione ammessa nelle acque potabili (Dir. 80/778/CEE): 250 ppm



METALLI PESANTI

- massima concentrazione ammessa nelle acque potabili:

Elemento	Dir. 80/778/CEE ppm	NPDWR ³ , EPA ppm
Fe	0.3	-
Cu	0.05	1.3
Zn	3	5 (NSDWR) ³
Al	-	0.2 (NSDWR) ³
As	0.05	0.05
Cd	0.005	0.005
Pb	0.05	0.015
Se	0.01	0.05
Cr	0.05	0.1
Hg	0.001	0.002
Ba	0.1	-

³ NPDWRs: National Primary Drinking Water Regulations.

NSDWRs: National Secondary Drinking Water Regulations.



• Metodi di analisi⁴

Prove ponderali (D.M. 21 Marzo 1973): *Migrazione Totale*.

Cromatografia Ionica (EPA /600/R-93/100, ASTM 11.01, 11.02): *Anioni*.

ICP-MS (EPA/600/R-94/111): *Metalli*.

IR: *Caratterizzazione, TOC*⁵.

NMR ¹H, ¹⁹F, ¹³C: *Caratterizzazione e Fluoro*.

Strumentazione

Spettroscopia Infrarossa:

Spettrofotometro Perkin-Elmer FTIR 1725X a raggio singolo, finestre di KBr nella regione 4000-400 cm⁻¹. Gli spettri sono stati elaborati utilizzando i softwares IRplus, Lotus 1-2-3, e Microsoft Excel.

Spettroscopia di Risonanza Magnetica Nucleare:

Strumento Varian Gemini 200 BB. Gli spettri sono stati elaborati utilizzando i softwares Acorn NMR Nuts, Mestre-C, e ACD SpecViewer.

Cromatografia Ionica:

Cromatografo Dionex Series 4500i equipaggiato con Pulsed Electrochemical Detector, e collegato al Laboratory Computing Integrator Perkin-Elmer LCI-100.

Condizioni cromatografiche:

- Colonna: Dionex IonPac AS9-SC Analytical Column
- Guard: AG9-SC
- Eluent: 1.8 mM Na₂CO₃ / 1.7 mM NaHCO₃

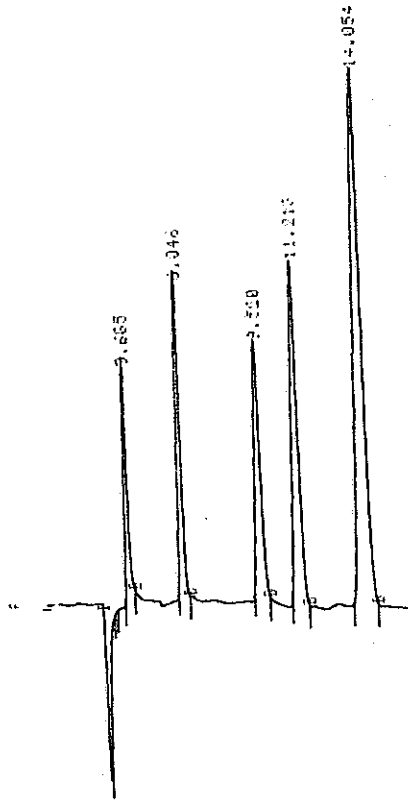
⁴ vedere Appendice B.

⁵ Per completezza, nel caso del simulante A, sono state eseguite misure di TOC (total organic carbon) e TC (total carbon = total organic carbon + inorganic carbon), pur non essendo previsti dalla normativa limiti di migrazione specifica con detto metodo.



- Regenerant: 25mM H₂SO₄
- Regenerant flow rate: 5.0 mL/min

Standard utilizzato:



Cromatogramma relativo allo Standard
DIONEX; secondo l'ordine di eluizione:

- Fluoruri 2 ppm
- Cloruri 3 ppm
- Nitrati 10 ppm
- Fosfati 15 ppm
- Solfati 15 ppm

ICP-MS:

Varian UltraMass-700 ICP-Mass Spectrometer

Sample Preparation System: Varian SPS-5

Internal Standard:

- In 25 ppb
- Cs 25 ppb
- Y 25 ppb

TOC:

TOC 2000 Apparatus.

