

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Principio

L'azoto organico combinato in presenza di catalizzatori viene disso-
ciato con acido solforico bollente e fumante in ammonio che dopo
distillazione in vapore d'acqua e con azoto ammoniacale già pre-
sente viene analizzato col test LCK 303 quale azoto totale Kjeldahl
(TKN).

Applicazione

Il metodo è stato messo a punto per l'analisi di acque superficiali,
acqua di falda ed acque di scarico (in particolare per la determina-
zione del bilancio d'azoto).

Durata

Data di scadenza indicata sulla confezione se tenuta fra +15 e +25°C.
Dopo aver prelevato i reagenti, richiudere **subito** i recipienti e conser-
varli a temperatura ambiente.

Interferenze

Se l'aria del laboratorio è contaminata con composti d'azoto volatili
(ammoniaca, ammine, nicotina ecc.) o se l'acqua del laboratorio non
è di buona qualità, è possibile che i valori analitici siano in eccesso.
Per questo motivo si consiglia di verificare questi due parametri
(aria/acqua di laboratorio) ad intervalli regolari eseguendo una prova
in bianco (metodica e lettura come di seguito, senza aggiungere il
campione). Il valore va detratto dal risultato analitico. – Impiegando
un'acqua completamente demineralizzata non si dovrebbe superare
il valore di conducibilità di 5 – 10 µS/cm; l'acqua distillata dovrebbe
essere prodotta da un ambiente leggermente acido di acido solforico.
Risultati analitici inferiori sono possibili se la concentrazione di nitrati
(mg/l NO₃-N) e/o nitriti (mg/l NO₂-N) supera di più di tre volte la con-
centrazione dell'azoto totale Kjeldahl (mg/l N).
I risultati sono da verificare con un controllo (diluizione e/o soluzione
additiva).

Norme di sicurezza

Per motivi di qualità e sicurezza è consigliato solo l'utilizzo di
accessori originali HACH LANGE, per l'esecuzione delle
analisi.

CADAS 100 (LPG 158 / ≥ LPG 210)

Qualora lo strumento non avesse il test in memoria, richiedete
il programma al Vostro rappresentante HACH LANGE.

Note

La variazione della metodica evidenziata dal colore nuovo e dalla
data dell'edizione aggiornata, si riferisce ad una **variazione del
fattore** per i fotometri **CADAS 30/50/50S** e **CADAS 100**.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Pro memoria:

Seguire attentamente le istruzioni d'uso per l'apparecchiatura EBG 023! Prima di iniziare la preparazione dei campioni (v.sotto), regolare il raffreddamento d'acqua fino alla marcatura (v. EBG 023).

Le "[fig.]" citate nel testo si riferiscono alle illustrazioni che si trovano in pag. 18 delle istruzioni d'uso dell'apparecchiatura EBG 023. Le lettere fra parentesi descrivono le varie parti dell'apparecchiatura, come mostrate nelle fig. 7 e 8 di pag. 18 delle istruzioni d'uso. Se non esiste alcuna indicazione sulla probabile concentrazione dell'azoto totale Kjeldahl nel campione, si raccomanda di iniziare l'analisi nel campo di misura II e con un volume campione di **10 ml**.

	Campo di misura I	Campo di misura II	Campo di misura III	Bianco**)
TKN	1 – 10 mg/l	10 – 200 mg/l	200 – 2000 mg/l	
Pipettare in un pallone da 100 ml (n) [fig. 9]				
Campione	50 ml*)	10 ml	1 ml	—
Reattivo per la dissociazione A (LCW 909 A)	10 ml	10 ml	10 ml	10 ml
Durata di riscaldamento	120 min	70 min	60 min	60 min

*) Dosare il volume **50 ml** nel cilindro tarato (h) sciacquando prima col campione e dopo con poca acqua distillata.

**) La misura del bianco si effettua nel campo di misura del campione.

1. Sistemare il bicchiere (k) **senza** supporto (j) sotto il tubo di scarico del refrigerante (f) dell'apparecchiatura EBG 023.
2. Chiudere il rubinetto III (b), girare il rubinetto II (s) sulla posizione "AUFSCHLUSS" (dissociazione) – freccia verso il basso – ed aprire il rubinetto I (c).
3. Collegare il pallone (n) contenente il campione con il reagente di dissociazione A (LCW 909 A) al supporto di distillazione (d) dell'apparecchiatura EBG 023 fissandolo bene col morsetto a molle (o) [fig. 10].
4. Montare l'elemento riscaldante (l) sotto il pallone (n), chiudere il vetro di protezione e regolare col cronometro (p) il tempo di riscaldamento.

