

UDK 139

Unità di Distillazione semi-automatica



Manuale operativo

Grazie per avere scelto l'Unità di Distillazione semi-automatica UDK 139 che permette di effettuare numerose determinazioni, dal contenuto di azoto e proteine secondo il metodo Kjeldahl (TKN) in campo alimentare ad analisi in campo ambientale (azoto nelle acque, nei lubrificanti e nei terreni) e chimico-farmaceutico in accordo alle procedure ufficiali AOAC, EPA, DIN e ISO.

Istruzioni di sicurezza:



Prima dell'utilizzo dello strumento si raccomanda di leggere attentamente il manuale operativo fornito unitamente all'apparecchiatura.



Attenzione superficie calda!



Non smaltire l'apparecchiatura come rifiuto urbano

Questo strumento deve essere utilizzato solo per applicazioni di laboratorio

NORME DI SICUREZZA

Al fine di ridurre possibili rischi di scosse elettriche, incendio e danni a persone quando si utilizza lo strumento devono essere sempre seguite le precauzioni base di sicurezza comprese le seguenti:

- Assicurarsi che eventuali liquidi non entrino in contatto con il cavo di alimentazione o con le parti elettriche interne all'unità.
- Verificare che il cavo di alimentazione sia inserito in una presa di energia elettrica (in posizione facilmente accessibile) corrispondente ai dati di targa dello strumento
- Usare solo cavi di alimentazione forniti di tre terminali cioè con cavo di messa a terra.
- Non utilizzare lo strumento dopo che siano stati riscontrati dei malfunzionamenti. In questo caso interpellare il centro di assistenza più vicino.
- I mezzi di protezione personale devono essere compatibili con i rischi derivanti dal materiale in lavorazione e dai contenitori in vetro.
- Il provettone raggiunge la temperatura di 100°C, questo avviene sia durante la distillazione che nella fase di raffreddamento. Utilizzare l'apposita pinza in dotazione per estrarlo dalla sede al termine della distillazione.
- I contenitori ed il prodotto utilizzati nella lavorazione devono essere compatibili con la temperatura raggiunta dallo strumento (circa 100°C).
- Per informazioni aggiuntive sulla manipolazione dei reagenti utilizzati vedi il capitolo 2 "Prodotti chimici".
- Lasciare sempre in posizione la protezione trasparente quando lo strumento è in funzione.
- Seguire le istruzioni di manutenzione dello strumento come descritto su questo manuale.

La sicurezza dello strumento non è più garantita se utilizzato in modo improprio e non conformemente a quanto scritto su questo manuale.

Lo strumento è stato progettato e costruito in accordo con le seguenti norme:

Prescrizioni di sicurezza per apparecchi elettrici di misura e controllo, per utilizzo in laboratorio

IEC/EN 61010-1
IEC/EN 61010-2-010
IEC/EN 61010-2-081
UL Std. 61010-1 2nd Ed.
CAN/CSA 61010-1-04 2nd Ed.
CAN/CSA 61010-2-010-04
CAN/CSA 61010-2-081

Compatibilità elettromagnetica per apparecchi elettrici di misura e controllo, per utilizzo in laboratorio

IEC/EN 61326-1 (2006)
FCC CFR 47 Part 15 Sub part B

Limitazioni dell'uso di determinate sostanze pericolose nelle apparecchiature elettriche ed elettroniche

2011/65/EU (RoHS)

Rifiuti di apparecchi elettrici ed elettronici (WEEE)


2002/96/EC (WEEE)

Il costruttore, nell'impegno di migliorare costantemente la qualità dei propri prodotti, si riserva la facoltà di variarne le caratteristiche senza preavviso.

Indice

1.	Introduzione.....	6
1.1.	Elementi a corredo	7
1.2.	Descrizione dello strumento	9
2.	Prodotti chimici	12
2.1.	Sostanze utilizzate.....	12
2.2.	Sostanze generate dalla digestione e distillazione.....	13
3.	Montaggio ed installazione	14
3.1.	Collegamenti idraulici.....	15
3.2.	Collegamento alla rete di alimentazione elettrica.....	16
3.3.	Collegamento a dispositivi esterni	17
3.3.1.	Collegamento con stampante.....	17
3.3.2.	Collegamento con Mouse	18
3.4.	Operazioni preliminari.....	18
4.	Utilizzo dei menù	19
4.1.	Guida rapida	19
4.2.	Il menù principale	21
4.3.	Analisi.....	23
4.3.1.	Lavaggio	23
4.3.2.	Distillazione.....	25
4.4.	Metodiche	28
4.5.	Impostazioni	31
4.6.	Sistema	34
4.6.1.	Controlli.....	34
4.6.2.	Calibrazioni	41
4.6.3.	Manutenzione	42
4.6.4.	Service.....	43
5.	Controlli di funzionamento	45
5.1.	Sicurezze, segnalazioni di riserva ed allarmi	45
5.1.1.	Sicurezze	45
5.1.2.	Riserve e troppo pieno	46
5.1.3.	Allarmi e avvisi.....	47
5.1.4.	Arresti (black out).....	48
5.2.	Grafico produzione vapore	48
5.3.	Grafico consumo acqua di rete in funzione della portata e della temperatura	49
6.	Ciclo di lavoro	50
6.1.	Analisi.....	50
6.2.	Analisi di Devarda.....	50
7.	Operazione a fine lavoro.....	51
8.	Manutenzione	52
8.1.	Manutenzione ordinaria	52
8.2.	Manutenzione straordinaria	53
8.2.1.	Interventi periodici di manutenzione straordinaria	53
8.2.2.	Interventi da realizzarsi quando necessario	55
8.3.	Accorgimenti per il trasporto	56
9.	Messa fuori servizio	58
10.	Accessori	58
11.	Parti di ricambio	59
12.	Caratteristiche tecniche.....	60
13.	Schema elettrico	62

14.	Schema idraulico	64
15.	Garanzia	67
16.	Suggerimenti	67
17.	Descrizione generale del metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto organico	68
18.	AOAC, metodo 960.52, determinazione microchimica dell'azoto - metodo Micro-Kjeldahl.....	73
19.	Schema di analisi tipica per Azoto organico.....	75
20.	Metodi analitici.....	76
	1 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico del latte e derivati.	76
	2 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nelle mandorle, noci, nocciole.....	77
	3 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nelle noci di cocco	78
	4 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nelle arachidi e noci brasiliane	79
	5 - Metodo Kjeldahl per la determinazione del contenuto di proteine nella birra	80
	6 - Metodo Kjeldahl per la determinazione del contenuto proteico del malto d'orzo	81
	Procedimento	81
	7 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico di mangimi	82
	8 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico del grano.....	83
	9 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in avena, orzo, mais, riso, segale.....	84
	10 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico della soia e dei lupini	85
	11 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nei mangimi per cani/gatti in scatola.....	86
	12 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in foraggi e paglia	87
	13 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in pancetta, prosciutto, hot dog, salame, salsiccia.....	88
	14 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico di carni e derivati	89
	15 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nel pane e prodotti da forno.....	90
	16 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nel lievito compresso e granulare	91
	17 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nel patè di fegato	92
	18 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in zucchero, sciroppo, melassa	93
	19 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in spaghetti, maccheroni di grano, pasta all'uovo	94
	20 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in spaghetti, maccheroni di diversi cereali	95
	21 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nelle piante (vegetali)	96
	22 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nei funghi	97
19.2	Metodiche pre-impostate per analisi di campioni non alimentari	98
	23 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale nel petrolio grezzo e nei carburanti (ISO n. 333).....	98
	24 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale in ABS, SAN, gomma.....	99

25 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale nell'urea	100
26 - Metodo Kjeldahl per determinare l'azoto totale nelle acque	101
27 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto di azoto totale nei terreni	102
28 - Metodo Kjeldahl per la determinazione della colla animale (gelatina) nella carta	103
29 - Metodo Kjeldahl per la determinazione della caseina nella carta.....	104
30 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale nei fanghi di impianti di depurazione (CNR - Istituto di Ricerca Sulle Acque, Roma)	105
31- Metodo per determinare il contenuto alcolico di vini, mosti e grappe mediante distillazione in corrente di vapore e densimetria	106
32 - Metodo per la determinazione dell'attività ureasica residua nella soia ..	108
33 - Metodo per la determinazione dell'azoto ureico in mangimi e foraggi	109
34 - Metodo per la determinazione dell'acidità volatile di concentrati di pomodoro	110
35 - Metodo per determinare l'acidità volatile dei vini	112
36 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale nel petrolio grezzo, nei lubrificanti e negli oli combustibili (ASTM, D3228-96).....	115
37 - Metodo per la determinazione dell'azoto nitrico in acqua dopo riduzione ad azoto ammoniacale (metodo con lega di Devarda)	117
38 - Metodo per la separazione dell'ammoniaca in acqua da sostanze interferenti	118
39 - Determinazione di fenoli in acque potabili e scarichi industriali.....	119
40 - Separazione di acido cianidrico da acque reflue.....	121
41 - Metodo per il controllo dell'efficienza di un digestore anaerobico mediante determinazione del contenuto di acidi volatili nel liquame in digestione.....	123
42 - Determinazione dell'azoto ammoniacale nei fertilizzanti organici in accordo al metodo Kjeldahl	125
43 - Determinazione dell'azoto Azoto Basico Volatile Totale (TVBN) in pesce fresco e congelato	126
44 - Metodo per determinare il contenuto di solfiti in prodotti alimentari mediante distillazione in corrente di vapore e titolazione	127
21. Dichiarazione di conformità' 	129

1. Introduzione

La distillazione in corrente di vapore viene utilizzata in laboratorio per la separazione di miscele di liquidi o solidi insolubili, in accordo con la legge di Dalton delle pressioni parziali in una miscela di gas.