CONFIDENTIAL

28/02/2001.



Procedure

I saggi di cessione – indicati come Prova 1, Prova 2, Prova 3 per i liquidi simulanti A, B, C, e come Prova A, Prova B per il simulante D e i ‘mezzi di prova’ – consistevano in:

- Prova 1: ‘Contatto breve’ per 24h alla temperatura di 20°C (3 attacchi, analisi del liquido proveniente dal 3°)
- Prova 2: ‘Contatto breve’ per 30’ alla temperatura di 25°C (3 attacchi con analisi del liquido proveniente dal 3°)
- Prova 3: ‘Contatto breve’ per 2h alla temperatura di 40°C (3 attacchi con analisi del liquido proveniente dal 3°)
- Prova A: ‘Contatto breve’ per 2h alla temperatura di 40°C (3 attacchi con analisi del liquido proveniente dal 3°)
- Prova B: ‘Contatto breve’ per 24 ore a 20°C (3 attacchi con analisi del liquido proveniente dal 3°)

Prova Ponderale (D.M. 21 Marzo 1973):

Il liquido simulante proveniente dalla prova di migrazione (1, 2, 3, A o B) viene raccolto, il solvente è svaporato, il residuo essiccato (105°C) fino a peso costante, raffreddato 30’ in essiccatore e pesato definitivamente.

La Migrazione Totale in mg/dm² viene calcolata come e/S dove:

e = massa del residuo in mg

S = superficie di materiale messa a contatto con il liquido simulante in dm²



DATI ANALITICI

Tutte le prove sono state eseguite su provini di marmo, cotto e granito trattati con i prodotti in esame secondo le specifiche della Ditta Produttrice, lasciati essiccare per 96 ore dopo il trattamento, quindi lucidati con un panno pulito di cotone.

A questo punto i provini sono stati messi a contatto con il liquido simulante, rispettando il rapporto superficie/volume previsto dal D.M. 21 Marzo 1973.

I provini sono stati riuniti in serie siglate secondo il trattamento ricevuto e il liquido simulante utilizzato, con la legenda 'Serie XN' dove:

X= sigla del liquido simulante usato (A, B, C, D)

N= tipo di trattamento:

- 1= un trattamento con IMPERSTON NATURA
- 2= un trattamento con IMPERSTON

Per ciascuna serie sono indicate le prove eseguite (con la legenda: Prova 1, Prova 2, Prova 3, Prova A, Prova B).

All'interno delle singole serie, i provini sono numerati e siglati con G (granito), M (marmo), C (cotto).

Ciascuna prova è stata eseguita con almeno tre provini sottoposti ad eguale trattamento.

Non è stata riscontrata differenza significativa di cessione tra campioni provenienti dalle prove 1, 2 o 3; i risultati analitici riportati sono una media ponderata tra i risultati delle varie prove.



Liquido simulante A

Provini di Granito, Marmo sono stati sottoposti a saggi di migrazione con acqua distillata, purificata con sistema Milli-Q (*Millipore*).

SERIE A1: Prove 1, 2 e 3.

- Provini G.
- Provini M.

PROVA PONDERALE:

La migrazione totale media risultata dai campioni delle serie A1 è:

A1: G: 2.0 mg/dm²

A1: M: 0.1 mg/dm²

ANALISI IR:

i campioni G, M della serie A1 hanno mostrato nell'infrarosso le sole bande di assorbimento dovute all'acqua Milli-Q, cioè assenza di cessione da parte del materiale in esame.

ANALISI CROMATOGRAFICHE:

Le analisi condotte con cromatografia ionica hanno rivelato in tutti i campioni presenza di cloruro, che comunque si mantiene ampiamente entro i limiti.

I risultati quantitativi sono riportati in tabella a1.