Cessato il tempo di riscaldamento:

5. Aprire il vetro di protezione, abbassare l'elemento riscaldante (l) e far raffreddare il campione per **15 min** circa.
6. Dopo il raffreddamento chiudere il rubinetto I (c) e coprire l'elemento riscaldante (l) col piatto di vetro (g).
7. Pipettare **5 ml** dell'acido solforico C (LCW 909 C) nel cilindro tarato da 50 ml (h) e successivamente posizionare il cilindro (h) posto sul supporto (j) sotto la parte refrigerante dell'apparecchiatura EBG 023 in modo tale che il tubo di scarico (f) sia immerso nell'acido solforico [fig. 11]. Eventualmente regolare l'altezza del supporto (j) girando l'apposita vite.
8. Col cilindro tarato in plastica (i) versare **10 ml** di idrato di sodio B (LCW 909 B) nell'imbuto di riempimento (a) dell'apparecchiatura EBG 023.
9. Chiudere il vetro di protezione.
10. Aprire con cura il rubinetto III (b) di modo che l'idrato di sodio scorra **lentamente** (3 – 5 min. circa per 10 ml di idrato di sodio) [fig. 12].
Attenzione!
Sono possibili reazioni violente con la miscela campione/reagente di dissociazione A nel pallone da 100 ml (n)!
11. Per evitare perdite di azoto, prima del completo deflusso sciacquare l'imbuto (a) con acqua distillata in quantità tale che il tubo vapore (e) penetri nel pallone da 100 ml (n) contenente la miscela campione/reagente dissociante. Poco prima del deflusso dell'acqua di lavaggio chiudere il rubinetto III (b) [fig. 13].
12. Inserire con l'apposito interruttore (q) il generatore di vapore e dopo 1 – 2 min circa posizionare il rubinetto II (s) su "DESTILLATION" (distillazione).

13. Controllare l'andamento del distillato nel cilindro tarato (h):
Non appena il livello del liquido abbia raggiunto il bordo inferiore del collo del cilindro [fig. 14]:
– aprire il vetro di protezione, tenere il cilindro tarato (h), togliere il supporto (j) muovere il cilindro tarato verso il basso [fig. 15], posizionare il bicchiere (k) sotto il tubo di scarico (f).
– spegnere il generatore di vapore coll'interruttore (q) e **subito** dopo posizionare il rubinetto II (s) su "BELÜFTUNG" (ventilazione) (freccia a destra).
14. Portare a volume il cilindro tarato (h) con acqua distillata, tappare e mescolare. Qualora la temperatura del distillato nel cilindro tarato fosse sensibilmente superiore alla temperatura ambiente, bisogna portare il contenuto del cilindro a temperatura ambiente prima di portare a volume.
15. Tenere saldamente con guanti protettivi (m) il pallone da 100 ml (n), aprire il morsetto a molla (o) e rimuovere il pallone verso il basso [fig. 16]. Eliminare il contenuto (**Attenzione!** Bollente e fortemente corrosivo! Risciacquare con molta acqua!). Pulire il pallone.
Attenzione!
Subito dopo aver terminato la distillazione staccare il pallone da 100 ml (n) dall'apparecchiatura per evitare che l'idrato sodico bollente faccia aderire/incollare il pallone alla parte smerigliata dell'elemento di distillazione! (v. istruzioni d'uso dell'apparecchiatura EBG 023).
16. Porre il bicchiere (k) sul piatto di vetro (g), e alzando e spostando l'elemento riscaldante, posizionarlo sotto il tubo vapore (e), aprire il rubinetto III (b), sciacquare bene con acqua distillata attraverso l'imbuto (a) l'interno dell'elemento da distillazione (d) e la smerigliatura [fig. 17]. Richiudere il rubinetto III (b). Successivamente riposizionare il rubinetto II (s) "freccia in alto" e risciacquare l'interno del tubo vapore (e) attraverso il manicotto di ventilazione del rubinetto II (s). Dopo questa operazione, riportare il rubinetto II (s) sulla posizione "BELÜFTUNG" (ventilazione) (freccia a destra).
17. Abbassare l'elemento riscaldante (l), togliere il bicchiere (k) ed il piatto di vetro (g).