Un'altra applicazione molto diffusa è la separazione di composti chimici in fase gassosa da miscele o soluzioni dopo spostamento di equilibri ionici mediante aggiunta di acidi o di alcali, come nel caso del noto metodo Kjeldahl per la determinazione dell'Azoto totale.

Il metodo Kjeldahl è tuttora largamente il metodo più usato (metodiche ufficiali) per la determinazione di contenuti di Azoto e proteine in alimenti, mangimi, terreni, acqua, ecc. La ragione è dovuta semplicemente al suo grado di precisione e riproducibilità.

Dalla sua lontana messa a punto sono stati introdotti molti perfezionamenti finalizzati alla riduzione dei consumi di energia, degli ingombri e della quantità di campione da analizzare.

L'Unità di Distillazione semi-automatica UDK 139 è dotata di pannello di controllo con **touch-screen a colori** che permette di programmare in modo facile e intuitivo i parametri come tempo di distillazione, i volumi dei reagenti come idrossido di sodio, acqua, e la regolazione della produzione di vapore da 10 a 100% per effettuare in modo automatico la distillazione in corrente di vapore.

I tempi di analisi sono ridotti grazie ad un'**ottimizzazione delle applicazioni**:

10 programmi personalizzabili direttamente dall'utente.



NOTA: il software può essere navigato direttamente evidenziando con il “touch” l'opzione di interesse, con l'utilizzo di un mouse, oppure con il pennino.

1.1. Elementi a corredo

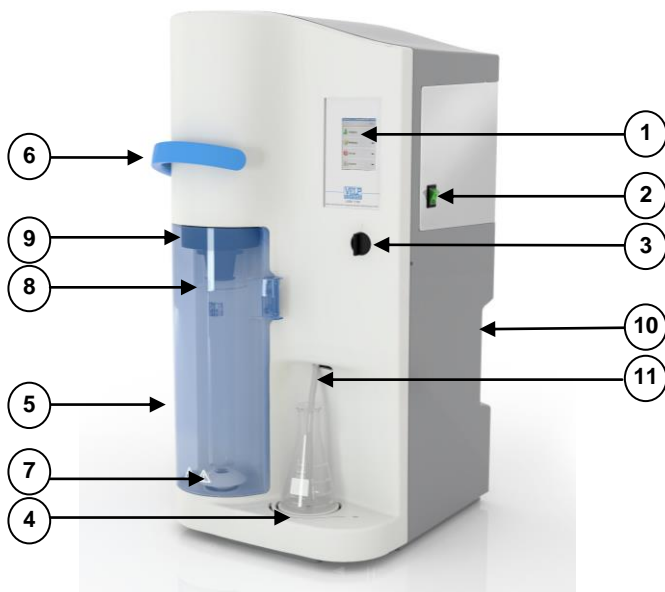
Verificare l'integrità dello strumento al ricevimento.
La tabella sottostante indica gli elementi contenuti nell'imballo:

Descrizione	Cod.		Q.tà
Unità di Distillazione automatica UDK 139 ¹	F30200130		1
Provettone Ø 42 x 300 mm ²	A00001080		1
Beuta da 250 ml (utilizzata solo per distillazioni senza titolazione)	10001106		1
Pinza di estrazione	10000247		1
Pennino per touch screen	10004936		1
Tubo di carico acqua di rete	10000280		1
Tubi con sensori: Tubo livellato H ₂ O Tubo livellato NaOH Tubo residui di distillazione	40000153 40001023 40000387		3
Tubi per scarichi: Tubo in silicone Ø6x9 Tubo in PVC Ø10x14	10000020 10001087		2

La scatola del distillatore¹ contiene il relativo manuale di istruzioni.
Il provettone² non è vendibile singolarmente (vedi cap. 10 Accessori).
La pellicola protettiva per touch screen (code 40001798) è già posizionata sul display.

NOTA: *Conservare integralmente l'imballo antiurto dello strumento che potrebbe rendersi necessario per eventuali trasporti futuri.*

1.2. Descrizione dello strumento



L'Unità di Distillazione automatica UDK 139 è realizzata con tecnologie innovative e una sofisticata elettronica che consente automazione delle varie fasi con elevate caratteristiche di affidabilità e sicurezza.

UDK 139 è in grado di controllare, in modo completamente automatico, tutte le fasi del processo di distillazione, come l'aggiunta dei singoli reagenti, l'aspirazione dei residui di distillazione.

Descrizione parti principali del distillatore con titolatore esterno:

1	Display a colori Touch Screen con pellicola protettiva
2	Interruttore generale
3	Apertura / Chiusura porta di servizio
4	Appoggio beuta
5	Protezione trasparente
6	Maniglia per inserimento provettone
7	Disco premiprovettone con reggitubo
8	Bocchettone
9	Protezione bocchettone
10	Zona di collegamento dispositivi esterni
11	Tubo uscita distillato

L'Unità di Distillazione semi-automatica UDK 139 è dotato di innovativi dispositivi, materiali e tecnologia d'avanguardia:

- La **struttura in tecnopolimero** di cui è dotato il distillatore garantisce una maggiore resistenza chimica contro i reagenti utilizzati durante le analisi ed elevata durata nel tempo.
- Il **generatore di vapore**, brevettato da Velp Scientifica, utilizza acqua deionizzata ed è in grado di fornire una produzione costante di vapore che assicura una riproducibilità delle analisi senza nessuna manutenzione ordinaria. Il software permette di regolare la portata di vapore e quindi di effettuare distillazioni veloci o lente, in funzione del prodotto da analizzare.
- L'innovativo **condensatore in titanio** permette di ottenere un notevole scambio termico, con considerevole risparmio d'acqua, una maggiore resistenza rispetto al vetro ed una facile e completa pulizia. A display viene visualizzato durante ogni analisi il consumo dell'acqua di rete.
- Il nuovo **gruppo di protezione** in tecnopolimero garantisce un'ottima resistenza alle elevate temperature e agli agenti chimici aggressivi coinvolti nel processo di distillazione.
- Il **display grafico touch screen** permette di programmare in modo facile e intuitivo tutti i parametri per effettuare in modo automatico distillazione/titolazione. La pellicola protettiva posizionata davanti al touch screen ha la funzione di proteggere lo stesso dall'usura e dal contatto con la maggior parte delle sostanze presenti in laboratorio.
- E' possibile selezionare tra **6 differenti lingue** quella con cui interagire con lo strumento.
- Il distillatore è collegabile a stampante, via USB al fine di stampare tutte le informazioni inerenti le prove effettuate, in accordo alle **G.L.P. (Good Laboratory Practices)**.
- Il distillatore UDK 139 assicura i più **elevati standard di sicurezza**: segnalazione della mancanza del provettone, cambio provettone alla fine dell'analisi, non chiusura della protezione frontale, assenza dei reagenti e assenza acqua refrigerante. L'utilizzo di un innovativo sistema permette l'inserimento del provettone in completa sicurezza e l'impiego di provettoni di varie dimensioni.
- In un mondo dove il rispetto per **l'ambiente** è sempre più importante, il distillatore fornisce un contributo significativo a questa causa. L'alimentazione dell'acqua di raffreddamento viene interrotta automaticamente durante le pause, riducendone notevolmente il consumo. La struttura in tecnopolimero è riciclabile al 100%



La serie UDK vi assicura eccezionali vantaggi, oltre a prestazioni estremamente affidabili.

Il Distillatore automatico UDK 139 è rivoluzionario in termini di risparmio, grazie alla nuova tecnologia TEMS™:

Time Saving - Breve tempo di riscaldamento e analisi veloci.

Energy Saving - Ridotto consumo d'acqua (a partire da 0,5 l/min) – eccellente isolamento delle parti interne.

Money Saving - Costi contenuti per ogni singola analisi.

Space Saving - Design all'avanguardia per un minimo ingombro sul banco da laboratorio.

2. Prodotti chimici

2.1. Sostanze utilizzate

Per la digestione dei campioni e la loro distillazione / titolazione si usano prodotti chimici potenzialmente pericolosi che devono essere maneggiati con attenzione con dispositivi di sicurezza personale: guanti, occhiali e pinza per la rimozione del provettone caldo in vetro.

1) Acido Borico: soluzione al 4%. La bassa concentrazione è dovuta al fatto che l'acido borico cristallizza a basse temperature e potrebbe provocare problemi nel circuito idraulico dello strumento. L'ingestione o l'assorbimento possono provocare nausea, vomito e diarrea. Le soluzioni diluite vengono utilizzate come antisettici.

2) Idrossido di sodio (NaOH): Velp consiglia di utilizzare una soluzione di idrossido di sodio al 30-35% w/v, per evitare reazioni troppo violente nel provettone. Corrosivo per tutti i tessuti del corpo. Può provocare gravi ustioni. Proteggere gli occhi e la pelle. Se si preparano soluzioni utilizzando idrato sodico in scaglie o gocce, aggiungere queste all'acqua e non vice versa. L'ingestione può provocare vomito, prostrazione e collasso. Si possono formare ulcerazioni costrittive.

Attenzione: non tentare di provocare lo svuotamento dello stomaco.