Tabella a1: anioni quantificati per IC su alcuni provini della serie A1

sample #	F	Cl
G1		8.76ppm
G2		8.89ppm
M1		6.22ppm
M2		6.65ppm

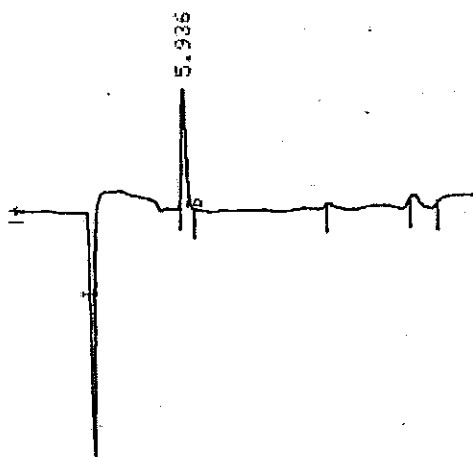


figura 1: cromatogramma, campione G1

ANALISI ICP-MS:

Le analisi condotte indicano assenza di concentrazioni significative di cationi metallici nel liquido simulante (tabella a2). Gli elementi non presenti in tabella hanno mostrato concentrazioni inferiori a 1 ppb.



Tabella a2: cationi metallici nei liquidi simulanti delle serie A1 (valori medi)

Elemento	Concentrazione (ppb)
Na 23	95
Mg 24	24
Al 27	90
Zn 66	6
Sr 88	26

ANALISI DI TOC:

I valori medi di TOC per i campioni della serie A1 sono riportati in tabella a3.

Tabella a3: valori medi di TOC in alcuni campioni della serie A1

Campione	TOC (ppm)	TC (ppm)
M1	1.359	2.132
M2	1.440	2.127
G1	1.474	2.330
G2	1.501	2.480
G3	1.507	2.267

SERIE A2: Prove 1, 2 e 3.

- Provini G.
- Provini M.

ANALISI IR:

Lo spettro infrarosso di tutti i campioni mostra una evidente spalla intorno a 1712 cm^{-1} dovuta allo stretching del gruppo MeCOO (acetato), che è invece assente nel bianco (acqua Milli-Q).

ANALISI CROMATOGRAFICHE:

Con cromatografia ionica la presenza di acetati è stata riscontrata -in tutti i campioni trattati con IMPERSTON: con questa tecnica, il segnale dovuto



all'acetato può interferire (come nel nostro caso) nella determinazione del fluoruro a causa dei tempi di ritenzione molto vicini.