Finite le operazioni di dissociazione e distillazione con l'apparecchiatura EBG 023, staccare il raffreddamento.

L'azoto totale Kjeldahl nel distillato viene successivamente analizzato con il cuvette-test LCK 303. Per la metodica v. il cuvette-test LCK 303; per la lettura LCW 909.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Verificare il numero di controllo programma: __ : **34**
2. Selezionare il modo »TEST«.
3. Selezionare il numero di test (v. sotto).
4. Il numero di controllo deve essere **4** (TKN I) opp. **2** (TKN II) opp. **3** (TKN III).
5. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303) e premere il tasto sotto lo »ZERO«.
6. Inserire la cuvetta d’analisi e premere il tasto sotto lo »MIS.«.

Volume del campione	Parametro	Test-No.	Campo d. mis.
50 ml	TKN I	909	1 – 10 mg/l
10 ml	TKN II	909	10 – 200 mg/l
1 ml	TKN III	909	200 – 2000 mg/l

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Selezionare il modo »TEST«.
2. Selezionare il simbolo (v. sotto).
3. Verificare fattori e lunghezza d’onda di misura in »Mem« (memoria) (**LPG 158**) opp. il numero di controllo deve essere **1** (TKN I) opp. **7** (TKN II) opp. **8** (TKN III) (**LPG 210**).
4. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303) e premere il tasto »NULL“ (zero).
5. Inserire la cuvetta d’analisi e premere il tasto »MESS“ (misura).

Volume del campione	Campo d. mis.	Simbolo	TKN
50 ml	I	909 A	1 – 10 mg/l
10 ml	II	909 B	10 – 200 mg/l
1 ml	III	909 C	200 – 2000 mg/l

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Selezionare il menù »Programmi memorizzati«.
2. Selezionare il numero di test (v. sotto) e toccare »Start«.
3. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303) e toccare »Zero«.
4. Inserire la cuvetta d’analisi e toccare »Leggi«.

Volume del campione	Parametro	Test-No.	Campo d. mis.
50 ml	TKN I	909	1 – 10 mg/l
10 ml	TKN II	909	10 – 200 mg/l
1 ml	TKN III	909	200 – 2000 mg/l

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.

LP2W	06/1997
TKN I • F ₁ = 0 • F ₂ = 22.52 • K = 0	
TKN II • F ₁ = 0 • F ₂ = 112.6 • K = 0	
TKN III • F ₁ = 0 • F ₂ = 1125 • K = 0	
CADAS 30/30S/50/50S	06/1997
TKN I • λ: 690 nm • Pro.: 1 • F ₁ = 0 • F ₂ = 21.84 • K = 0	
TKN II • λ: 690 nm • Pro.: 1 • F ₁ = 0 • F ₂ = 109.2 • K = 0	
TKN III • λ: 690 nm • Pro.: 1 • F ₁ = 0 • F ₂ = 1092 • K = 0	
ISIS 6000/9000	06/1997
TKN I • λ: 695 nm • Pro.: 1 • F ₁ = 0 • F ₂ = 22.65 • K = 0	
TKN II • λ: 695 nm • Pro.: 1 • F ₁ = 0 • F ₂ = 113.3 • K = 0	
TKN III • λ: 695 nm • Pro.: 1 • F ₁ = 0 • F ₂ = 1133 • K = 0	
CADAS 100 / LPG 158	06/1997
TKN I • λ: 694 nm • F = 21.50	
TKN II • λ: 694 nm • F = 107.5	
TKN III • λ: 694 nm • F = 1075	
CADAS 100 / ≥ LPG 210	06/1997
TKN I • λ: 694 nm • F ₁ = 21.50	
TKN II • λ: 694 nm • F ₁ = 107.5	
TKN III • λ: 694 nm • F ₁ = 1075	

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Premere il tasto "Mode" e verificare il numero di controllo programma: **__ : 18**
2. Inserire il filtro programma **690 nm**.
3. Selezionare il test con il tasto "Mode".
4. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303).
5. Inserire la cuvetta d'analisi.

Volume del campione	Display	Campo d. mis.
50 ml	TKN 1 LCK 909	1 – 10 mg/l
10 ml	TKN 2 LCK 909	10 – 200 mg/l
1 ml	TKN 3 LCK 909	200 – 2000 mg/l

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Inserire il filtro programma per il test **LCK 303 N**.
2. Premere il tasto corrispondente al test.
3. Verificare il numero di controllo programma: **__ : 16**
4. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303) e segnare il risultato **(1)**.
5. Inserire la cuvetta d'analisi e segnare il risultato **(2)**.