Reagenti utilizzati nella fase di digestione:

3) Acido solforico (H₂SO₄): concentrato (96-98%). Corrosivo per tutti i tessuti del corpo. Il contatto con la pelle può produrre necrosi. Proteggere pelle ed occhi. Quando si diluisce l'acido, questo deve essere aggiunto al diluente a cause dello sviluppo di calore e al rischio di spruzzi pericolosi. In caso di fuoriuscite, neutralizzare con bicarbonato di sodio o carbonato di calcio in polvere.

4) Perossido di idrogeno (H₂O₂): 30% in peso. Può provocare gravi ustioni. Indossare occhiali e guanti di gomma. Evitare il contatto con materiali combustibili: l'essiccamento di soluzioni concentrate su carta, tessuti di indumenti e altro può provocare combustioni.

I metalli pesanti e i loro sali, la polvere e le superfici irregolari provocano una rapida decomposizione con sviluppo di ossigeno e aumento di pressione.

Le soluzioni di perossido di idrogeno conservate si decompongono lentamente, ma in ogni caso i recipienti devono essere dotati di valvole di sfiato.

I recipienti vuoti vanno sciacquati con acqua pulita. In caso di contaminazione lavare immediatamente con molta acqua.

2.2. Sostanze generate dalla digestione e distillazione

1) Fumi contenenti anidride solforosa e solforica. Durante le digestioni con acido solforico si sviluppano fumi contenenti in gran parte anidride solforosa ed in minori quantità anidride solforica. Entrambi questi gas sono fortemente irritanti per gli occhi ed il tratto respiratorio, provocando tosse e malessere. I fumi che si sviluppano vanno rimossi con sistemi efficaci (es. Pompa a ricircolo d'acqua per aspirazione fumi tipo **JP** cod. F30620198) e possibilmente neutralizzati prima di venire scaricati nell'atmosfera (es. Scrubber tipo **SMS** cod. F307C0199).

2) Residui della distillazione contenenti catalizzatori tossici. L'impiego di metalli tossici, quali il mercurio, il selenio o il rame, come catalizzatori per le digestioni li fa ritrovare nei residui delle distillazioni. Questi devono essere raccolti in un adatto recipiente e smaltiti in modo rispettoso per l'ambiente secondo le norme di legge vigenti.

3. Montaggio ed installazione

Dopo avere rimosso lo strumento dall'imballo, posizionarlo correttamente su un banco da laboratorio o su una superficie non infiammabile ad una distanza di almeno 30 cm dalle pareti al fine di non ostruire le aperture di ventilazione poste sul retro.

NOTE:

- *Il peso dello strumento è 31Kg. Nel caso si debba movimentare lo strumento, utilizzare mezzi idonei.*
- *Do not remove the protective film from the touch screen.*
- *Posizionare lo strumento vicino ad una presa di alimentazione elettrica perchè considerata mezzo di disconnessione dalla rete elettrica.*

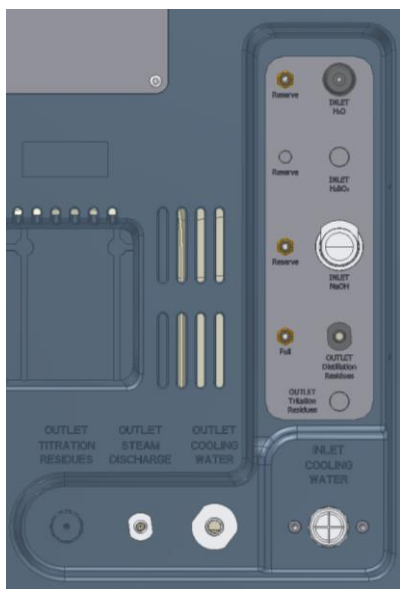
Lo strumento deve essere posizionato vicino ad un rubinetto dell'acqua di rete, con una pressione massima di 5 bar, necessaria per il raffreddamento del distillato, e ad uno scarico per l'uscita della stessa. Lo strumento richiede una portata dell'acqua di rete minima (in funzione della temperatura dell' acqua di rete stessa), di circa:

- 0,5 l/min ad una temperatura di 15°C

- 1 l/min ad una temperatura di 30°C

L'alimentazione dell'acqua è necessaria solamente durante la fase di distillazione e durante le altre fasi viene interrotta automaticamente.

Sotto lo strumento, nel banco da laboratorio o nella parte posteriore, posizionare i contenitori delle soluzioni (NaOH - H₂O) ed il contenitore di raccolta dei residui di distillazione. I contenitori non vengono forniti con lo strumento in quanto il loro volume viene scelto in funzione delle diverse esigenze operative e degli effettivi spazi disponibili nel laboratorio. In genere si adottano taniche in polietilene da 5, 10 o 20 litri.



Nella parte posteriore dello strumento sono descritte le corrette connessioni idrauliche da effettuarsi con i relativi tubi in dotazione allo strumento.

3.1. Collegamenti idraulici

Effettuare i collegamenti dei tubi in dotazione con i relativi portagomma posti sulla parte posteriore dello strumento come indicato dallo schema seguente:

INLET Cooling Water	<u>Ingresso acqua di raffreddamento</u> (acqua di rete). Aprire il rubinetto quanto basta, in modo da ottenere una portata allo scarico sufficiente per raffreddare il distillato (vedi cap. 5.3). L'acqua di rete viene utilizzata dallo strumento solo durante la fase di distillazione al fine di ridurre i consumi. <i>Avvitare a fondo sullo strumento e sul rubinetto il <u>tubo bianco e rosso</u> in dotazione dotato di raccordi filettati femmina $\frac{3}{4}$" GAS.</i>
INLET H₂O	<u>Ingresso acqua distillata</u> (o deionizzata, comunque priva di ammoniaca) per l'alimentazione della caldaia e per la diluizione del campione da analizzare. <i>Collegare, grazie all'innesto rapido, l'apposito <u>tubo di carico nero</u> e il suo connettore per la riserva. Inserire fino in fondo nel rispettivo serbatoio la parte terminale del tubo con il sensore di livello.</i>
INLET NaOH	<u>Ingresso idrossido di sodio</u> (32-35%w/v per analisi Kjeldahl) <i>Collegare, grazie all'innesto rapido, l'apposito <u>tubo di carico bianco</u> e il suo connettore per la riserva. L'innesto rapido si differenzia dagli altri due (H₂O e H₃BO₃) per evitare inversioni che potrebbero causare danni alle tubazioni e ai componenti interni dello strumento. Inserire fino in fondo nel rispettivo serbatoio la parte terminale del tubo con il sensore di livello.</i>
OUTLET Cooling Water	<u>Scarico dell'acqua di raffreddamento</u> del condensatore. Verificare durante la fase di distillazione/titolazione che a questo scarico ci sia una portata minima di circa 0,5 litri al minuto, se la temperatura dell'acqua di rete è circa 15°C (vedi cap. 5.3). A display è possibile visualizzare la porta dell'acqua durante l'analisi. <i>Calzare a mano il <u>tubo in PVC</u> in dotazione (Ø10x14mm) sul relativo portagomma e posizionarlo in uno scarico.</i>
OUTLET Distillation Residues	<u>Scarico residui di distillazione</u> contenuti nel provettone al termine della distillazione (se selezionato nel programma di lavoro). <i>Calzare a mano l'apposito <u>tubo di scarico nero</u> e il suo connettore per il troppo pieno. Inserire nel rispettivo serbatoio la parte terminale del tubo e regolare l'altezza del sensore di livello in relazione al tipo di contenitore utilizzato.</i> Attenzione: soluzione a temperatura elevata.

OUTLET Steam Discharge	<u>Scarico di acqua calda dal generatore di vapore.</u> Alla fine di ogni analisi la caldaia invia a questo scarico l'eccedenza di acqua (poche gocce) ancora presente in caldaia che si può così recuperare nel contenitore dell'acqua distillata. <i>Calzare a mano il tubo in silicone in dotazione (Ø 6x9mm) sul relativo portagomma ed inserirlo nel serbatoio dell'acqua distillata per il suo recupero.</i>
---------------------------------------	--

IMPORTANTE

- Posizionare i contenitori delle soluzioni (H₂O, NaOH) per terra o sul banco di lavoro, in modo tale che non si creino dei sifoni d'aria all'interno dei tubi di aspirazione.
- Le tubazioni della soluzione di idrossido di sodio devono rimanere sempre piene, a meno che non si scelga di svuotare e lavare i tubi a fine lavoro, in quanto tale soluzione a contatto con l'aria cristallizza ostruendo le tubazioni e compromettendo il funzionamento delle parti interne.
- Se i contatti elettrici dei sensori di livello delle relative soluzioni e di troppo pieno non sono inseriti nelle rispettive prese, lo strumento funziona normalmente senza però visualizzare le riserve o il troppo pieno.

3.2. Collegamento alla rete di alimentazione elettrica

Prima di collegare lo strumento alla rete di alimentazione elettrica assicurarsi che l'interruttore generale sia sulla posizione di "0" (OFF) e verificare che i dati di targa dello strumento corrispondano a quelli disponibili alla presa di energia elettrica.

Assicurarsi che l'impianto elettrico sia provvisto di terra di protezione.

Collegare lo strumento alla rete di alimentazione elettrica ad una presa facilmente accessibile, mediante l'apposito cavo con spina Shuco dotato di messa a terra.