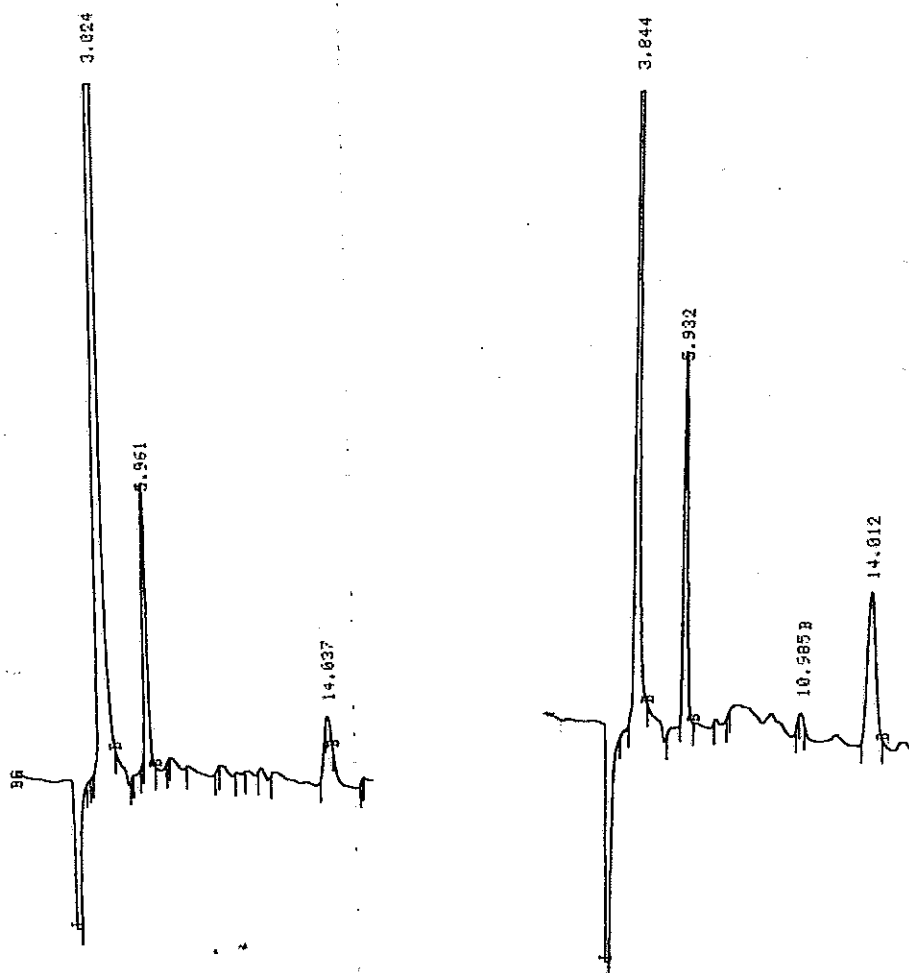


figura 2: cromatogrammi di due campioni (provenienti da attacco su lastre di marmo e granito trattate con IMPERSTON) diluiti 1:100, che mostrano il picco interferente dell'acetato

La ripetizione delle analisi dopo preparazione della serie A2 con nuovi provini di marmo e di granito, seguita da lavaggio dei provini stessi con acqua Milli-Q ha fornito i seguenti risultati:

PROVA PONDERALE:

La migrazione totale media risultata dai campioni delle serie A2 è:

CONFIDENTIAL

28/02/2001.



A2: G: 7.2 mg/dm²

A2: M: 4.0 mg/dm²

ANALISI IR:

Soltanto uno dei nuovi campioni (M4) ha mostrato evidenza della spalla dovuta all'acetato, mentre tutti gli altri non hanno mostrato alcuna differenza con lo spettro del bianco (acqua Milli-Q).

ANALISI CROMATOGRAFICHE:

Le analisi cromatografiche condotte sulla nuova serie hanno mostrato presenza di cloruri, di fluoruri e di solfati in quattro campioni. Nei campioni che hanno mostrato cessione di fluoruro la quantità di fluoruri supera quella ammessa dalla normativa CEE per le acque potabili, mentre rientra nei parametri stabiliti dall'EPA per lo stesso tipo di acque. I risultati sono esposti in tabella a4.

Tabella a4: anioni quantificati per IC su alcuni provini della serie A2

sample #	F	Cl	SO ₄
M1		16.23ppm	10.03ppm
M2		11.64ppm	2.32ppm
G1	1.79ppm	5.72ppm	
G2	2.98ppm	8.26ppm	

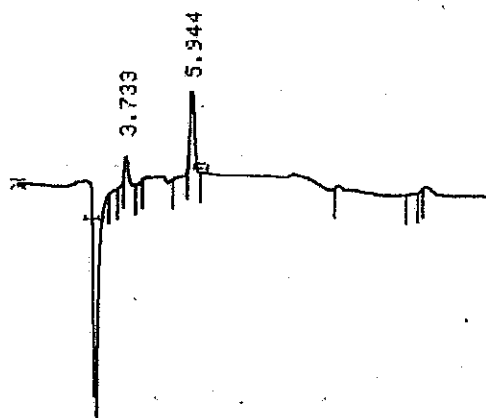


figura 3: cromatogramma, campione G1

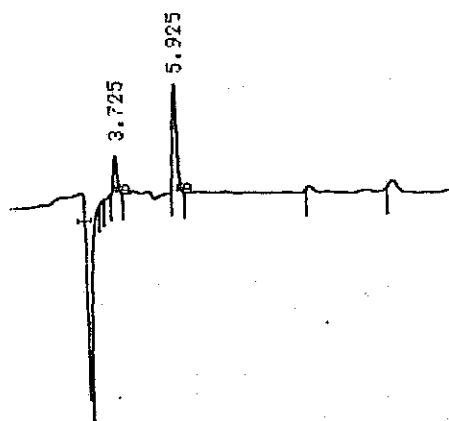


figura 4: cromatogramma, campione G2

ANALISI ICP-MS:

Le analisi condotte mostrano assenza di concentrazioni significative di cationi metallici nel liquido simulante (tabella a5). Gli elementi non presenti in tabella hanno mostrato concentrazioni inferiori a 1 ppb.