Risultato dell'analisi = (risultato 2 - risultato 1) x fattore
(fattore v. tabella)

Se con la cuvetta del bianco (LCW 909) il display indica »U«, il risultato 1 = 0.

Volume del campione	Campo d. mis.	TKN	Fattore
50 ml	I	2 – 10 mg/l	1
10 ml	II	10 – 200 mg/l	5
1 ml	III	200 – 2000 mg/l	50

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Premere un tasto qualunque.
2. Verificare il numero di controllo programma:
__ : 30 (LASA 10) opp.
__ : 34 (LASA 20)
3. Selezionare il test premendo il tasto ↑ opp. ↓.
4. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303).
5. Inserire la cuvetta d'analisi.

Volume del campione	Display	Campo d. mis.
50 ml	TKN 1 LCK 909	1 – 10 mg/l
10 ml	TKN 2 LCK 909	10 – 200 mg/l
1 ml	TKN 3 LCK 909	200 – 2000 mg/l

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Inserire il filtro **695 nm**.
2. Selezionare il modo »Dr. Lange«.
3. Selezionare il numero di test (v. sotto).
4. Il numero di controllo deve essere **3**.
5. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303) e premere il tasto blu.
6. Inserire la cuvetta d’analisi e premere il tasto verde.

Volume del campione	Parametro	Test-No.	Campo d. mis.
50 ml	TKN I	909	1 – 10 mg/l
10 ml	TKN II	909	10 – 200 mg/l
1 ml	TKN III	909	200 – 2000 mg/l

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Inserire il filtro **695 nm**.
2. Inserire il fattore (v. sotto) e memorizzarlo ↑.
3. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303) e premere il tasto ”Null“ (zero).
4. Inserire la cuvetta d’analisi e premere il tasto ”Ergebnis mit Faktor“ (risultato con fattore).

Volume del campione	Campo d. mis.	Fattore	TKN
50 ml	I	22.52	1 – 10 mg/l
10 ml	II	112.6	10 – 200 mg/l
1 ml	III	1125	200 – 2000 mg/l

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Inserire il filtro programma **695 nm**.
2. Premere il tasto ”Tests“ finchè appare display (v. sotto).
3. Il numero di controllo deve essere
2 (TKN I) opp. **1** (TKN II) opp. **9** (TKN III).
4. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303) e premere il tasto ”Null“ (zero).
5. Inserire la cuvetta d’analisi e premere il tasto ”Ergebnis“ (risultato).

Volume del campione	Campo d. mis.	Display	TKN
50 ml	I	TKN I LCW 909	1 – 10 mg/l
10 ml	II	TKN II LCW 909	10 – 200 mg/l
1 ml	III	TKN III LCW 909	200 – 2000 mg/l

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.

Azoto totale Kjeldahl, TKN

Edizione 06/1997

Lettura

1. Verificare il numero di controllo programma:
Versione 1.8 (CADAS 30) ⇒ Selezionare il modo »TEST«.
Versione 1.9 (CADAS 50) ⇒ Selezionare il modo »TEST«.
__ : 38 (CADAS 200)
__ : 32 (ISIS 6000/9000) ⇒ Selezionare il modo »TEST«.
LASA 100 ⇒ Selezionare il modo »Dr. Lange«.
2. Selezionare il numero di test (v. sotto).
3. Il numero di controllo deve essere:
CADAS 30/50:
4 (TKN I) opp. **2** (TKN II) opp. **3** (TKN III)
CADAS 200:
2 (TKN I) opp. **4** (TKN II) opp. **5** (TKN III)
ISIS 6000/9000:
9 (TKN I) opp. **3** (TKN II) opp. **4** (TKN III)
LASA 100:
3 (TKN I, TKN II, TKN III)
4. Inserire la cuvetta col bianco del test LCW 909 (**non** LCK 303) e premere il tasto blu.
5. Inserire la cuvetta d’analisi e premere il tasto verde.

Volume del campione	Parametro	Test-No.	Campo d. mis.
50 ml	TKN I	909	1 – 10 mg/l
10 ml	TKN II	909	10 – 200 mg/l
1 ml	TKN III	909	200 – 2000 mg/l

Prove del bianco con valori inferiori al limite di sensibilità non vengono presi in considerazione e danno risultati in eccesso.