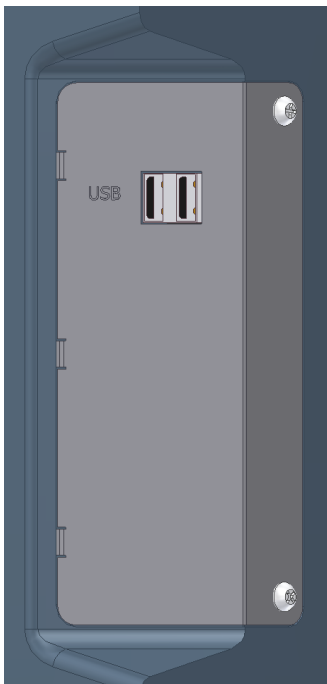
Lo strumento funziona con tensione di alimentazione di 220-240V e frequenze di 50 e 60Hz.

Lo strumento viene fornito già programmato per tensioni di alimentazione 230V/50Hz. Se la tensione e la frequenza di alimentazione sono 230V/60Hz, è necessario selezionare la corretta alimentazione nel menù "Impostazioni"/"Frequenza" (vedi cap. 4.5).

NOTA: *l'interruttore generale consente di scollegare completamente lo strumento dalla rete di alimentazione quando lo strumento non viene utilizzato, al fine di ridurre gli sprechi di energia elettrica.*

NOTA: *l'apertura della porta di servizio interrompe l'alimentazione elettrica a tutti i componenti dello strumento.*

3.3. Collegamento a dispositivi esterni



L'unità di distillazione automatica UDK 139 può essere collegata a diversi dispositivi esterni, mediante apposite prese poste sul pannello posteriore, utili a ottimizzare la produttività dell'operatore:

- Stampante
- Mouse

3.3.1. Collegamento con stampante

Sulle due porte USB è possibile collegare lo strumento con la stampante (cod. Velp A00001009) al fine di stampare automaticamente a fine analisi.

Per la corretta comunicazione della stampante con UDK 139 la configurazione della porta seriale della stampante deve essere la seguente:

Bit per secondo	4800
Bit di dati	8
Parità	Nessuna
Bit di Stop	1
Controllo di flusso	Nessuno Xon/ Xoff

Per il collegamento è necessario un cavo USB/RS232 convertitore seriale (cod. Velp A00000195). Collegare la spina RS232 del convertitore alla stampante e la spina USB alla porta posta dietro lo strumento identificata con la scritta USB.

3.3.2. Collegamento con Mouse

Sulle due porte USB è possibile connettere un mouse con spina USB per navigare nei menù. A strumento acceso collegare la periferica per abilitare il puntatore.

3.4. Operazioni preliminari

Dopo aver effettuato i collegamenti idraulici ed elettrici descritti nei capitoli precedenti procedere come segue:

- aprire la protezione trasparente tramite l'apposita maniglia
- inserire un provettone Velp Scientifica nell'apposita sede;

NOTA: per inserire il provettone spingere la maniglia verso il basso, posizionare il tubo in teflon all'interno del provettone, posizionare il provettone e rilasciare la maniglia

- chiudere la protezione trasparente;
- aprire l'acqua di rete;
- Verificare che tubo per il distillato sia inserito nella beuta.

Accendere lo strumento premendo l'apposito interruttore generale (led illuminato) posto sul lato destro dello strumento. Lo strumento effettua in contemporanea le seguenti fasi:

- riscaldamento iniziale di tre minuti (in questa fase nella parte alta del display viene visualizzata una banda gialla con la scritta Riscaldamento e il count-down del tempo);
- controllo della presenza di un adeguato flusso dell'acqua di rete.

NOTA: durante la fase di riscaldamento è possibile navigare nei menù ad esclusione dei cicli di lavoro dove è richiesta la produzione di vapore.

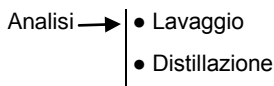
Un segnale acustico avvisa l'operatore del termine della fase di riscaldamento, la banda in alto al display diviene azzurra con la scritta UDK 139.

IMPORTANTE: prima di iniziare ad utilizzare lo strumento per le analisi è necessario entrare nel menù "Controlli" per effettuare il caricamento dei tubi (vedi cap. 4.6.1).

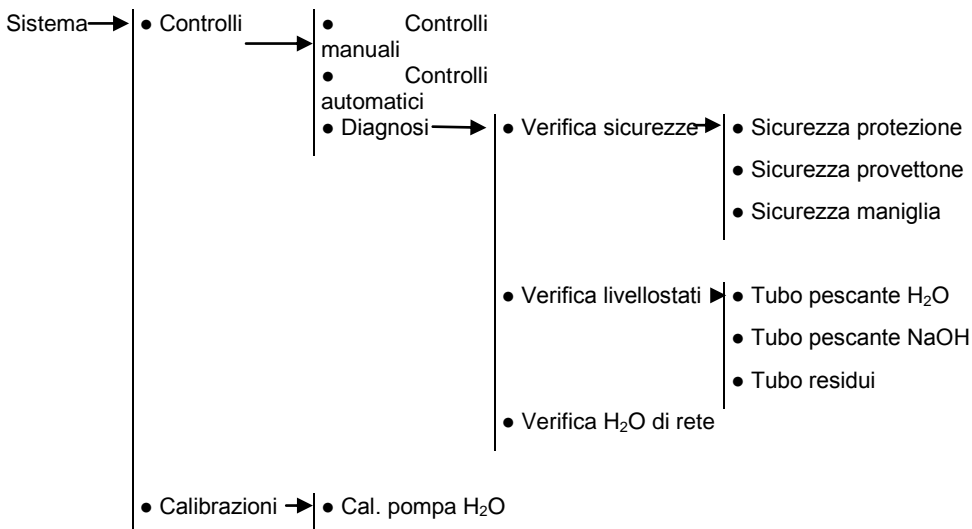
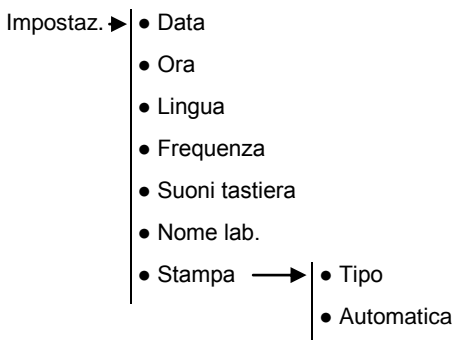
4. Utilizzo dei menù

4.1. Guida rapida

In questa pagina si presenta il software dello strumento. Lo scopo è orientare rapidamente l'utilizzatore su tutte le possibilità dello strumento e come accedervi.



Metodiche



- Cal. pompa NaOH
- Manutenzione
 - Pulizia tubi NaOH
 - Pulizia filtri
 - Sost. bocchettone
 - N° analisi
- Service →
 - Aggiorn. software
 - Impost. avanzate

4.2. Il menù principale

All'accensione dello strumento, mediante l'interruttore generale, il display visualizza per qualche secondo il nome del costruttore e, in basso a destra, la versione software installata.

Successivamente il display visualizza la finestra principale:



In alto si visualizza una banda gialla (presente su tutte le pagine del software) con la scritta “Riscaldamento” (ricorda all’operatore la fase di riscaldamento della caldaia di 3 minuti). Durante questa fase è possibile navigare in tutti i menù e sottomenù ad esclusione dei cicli di lavoro dove è richiesta la produzione di vapore. Un segnale acustico avvisa l’operatore del termine di questa fase e la banda in alto al display diventa blu con la scritta UDK 139.

La prima riga in alto riporta la scritta UDK 139 (a sinistra) oltre alla data e all’ora corrente (a destra). La seconda riga indica il nome del menù che si sta visualizzando.

La schermata principale è caratterizzata da 4 menù che possono essere selezionati grazie al touch screen o con il puntatore del mouse se quest’ultimo è stato collegato allo strumento.

Il “Menù Principale” è composto dai seguenti sottomenù:

1. Analisi

1. Lavaggio
2. Distillazione

2. Metodiche

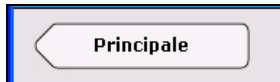
3. Impostazioni

1. Data
2. Ora
3. Lingua
4. Frequenza
5. Suoni tastiera
6. Nome lab.
7. Stampa

4. Sistema

1. Controlli
2. Calibrazioni
3. Manutenzione
4. Service

Nei vari sottomenù appare in alto a sinistra una freccia che permette di tornare alla schermata precedente.



4.3. Analisi

Dalla finestra “Principale” premere il tasto “Analisi”.



Il menù “Analisi” è composto da due sottomenù.



Per tornare al menù “Principale” premere la freccia in alto a sinistra.

4.3.1. Lavaggio

Il lavaggio è una distillazione in cui si utilizza come reagente solo acqua distillata per poter lavare i circuiti idraulici dello strumento e in particolar modo le parti interne del gruppo protezione, del condensatore. E' possibile effettuare un lavaggio dello strumento in qualsiasi momento.

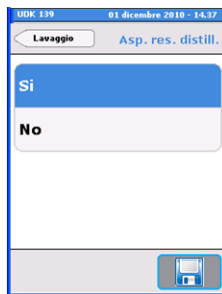
Dalla finestra “Analisi” selezionare con il touch-screen “ il sottomenù “Lavaggio”, il display visualizza:




Premendo il tasto “Tempo distill.”, appare una tastiera alfanumerica con la quale è possibile selezionare il tempo di distillazione: min 2:00 – max 7:30.



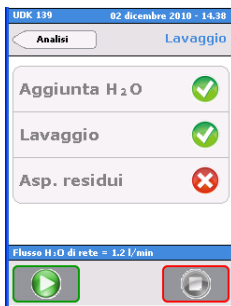
Per tornare al menù “Lavaggio” premere la freccia in alto a sinistra.
 Premendo il tasto “Asp. Res. Distill.” è possibile selezionare o deselegionare l'aspirazione dei residui automatica premendo su Si o No.