Tabella a5: cationi metallici nei liquidi simulanti della serie A2 (valori medi)

Elemento	Concentrazione (ppb)
Na 23	542
Mg 24	56
Zn 66	5
Sr 88	15
Ba 137	2

ANALISI DI TOC:

I valori medi di TOC per i campioni della serie A2 sono riportati in tabella a6.

Tabella a6: valori medi di TOC in alcuni campioni della serie A2

Campione	TOC (ppm)	TC (ppm)
M1	1.570	2.310
M2	1.652	2.406
G1	1.929	2.800
G2	1.935	2.794

In seguito ai risultati ottenuti con la prima analisi di campioni trattati con il prodotto IMPERSTON, le serie successivamente esaminate erano sottoposte al seguente trattamento prima del saggio di cessione:

- La superficie era lavata per tre volte con acqua Milli-Q
- La superficie era lasciata asciugare all'aria

Gli stessi provini delle serie A1 e A2 sono stati riesaminati dopo un intervallo di 10 giorni, ponendoli di nuovo a contatto con il liquido simulante e ripetendo le analisi: non sono state riscontrate differenze nei risultati.



Liquido simulante B

Provini di Granito e Marmo sono stati sottoposti a test di migrazione con soluzione 3% (p/v) di acido acetico in acqua Milli-Q.

SERIE B1: Prove 1, 2 e 3.

- Provini G.
- Provini M.

SERIE B2: Prove 1, 2 e 3.

- Provini G.
- Provini M.

PROVA PONDERALE:

La migrazione totale media risultata dai campioni delle serie B1 è:

B1: G: 1.1 mg/dm²

B1: M: 0.9 mg/dm²

La migrazione totale media risultata dai campioni delle serie B2 è:

B2: G: 6.5 mg/dm²

B2: M: 3.3 mg/dm²

ANALISI IR:

I campioni in MARMO e GRANITO appartenenti alle serie B1, B2, trattati con IMPERSTON, non mostrano cessione importante rivelabile nel liquido proveniente dal terzo attacco e presentano essenzialmente lo stesso spettro infrarosso del bianco (soluzione simulante B). Va tuttavia notato che una eventuale cessione di acetati sarebbe non rivelabile poiché coperta dagli acetati ovviamente presenti nel liquido simulante.

A causa della sperimentata interferenza degli acetati sull'analisi IC non è stato possibile eseguire le analisi con cromatografia ionica.

Analisi NMR ¹⁹F:

Non si nota presenza rilevabile di fluoro.



Liquido simulante C

Provini di Granito e Marmo sono stati sottoposti a test di migrazione con soluzione 10% (v/v) di alcool etilico in acqua Milli-Q.

SERIE C1: Prove 1, 2 e 3.

- Provini G.
- Provini M.

SERIE C2: Prove 1, 2 e 3.

- Provini G.
- Provini M.

PROVA PONDERALE:

La migrazione totale media risultata dai campioni delle serie C1 è:

C1: G: 0.9 mg/dm²

C1: M: 0.4 mg/dm²

La migrazione totale media risultata dai campioni delle serie C2 è:

C2: G: 4.9 mg/dm²

C2: M: 2.1 mg/dm²

ANALISI IR:

gli spettri infrarossi dei campioni delle serie C1 e C2 non mostrano differenze rispetto a quello relativo al liquido simulante, evidenziando assenza di cessione.

ANALISI NMR ¹⁹F:

Non è stata riscontrata presenza rilevabile di fluoro.



Liquido simulante D

Superficie di Granito, Cotto e Marmo sono state sottoposte a saggi di migrazione con olio di oliva rettificato e con etanolo 95% (isottano, etanolo 95%, e MPPO⁶ sono definiti 'mezzi di prova' utilizzabili per eseguire 'prove sostitutive' dei test di cessione col simulante D: D.L. 338/98, vedere nota #1 pag.3).

SERIE D1: Prove A e B.

- Provini G.
- Provini M.
- Provini C.

SERIE D2: Prove A e B:

- Provini G.
- Provini M.
- Provini C.