Per tornare al menù “Lavaggio” premere la freccia in alto a sinistra.
 Premere il tasto  per far partire il “lavaggio”.

Durante il lavaggio avvengono in successione le seguenti tre fasi:

- Aggiunta H₂O
- Lavaggio
- Asp. residui



La corretta esecuzione di ciascuna fase è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa. Sul display, durante il corso della distillazione, in basso a sinistra viene sempre visualizzata la portata dell'acqua di rete utilizzata (es. Flusso H₂O di rete = 1.2 l/min).

Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.

NOTA: Velp consiglia di eseguire il lavaggio ogni giorno all'accensione dello strumento e al termine delle analisi prima dello spegnimento.

4.3.2. Distillazione


Dalla finestra “Analisi” selezionare con il touch-screen il sottomenù “Distillazione”, il display visualizza:

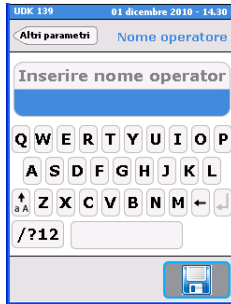


Per tornare al menù “Analisi” premere la freccia in alto a sinistra.

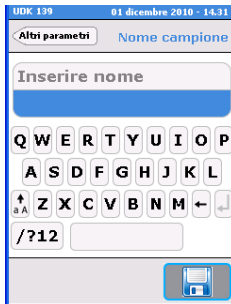
Selezionare i vari campi per poter inserire i parametri relativi all'analisi da eseguire.

Premere il tasto Metodica per accedere al menù “Metodiche” (vedi cap. 4.4). Scegliere la metodica di interesse per poter effettuare l'analisi di Distillazione.


Premere il tasto Operatore. Il display visualizza una tastiera alfanumerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare il nome operatore. Digitare con il touch-screen il nome operatore e premere il tasto  per confermare.



Premere il tasto Nome campione. Il display visualizza la seguente schermata:




Inserire il nome campione (max 13 caratteri) mediante la tastiera alfanumerica che appare a display.

Premere il tasto  per confermare i dati inseriti.

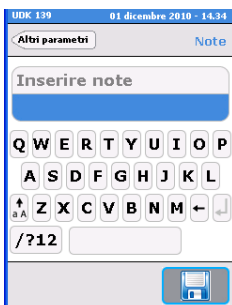
Premere il tasto Q.tà campione per inserire la quantità campione mediante la tastiera numerica che appare a display.




Selezionare con il touch-screen la corrispondente unità di misura in peso (g) o volume (ml).

Premere il tasto  per confermare i dati inseriti.


Premere il tasto Note. Il display visualizza la seguente schermata:



Il display visualizza una tastiera alfanumerica mediante la quale sarà possibile inserire le note e premere il tasto  per confermare.

Premere il tasto Confirm per confermare i parametri impostati per eseguire l'analisi. Il display visualizza la seguente finestra:




Inserire il provettone con il campione da analizzare e premere il tasto  per far partire l'analisi.

Durante la distillazione avvengono in successione le seguenti tre fasi:

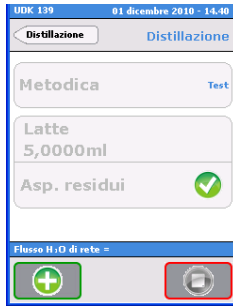
- Aggiunta reagenti
- Analisi
- Aspirazione residui (se impostato)


La corretta esecuzione dell'analisi è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.

Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.

Sul display, durante la fase di analisi, viene visualizzato il countdown del tempo di distillazione. Il display visualizza inoltre il nome e la quantità del campione impostato nella finestra di inserimento parametri della "Distillazione".

Al termine dell'analisi di distillazione il display mostra la seguente finestra:



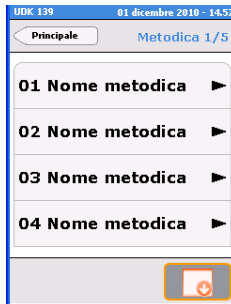
Premere il tasto  o la freccia in alto a sinistra “Distillazione” per stampare i dati relativi all’analisi qualora la stampa sia abilitata. Il display visualizza la finestra di inserimento parametri della “Distillazione” per poter procedere con una nuova analisi.

4.4. Metodiche

Dalla finestra “Principale” premere il tasto “Metodiche”.



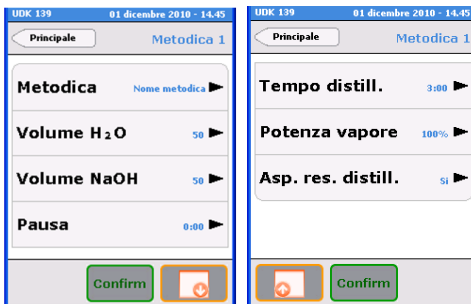
Il display visualizza la seguente schermata:




Per tornare al menù “Principale” premere la freccia in alto a sinistra.

Premere i tasti  (finestra successiva) o  (finestra precedente) per scorrere rapidamente le 10 metodiche personalizzabili.

Selezionare con il touch-screen la metodica di interesse. Il display visualizza le seguenti schermate:





Premere il tasto  per passare alla finestra successiva.


Premere il tasto  per tornare alla finestra precedente.


NOTA: al ricevimento dello strumento tutte le metodiche personalizzabili contengono valori predefiniti da Velp.


Evidenziare con il touch-screen ciascun parametro per variane il relativo valore.


Premere il tasto Metodica. Il display visualizza una tastiera alfanumerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare il nome della metodica. Premere il tasto  per confermare.


Premere il tasto Volume H₂O. Il display visualizza una tastiera numerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare il volume H₂O . Premere il tasto  per confermare.

Premere il tasto Volume NaOH. Il display visualizza una tastiera numerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare il volume NaOH . Premere il tasto  per confermare.

Premere il tasto Pausa. Il display visualizza una tastiera numerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare il tempo di pausa (tempo che intercorre tra l'ingresso dei reagenti e l'inizio della produzione di vapore). Premere il tasto  per confermare.

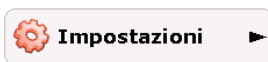
Premere il tasto Tempo distill. Il display visualizza una tastiera numerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare il tempo di distillazione (tempo di produzione di vapore). Premere il tasto  per confermare.

Premere il tasto Potenza vapore. Il display visualizza una tastiera numerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare la potenza vapore in un intervallo compreso tra 10 e 100%. Premere il tasto  per confermare.

Premere il tasto Asp. res. Distill. Il display visualizza due opzioni. Scegliere se si vuole effettuare l'aspirazione automatica dei residui dal provettone a fine distillazione. Premere il tasto  per confermare.

4.5. Impostazioni


Dalla finestra “Principale” premere il tasto “Impostazioni”.





Il menù “Impostazioni” è composto dai seguenti sottomenù.




Per tornare al menù “Principale” premere la freccia in alto a sinistra.


Premere il tasto  per passare alla finestra successiva.


Premere il tasto  per tornare alla finestra precedente.

Premere il tasto Data. Il display visualizza una tastiera numerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare la data. Digitare con il touch-screen la data e premere il tasto  per confermare.





Premere il tasto Ora. Il display visualizza una tastiera numerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare l'ora. Digitare con il touch-screen l'ora e premere il tasto  per confermare.

Premere il tasto Lingua. Il display visualizza la lista di lingue disponibili. Selezionare con il touch-screen la lingua di interesse e premere il tasto  per confermare.

Premere il tasto Frequenza. Il display visualizza le opzioni disponibili. Selezionare con il touch-screen la frequenza di alimentazione dello strumento e premere il tasto  per confermare.


Premere il tasto Suoni tastiera. Il display visualizza le opzioni SI/NO per abilitare/disabilitare il suono legato alla pressione dei tasti sul display touch-screen.

Scegliere l'opzione d'interesse e premere il tasto  per confermare.

Premere il tasto Nome lab.. Il display visualizza una tastiera alfanumerica mediante la quale sarà possibile inserire o modificare il nome del laboratorio. Digitare con il touch-screen il nome e premere il tasto  per confermare. Il nome del laboratorio verrà stampato nei report di stampa.

Premere il tasto Stampa. Il display visualizza la seguente schermata:




Premere il tasto Tipo. Il display visualizza le opzioni Standard / Compresso per stampare i dati relativi alle analisi. Scegliere l'opzione d'interesse e premere il tasto  per confermare.


Standard


VELP SCIENTIFICA Distillator: UDK139 Software Version: 1.0.0
<hr/> Data: 20/09/2010 Ora: 14.49 Nome laboratorio: Velp Scientifica Operatore: Paolo
ID: 4 Campione: Latte Q.tà campione: 5,0000ml Metodica: Test H2O: 50ml NaOH: 20ml Pausa: 00:00 Tempo distill.: 03:00 Vapore: 100% Asp. res. distill.: Sì Note:
<hr/>

Compresso

VELP SCIENTIFICA Distillator: UDK139 Software Version: 1.0.0
<hr/> Data: 20/09/2010 Ora: 15.00 ID: 5 Campione: Latte Q.tà campione: 5,0000ml Note:
<hr/>

Premere il tasto Automatica. Il display visualizza le opzioni SI/NO per abilitare/disabilitare la stampa alla fine di ogni analisi alla pressione del tasto  o freccia indietro.

Scegliere l'opzione di interesse e premere il tasto  per confermare.

Premere il tasto Display. Il display visualizza due barre graduate mediante le quali sarà possibile modificare il contrasto e la luminosità del display. Toccare le barre graduate per aumentare o diminuire i valori e premere il tasto  per confermare.