PROVA PONDERALE:

La migrazione totale media risultata dai campioni delle serie D1 è:

D1: G: 0.7 mg/dm²

D1: M: 0.5 mg/dm²

D1: C: 1.1 mg/dm²

La migrazione totale media risultata dai campioni delle serie D2 è:

D2: G: 4.6 mg/dm²

D2: M: 3.4 mg/dm²

D2: C: 7.1 mg/dm²

ANALISI IR:

Gli spettri nell'infrarosso eseguiti sui campioni delle serie D1 e D2 mostrano le stesse bande di assorbimento fornite dal liquido simulante oppure dal mezzo di prova puro.

ANALISI NMR ¹⁹F:

⁶ Modified PolyPhenyl Oxide



consiglio
nazionale
delle ricerche

ISTITUTO DI CHIMICA ANALITICA STRUMENTALE

Area della Ricerca CNR, Via Moruzzi, 1 - Loc. S. Cataldo - 56124 PISA
Tel. 050-315.2552/2550 - Fax 050-315.2555 - e-mail cempini@icas.pi.cnr.it

Gli spettri NMR ^{19}F hanno indicato assenza di quantità di fluoro rilevabile sia nei campioni di liquido simulante sia nei campioni del mezzo di prova usati per l'attacco.

CONFIDENTIAL

28/02/2001.



CONCLUSIONI

Dall'esame dei risultati ottenuti nel corso delle prove eseguite su superficie ricoperte con uno strato di prodotto impermeabilizzante, è possibile concludere che:

- Il prodotto IMPERSTON NATURA ha dimostrato un rilascio estremamente ridotto, anche se posto a contatto con soluzioni acide o alcoliche; complessivamente, esso si dimostra inerte e resistente all'azione dei liquidi simulanti.
- Il prodotto IMPERSTON, previo lavaggio con acqua, ha dimostrato di cedere quantità limitate di fluoruri, cloruri, solfati e acetati. Il fluoruro esce dai limiti previsti per le acque potabili dalla normativa CEE, mentre rientra in quella EPA; gli altri componenti rientrano nei limiti previsti dalla normativa CEE. Si consiglia un riesame del prodotto per diminuire la cessione.

Alla luce della normativa vigente non sembrano esistere controindicazioni all'impiego dei prodotti IMPERSTON e IMPERSTON NATURA, contenuti nei campioni a noi inviati dalla ditta GENERAL, per rivestimenti superficiali di marmo, cotto e granito; pertanto si certifica che detti prodotti possono venire a contatto con alimenti e derivati per tempi brevi a temperatura ambiente.

Pisa, 26 Febbraio 2001.

Il Direttore

Prof. G. Raspi

CONFIDENTIAL

28/02/2001.



Appendice A

Modifiche successive al D.M. 21 Marzo 1973.

D. M. 3/8/74
D. M. 19/11/74
D. M. 27/3/75
D. M. 13/9/75
D. M. 18/6/79
D. M. 26/3/80
D. M. 2/12/80
D. M. 25/6/81
D. M. 23/8/82 n.777
D. M. 20/10/82
D. M. 18/2/84
D. M. 4/4/85
D. M. 4/4/85
D. M. 2/6/82
D. M. 7/8/87 n. 395
D. M. 1/6/88 n.243
D. M. 18/1/91 n. 90
D. M. 30/10/91 n. 408
D. M. 25/1/92 n. 108
D. M. 26/4/93 n. 220
D. M. 15/7/93
D. M. 20/9/93
D. M. 3/6/94 n. 511
D. M. 1/7/94 n. 566
D. M. 28/10/94 n. 735
D. M. 8/2/95
D. M. 24/2/95 n. 156
D. M. 5/5/95
D. M. 13/7/95 n. 405
D. M. 24/9/96 n. 572
D. M. 6/2/97 n. 91
D. M. 22/7/98
D. M. 4/8/99
D. M. 17/12/99



Appendice B

Metodi di analisi approvati da EPA e ASTM.

Contaminant	Methodology	EPA	ASTM
Alkalinity	Titrimetric Electrometric titration		D1067-92B
Antimony	ICP-Mass Spectrometry Hydride-Atomic Absorption Atomic Absorption; Platform Atomic Absorption; Furnace	200.8 200.9	D3697-92
Arsenic	Inductively Coupled Plasma ICP-Mass Spectrometry Atomic Absorption; Platform Atomic Absorption; Furnace Hydride Atomic Absorption	200.7 200.8 200.9	D2972-93C D2972-93B
Asbestos	Transmission-Electron-Microscopy Transmission Electron Microscopy	100.1 100.2	
Barium	Inductively Coupled Plasma ICP-Mass Spectrometry Atomic Absorption; Direct Atomic Absorption; Furnace	200.7 200.8	
Beryllium	Inductively Coupled Plasma ICP-Mass Spectrometry Atomic Absorption; Platform Atomic Absorption; Furnace	200.7 200.8 200.9	< td >
Cadmium [†]	Inductively Coupled Plasma ICP-Mass Spectrometry Atomic Absorption; Platform Atomic Absorption; Furnace	200.7 200.8 200.9	



Calcium	EDTA titrimetric Atomic Absorption; Direct Inductively-coupled plasma	200.7	D511-93A D511-93B
Chromium	Inductively Coupled Plasma ICP-Mass Spectrometry Atomic Absorption; Platform Atomic Absorption; Furnace	200.7 200.8 200.9	
Copper	Atomic Absorption; Furnace Atomic Absorption; Direct Inductively Coupled Plasma ICP - Mass Spectrometry Atomic absorption; platform	200.7 200.8 200.9	D1688-95C D1688-95A
Conductivity	Conductance		D1125-95A
Cyanide	Preliminary Distillation Step Spectrophotometric, Amenable Spectrophotometric, Manual Semi-automated Selective Electrode	335.4	D2036-91A D2036-91B D2036-91A
Fluoride	Ion Chromatography Preliminary Distillation Step SPADNS Colorimetric Manual Electrode Automated Electrode Automated Alizarin	300.0	D4327-91 D1179-93B
Lead	Atomic absorption; furnace ICP-Mass spectrometry Atomic absorption; platform Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetry	200.8 200.9	D3559-95D
Magnesium	Atomic absorption ICP Complexation Titrimetric Methods	200.7	D511-93B D511-93B

CONFIDENTIAL

28/02/2001.



Mercury	Manual, Cold Vapor	245.1	D3223-91
	Automated, Cold Vapor	245.2	
	ICP-Mass Spectrometry	200.8	
Nickel	Inductively Coupled Plasma	200.7	
	ICP-Mass Spectrometry	200.8	
	Atomic Absorption; Platform	200.9	
	Atomic Absorption; Direct		
Atomic Absorption; Furnace			
Nitrate	Ion Chromatography	300.0	D4327-91
	Automated Cd Reduction	353.2	D3867-90A
	Ion Selective Electrode		
	Manual Cadmium Reduction		D3867-90B
Nitrite	Ion Chromatography	300.0	D4327-91
	Automated Cd Reduction	353.2	D3867-90A
	Manual Cadmium Reduction		D3867-90B
	Spectrophotometric		
Ortho- phosphate unfiltered, no digestion or hydrolysis	Colorimetric: --Automated, ascorbic acid --Ascorbic acid, single reagent -- Phosphomolybdate --Automated-segmented flow --Automated discrete	365.1	D515-88A
	Ion Chromatography	300.0	D4327-91
pH	Electrometric	150.1	D1293-95
		150.2	
Selenium	Hydride-Atomic Absorption		D3859-93A
	ICP-Mass Spectrometry	200.8	
	Atomic Absorption; Platform	200.9	
	Atomic Absorption; Furnace		D3859-93B
Silica	Colorimetric: Molybdenum Blue		

CONFIDENTIAL

28/02/2001.



	-- Automated-seg. flow -- Molybdosilicate -- Heteropoly blue -- Automated method for _molybdate-reactive silica Inductively-coupled plasma	200.7	D859-95
Sodium	Inductively-coupled plasma Atomic absorption; Direct	200.7	
Temperature	Thermometric		
Thallium	ICP-Mass Spectrometry Atomic Absorption; Platform	200.8 200.9	