4.6. Sistema

Dalla finestra “Principale” premere il tasto “Sistema”.



Il menù “Sistema” è composto da quattro sottomenù.



Per tornare al menù “Principale” premere la freccia in alto a sinistra.

4.6.1. Controlli

Dalla finestra “Principale” premere il tasto “Controlli”.



Il menù “Controlli” è composto da tre sottomenù.



Per tornare al menù “Sistema” premere la freccia in alto a sinistra.

Nel menù “Controlli” è possibile riempire/svuotare i circuiti idraulici dei reagenti. Questi controlli possono essere eseguiti automaticamente o manualmente, in ogni momento.

E' possibile inoltre verificare il corretto funzionamento delle sicurezze, dei livellostati e del sistema di rilevamento acqua di rete.

NOTA: è indispensabile eseguire tutti i controlli durante l'installazione dello strumento al fine di riempire i circuiti idraulici dei reagenti. In questa fase, Velp consiglia i controlli automatici.


Controlli manuali

Dalla finestra “Controlli” selezionare con il touch-screen il sottomenù “Controlli manuali”, il display visualizza le seguenti schermate:




Per tornare al menù “Controlli” premere la freccia in alto a sinistra.

Premere il tasto Riemp. H₂O per riempire il circuito relativo all'acqua di diluizione.

Premere il tasto  per far partire il controllo.


La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.

Premere il tasto Riemp. NaOH per riempire il circuito relativo all'idrossido di sodio.

Premere il tasto  per far partire il controllo.

La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.

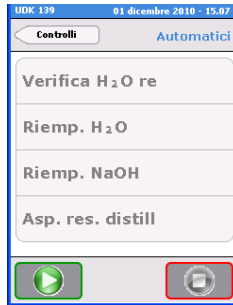
Premere il tasto Asp. res. distill. per aspirare i reagenti presenti nel provettone.

Premere il tasto  per far partire il controllo.


La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.

Controlli automatici


Dalla finestra “Controlli” selezionare con il touch-screen il sottomenù “Controlli automatici”, il display visualizza:



Per tornare al menù “Controlli” premere la freccia in alto a sinistra.

Premere il tasto , in automatico verranno eseguiti in successione tutti i controlli elencati.

La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.

In ogni momento è possibile arrestare i controlli automatici con il tasto .

Se al termine della procedura uno o più controlli presentano una X rossa, premere la freccia indietro per tornare al menù “Controlli”. Premere il tasto Controlli manuali e selezionare l’opzione di interesse se si vuole ripetere il controllo.

NOTA: se un controllo è fallito accertarsi della causa prima di ripetere l’operazione di controllo.

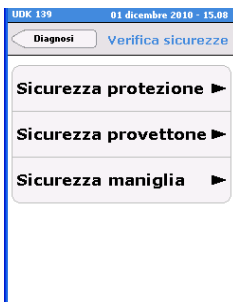
Diagnosi

Premendo il tasto Diagnosi è possibile verificare il corretto funzionamento delle sicurezze, dei livellostati e del sistema di rilevamento acqua di rete.

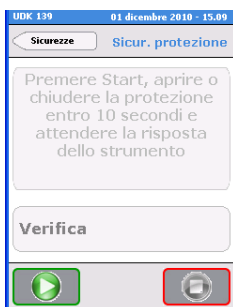
Dalla finestra “Controlli” selezionare con il touch-screen il sottomenù “Diagnosi”, il display visualizza:




Per tornare al menù “Controlli” premere la freccia in alto a sinistra.
 Premere il tasto Verifica sicurezze. Il display visualizza la seguente schermata:




Premere il tasto Sicurezza protezione. Il display visualizza la seguente schermata:

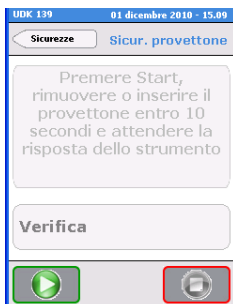



Premere il tasto  e seguire le istruzioni riportate a video.

La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.


Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.

Premere il tasto Sicurezza provettone. Il display visualizza la seguente schermata:

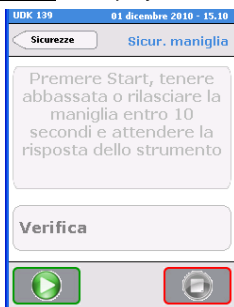



Premere il tasto  e seguire le istruzioni riportate a video.

La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.


Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.

Premere il tasto Sicurezza Maniglia. Il display visualizza la seguente schermata:



Premere il tasto  e seguire le istruzioni riportate a video.

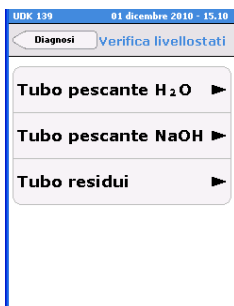
La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.

Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.

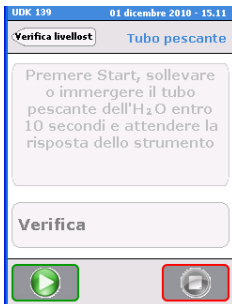
Premere il tasto in alto a sinistra per tornare al menù "Diagnosi".


E' possibile verificare il corretto funzionamento dei sensori di livello presenti sui tubi esterni in dotazione alla macchina per il carico dei reagenti e del troppo pieno dei residui.

Premere il tasto Verifica livellostati. Il display visualizza la seguente schermata:




Premere il tasto Tubo pescante H₂O. Il display visualizza la seguente schermata:

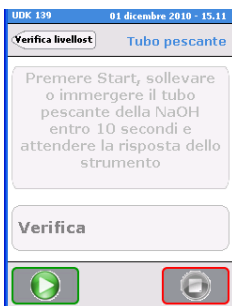



Premere il tasto  e seguire le istruzioni riportate a video.

La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.


Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.

Premere il tasto Tubo pescante NaOH. Il display visualizza la seguente schermata:

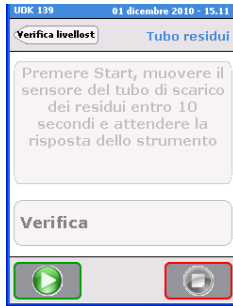



Premere il tasto  e seguire le istruzioni riportate a video.

La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.


Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.

Premere il tasto Tubo residui. Il display visualizza la seguente schermata:



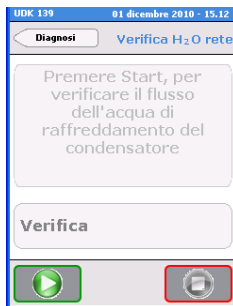
Premere il tasto  e seguire le istruzioni riportate a video.


La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.

Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.


Premere il tasto in alto a sinistra per tornare al menù "Diagnosi".

Premere il tasto Verifica acqua di rete. Il display visualizza la seguente schermata:



Premere il tasto  per verificare il corretto circolo dell'acqua di rete nel circuito idraulico del refrigerante.

La corretta esecuzione del controllo è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa.

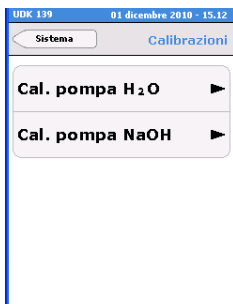
Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.

4.6.2. Calibrazioni

Dalla finestra “Sistema” premere il tasto “Calibrazioni”.



Il menù “Calibrazioni” è composto da due sottomenù.

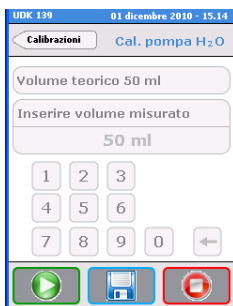



Per tornare al menù “Sistema” premere la freccia in alto a sinistra.


Nel menù “Calibrazioni” è possibile calibrare la portata erogata dalle pompe dei tre reagenti dosati dallo strumento.

NOTA: prima di effettuare la calibrazione delle pompe verificare che i circuiti idraulici siano perfettamente pieni (vedi menù “Controlli”).


Premere il tasto Cal. pompa H₂O. Il display visualizza la seguente schermata:



Premere il tasto  per iniziare la procedura. Lo strumento dosa la quantità di acqua di diluizione pari a 50ml.

Successivamente trasferire il reagente dosato in un cilindro graduato al fine di misurarne l'effettivo volume ed inserire tramite la tastiera numerica il valore misurato; premere il tasto  per salvare il valore inserito.

Ripetere la stessa procedura per la calibrazione della pompa NaOH.

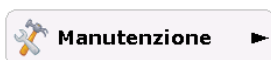
Con il tasto  si può arrestare il processo in qualsiasi momento.

NOTA: l'eventuale verifica del corretto volume dosato dopo l'allineamento si deve effettuare nel ciclo di lavoro in quanto nelle finestre di calibrazione lo strumento eroga sempre la quantità corrispondente al volume teorico di 50ml.

NOTA: lo strumento al ricevimento è già calibrato. E' necessario utilizzare questo menù nel caso di sostituzione di una delle pompe reagenti o nel caso in cui la concentrazione della soda sia diversa da quella suggerita in questo manuale.

4.6.3. Manutenzione

Dalla finestra “Sistema” premere il tasto “Manutenzione”.



Il menù “Manutenzione” è composto dai seguenti sottomenù.



Per tornare al menù “Sistema” premere la freccia in alto a sinistra.

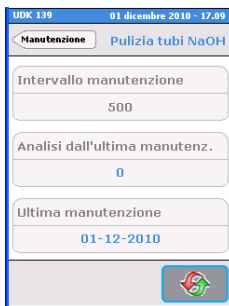
Per ogni singola manutenzione, viene visualizzato un contatore relativo al numero di analisi dall'ultima manutenzione seguito dell'intervallo di manutenzione consigliato. Tale intervallo di manutenzione viene automaticamente aggiornato qualora si decida di posticipare la manutenzione.

Viene inoltre visualizzato il numero totale di analisi effettuate dallo strumento.

NOTA: il tasto Numero analisi è solo di visualizzazione.

Pulizia tubi NaOH, filtri reagenti e sostituzione bocchettone

Dalla finestra “Manutenzione” selezionare con il touch-screen il sottomenù “Pulizia tubi NaOH”, il display visualizza:




Per tornare al menù “Manutenzione” premere la freccia in alto a sinistra.

A display si visualizzano le seguenti informazioni:

- intervallo di manutenzione consigliato. La manutenzione è consigliata ogni 500 analisi;
- analisi dall'ultima manutenzione;
- data dell'ultima manutenzione (GG-MM-AAAA).

La manutenzione è consigliata ogni 500 analisi (1000 analisi per la sostituzione bocchettone). Al superamento delle 500 analisi effettuate dall'ultima manutenzione (1000 analisi per la sostituzione bocchettone), all'accensione dello strumento, il display suggerisce la manutenzione. Se l'operatore sceglie di posticipare la manutenzione, essa verrà suggerita alla prima accensione dello strumento dopo aver effettuato ulteriori 20 analisi. In tal caso anche l'intervallo di manutenzione viene progressivamente aggiornata (ad esempio da 500 a 520).

Premere il tasto  per azzerare il contatore ed aggiornare la data.

Ripetere la stessa procedura per verificare la manutenzione relativa a Pulizia filtri e Sostituzione bocchettone.

4.6.4. Service

Dalla finestra “Sistema” premere il tasto “Service”.



Il menù “Service” è composto dai seguenti sottomenù.



Per tornare al menù “Sistema” premere la freccia in alto a sinistra.

Premere il tasto Aggiorn. software. Il display visualizza la seguente schermata:



E' possibile aggiornare il software attraverso una semplice operazione guidata.

Inserire la chiavetta USB contenente l'aggiornamento nella porta USB dello strumento.

La corretta esecuzione della fase di caricamento del nuovo software è contrassegnata sul display da un flag verde, la non corretta esecuzione è contrassegnata da una X rossa; in tal caso verificare che la chiavetta funzioni correttamente e che sia inserita nella presa USB, o che il nome attribuito al file sia *UDK139_update.zip*.

Seguire le istruzioni a video per completare l'aggiornamento.

Qualora durante la fase di completamento dell'aggiornamento, venga a mancare la corrente di alimentazione, al ripristino della stessa, spegnere lo strumento per 5 secondi e riaccenderlo per esser sicuri che lo strumento abbia caricato l'ultima versione software.

È possibile verificare il numero della versione software nella parte inferiore del display all'accensione dello strumento durante la fase di caricamento del software.

5. Controlli di funzionamento

5.1. Sicurezze, segnalazioni di riserva ed allarmi

5.1.1. Sicurezze

Lo strumento è dotato di diverse tipologie di sicurezze che possono inibire l'avvio del ciclo di lavoro o bloccarne l'esecuzione.

Sicurezza presenza provettone

Se il provettone non è inserito nell'apposita sede, alla pressione del tasto Start l'analisi non parte; una segnalazione acustica avvisa del pericolo e il display visualizza:

“AL3. Inserire provettone”.

Se si tenta di disinserire il provettone durante il ciclo di lavoro, una segnalazione acustica avvisa del pericolo e il display mostra il messaggio riportato sopra bloccando il ciclo di lavoro.

Sicurezza protezione trasparente

Se la protezione trasparente del provettone non è chiusa, alla pressione del tasto Start l'analisi non parte; una segnalazione acustica avvisa del pericolo e il display visualizza:

”AL4. Chiudere protezione”.

Se si apre la protezione durante il ciclo di lavoro, una segnalazione acustica avvisa del pericolo e il display mostra il messaggio riportato sopra continuando il ciclo di lavoro.

Sicurezza maniglia

Se la maniglia non è rilasciata, alla pressione del tasto Start l'analisi non parte; una segnalazione acustica avvisa del pericolo e il display visualizza:

”AL5. Rilasciare maniglia”.

Se si preme accidentalmente la maniglia durante il ciclo di lavoro, una segnalazione acustica avvisa del pericolo e il display mostra il messaggio riportato sopra continuando il ciclo di lavoro.

Sicurezza protezione trasparente + Sicurezza maniglia

Se durante il ciclo di lavoro la protezione trasparente del provettone non è chiusa e la maniglia non è rilasciata, viene bloccato il ciclo di lavoro; una segnalazione acustica avvisa del pericolo e il display visualizza:


“AL14. Chiudere protezione. Rilasciare maniglia”

Queste quattro sicurezze sono attive durante tutta l'analisi.

5.1.2. Riserve e troppo pieno

Riserve

La macchina è provvista di sistema di segnalazione delle riserve dei reagenti utilizzate per l'analisi. I tubi esterni in dotazione alla macchina per il carico dei reagenti sono provvisti di sensori di livello con contatti elettrici da inserire nella parte posteriore dello strumento in corrispondenza della relativa connessione idraulica.

Quando il livello del reagente in uno dei contenitori è al di sotto della soglia minima, alla pressione del tasto  del menù "Analisi" e "Controlli", il display avvisa della riserva del relativo reagente visualizzando uno o più dei seguenti messaggi:

"AL6. Riserva H₂O di diluizione"

"AL7. Riserva NaOH"

Riempire quindi la tanica con il reagente mancante.

Nella situazione di avviso di riserva, premere il tasto Continua per far partire comunque il ciclo di lavoro.

NOTA: nel menù "Controlli" lo strumento segnalerà se i reagenti sono in condizione di riserva (vedi cap. 4.6.1).

IMPORTANTE


Evitare di estrarre i tubi pescanti dotati di sensori di livello dal relativo contenitore in quanto gli stessi potrebbero parzialmente vuotarsi. In caso di segnalazione di riserva si consiglia di rabboccare il contenitore e di non sostituirlo al fine di non svuotare le tubazioni.

Nel caso si effettui la sostituzione del contenitore è consigliabile effettuare il riempimento delle tubazioni come descritto nel capitolo "Controlli" (cap. 4.6.1).

Troppo pieno

Lo strumento, grazie ad una dedicata circuiteria idraulica, è in grado di effettuare l'aspirazione dei residui di distillazione che possono essere raccolti in un contenitore apposito al fine di essere smaltiti in conformità alla norme vigenti.

Lo strumento viene fornito completo di un apposito tubo esterno provvisto di sensore di livello con contatti elettrici da inserire nella parte posteriore dello strumento in corrispondenza della relativa connessione idraulica (OUTLET Distillation Residues).

Quando il livello dei residui dentro il contenitore supera la soglia stabilita dal sensore di livello, alla pressione del tasto  del menù "Analisi" e "Controlli", il display visualizza

"AL9. Residui troppo pieno".

Svuotare o sostituire quindi il contenitore di raccolta.

Nella situazione di troppo pieno, premere il tasto Continua per far partire comunque il ciclo di lavoro.

NOTA: nel menù "Controlli" lo strumento segnalerà la condizione di troppo pieno (vedi cap. 4.6.1).

5.1.3. Allarmi e avvisi

Allarmi relativi al funzionamento dello strumento

Acqua di rete insufficiente

Lo strumento è dotato di un flussimetro posto dopo l'elettrovalvola in ingresso del refrigerante che rileva la portata dell' acqua.


Se il rubinetto dell'acqua di rete non è aperto o aperto troppo poco:

- all'accensione dello strumento, il display visualizza:

“AL10. Flusso H₂O di rete insufficiente”


per ricordare all'operatore di ripristinare il sufficiente flusso di acqua di rete,

- durante la fase di analisi del ciclo di lavoro, una segnalazione acustica avvisa dell'insufficienza dell'acqua di rete e il display mostra il messaggio riportato sopra continuando il ciclo di lavoro. Se entro 20 secondi non viene ripristinato il sufficiente flusso dell'acqua di rete, il ciclo di lavoro viene bloccato automaticamente,

- alla pressione del tasto  nel menù “Controlli automatici”, il display mostra il messaggio riportato sopra continuando il ciclo di lavoro,

Sostituire provettone

Lo strumento è dotato di un sensore capace di rilevare il cambio del provettone tra due analisi consecutive. Se il provettone non viene cambiato a fine analisi, alla


pressione del tasto  nel menù “Analisi”, una segnalazione acustica avvisa della mancata operazione e il display visualizza:

“AL11. Cambiare provettone”.


Premere il tasto  per far partire comunque il ciclo di analisi.

Avvisi


Riscaldamento in corso

All'avvio dello strumento, la banda gialla presente su tutte le pagine del software ricorda la fase di riscaldamento della caldaia. Alla pressione del tasto  nei cicli di lavoro che richiedono la produzione del vapore, il display visualizza:

“Riscaldamento in corso”.


Attendere il segnale acustico di fine della fase di riscaldamento e che la banda in alto diventi di colore azzurro e premere il tasto  per avviare il ciclo di lavoro.

Verifica nome e quantità campione


Nella distillazione, quando si confermano i parametri relativi all'analisi con il tasto Confirm, lo strumento ricorda di verificare il nome e la quantità campione qualora non si sia premuto il tasto  nella relativa schermata di impostazione. In tal caso il display visualizza:

“Verificare Nome/Q.tà campione”.

Premere il tasto Continua.

Alla nuova pressione del tasto Confirm si conferma il nome e la quantità campione precedentemente inseriti. Premere il tasto  per procedere con l'analisi.

Valore fuori range

Durante l'inserimento dei parametri, alla pressione del tasto , lo strumento avverte che il valore inserito non è corretto. In tal caso il display visualizza:

“Valore fuori range”.

Premendo il tasto Continua il parametro inserito viene cancellato per l'inserimento di quello corretto.

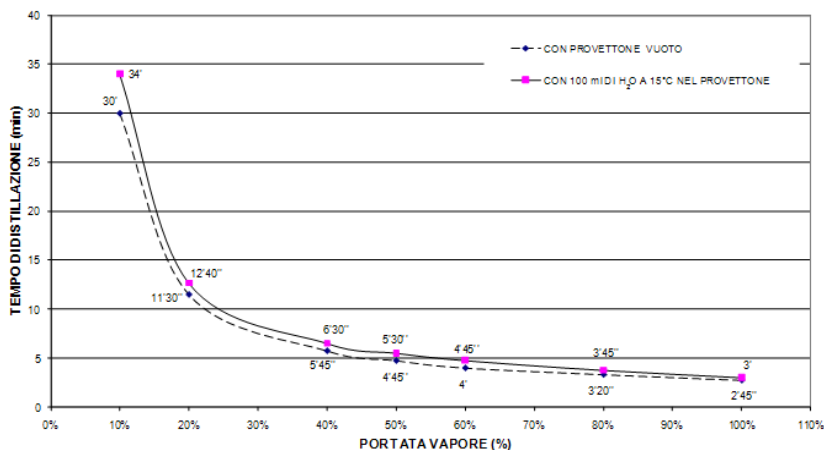
5.1.4. Arresti (black out)

Un'interruzione dell'alimentazione elettrica produrrà la perdita del test in corso. Al ripristino dell'alimentazione elettrica la macchina ripeterà il riscaldamento di 3 minuti.

I dati impostati per le analisi vengono mantenuti in memoria.

5.2. Grafico produzione vapore

Il grafico evidenzia il tempo necessario per la raccolta di 100 ml di distillato alle diverse portate di vapore.



Il distillatore UDK 139, come indicato dal grafico, permette di ottenere 100ml di distillato in soli 4 minuti. La potenza di vapore è impostabile in un intervallo compreso tra 10% e 100%, per permettere all'operatore di eseguire distillazioni veloci o lente a seconda della metodica utilizzata.

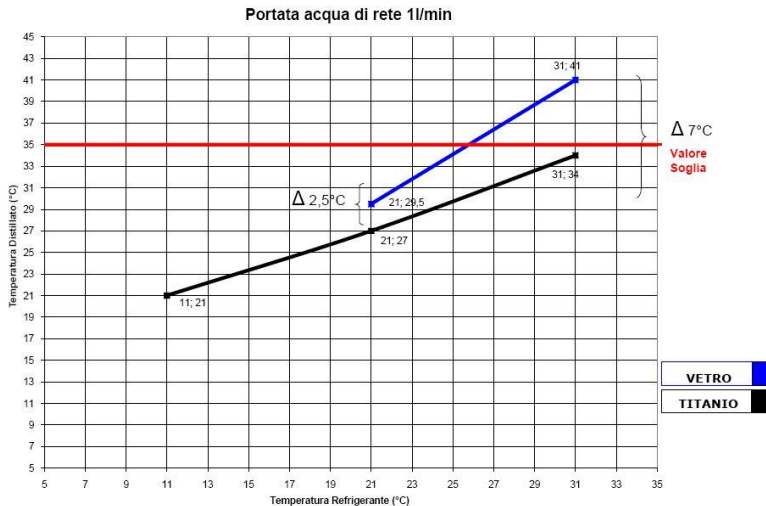
5.3. Grafico consumo acqua di rete in funzione della portata e della temperatura

Il grafico riportato sotto rappresenta l'efficienza del condensatore in titanio brevettato da Velp, rispetto al tradizionale condensatore in vetro.

E' importante notare come, mantenendo una portata dell'acqua di rete costante, pari a 1l/min, a temperatura elevata dell'acqua di rete, il condensatore in titanio è in grado di portare la temperatura del distillato ad un valore sempre al di sotto del valore soglia (35°C), come indicato dal metodo Kjeldahl.

NOTA: la metodica Kjeldahl suggerisce di non produrre distillato ad una temperatura superiore ai 35°C al fine evitare perdite di azoto dal campione distillato.

Dal grafico si osserva che il condensatore in titanio permette, ad una temperatura di acqua di rete pari a 31°C, di ottenere una temperatura del distillato di 34°C; in confronto il tradizionale condensatore in vetro, a parità di temperatura dell'acqua di rete è in grado di produrre un distillato con temperatura di 41°C.



L'elevata efficienza del condensatore in titanio si evidenzia anche alle basse temperature. Infatti ad una temperatura dell'acqua di rete di 21°C il condensatore in titanio permette di ottenere una temperatura del distillato pari a 27°C; in confronto il tradizionale condensatore in vetro, a parità di temperatura dell'acqua di rete è in grado di produrre un distillato con temperatura di 29,5°C. Il nuovo condensatore permette all'operatore di effettuare le analisi con un minimo consumo dell'acqua di rete. Il notevole scambio termico permette infatti di utilizzare una portata dell'acqua di rete a partire da circa 0,5 l/min per effettuare le analisi in modo corretto.


6. Ciclo di lavoro

Lo strumento è in grado di eseguire diverse modalità di analisi:

- analisi
- analisi di Devarda


Di seguito verranno illustrati i passi da realizzare una volta selezionata la modalità di analisi che si intende eseguire.

6.1. Analisi

1. Accendere lo strumento mediante l'interruttore generale posto sul lato destro dello strumento.
2. Lo strumento effettua il riscaldamento di tre minuti.
3. Aprire l'acqua di raffreddamento.
4. Posizionare un provettone vuoto nell'apposita sede.
5. Posizionare il disco antisdrucolo beuta sul piano frontale dello strumento,
6. Posizionare la beuta sopra il disco antisdrucolo.
7. Controllare che nella beuta sia inserito il tubo per il distillato (sul fondo della beuta).
8. Eseguire i controlli automatici o manuali.
9. Eseguire uno o più lavaggi.
10. Eseguire uno o più bianchi;
11. Posizionare il provettone contenente il campione da analizzare nell'apposita sede.
12. Selezionare la metodica da utilizzare.
13. Inserire i dati necessari all'analisi per le GLP (nome operatore, nome campione, quantità campione, tempo di distillazione).
14. Avviare l'analisi.
15. Il segnale acustico indica la fine del ciclo.
16. Sostituire il provettone da distillazione con uno contenente il nuovo campione. Se le distillazioni sono terminate, sostituire il provettone con uno vuoto.
17. Premere il tasto  per iniziare una nuova analisi.

6.2. Analisi di Devarda

1. Accendere lo strumento mediante l'interruttore generale posto sul lato destro dello strumento.
2. Lo strumento effettua il riscaldamento di tre minuti.
3. Aprire l'acqua di raffreddamento.
4. Posizionare un provettone vuoto nell'apposita sede.
5. Posizionare il disco antisdrucolo beuta sul piano frontale dello strumento,
6. Posizionare la beuta sopra il disco antisdrucolo.
7. Controllare che nella beuta sia inserito il tubo per il distillato (sul fondo della beuta).
8. Eseguire i controlli automatici o manuali.
9. Eseguire uno o più lavaggi.
10. Eseguire uno o più bianchi;

11. Posizionare il provettone contenente il campione da analizzare nell'apposita sede.
12. Selezionare la metodica da utilizzare assicurandosi di aver impostato il parametro *Pausa* diverso da 0:00
13. Inserire i dati necessari all'analisi per le GLP (nome operatore, nome campione, quantità campione, tempo di distillazione).
14. Avviare l'analisi.
15. Il segnale acustico indica la fine del ciclo.
16. Sostituire il provettone da distillazione con uno contenente il nuovo campione. Se le distillazioni sono terminate, sostituire il provettone con uno vuoto.
17. Premere il tasto  per iniziare una nuova analisi.

7. Operazione a fine lavoro

Prima di spegnere lo strumento a fine giornata di lavoro eseguire un Lavaggio accessibile nel menù "Analisi".

Al termine dei cicli di lavaggio:

1. Chiudere il rubinetto dell'acqua di rete
2. Spegnere l'interruttore generale

NOTA: lasciare sempre in posizione un provettone vuoto per evitare gocciolamenti.

8. Manutenzione

Lo strumento è dotato di un contatticli che avvisa l'operatore, mediante messaggi a display, quando effettuare gli interventi di manutenzione ordinaria / straordinaria previsti.

La porta di servizio è completamente apribile per un semplice e sicuro accesso alle parti interne dello strumento necessarie per le seguenti operazioni:

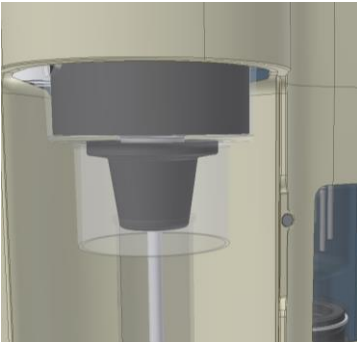
- Semplice ed immediata ispezione delle parti interne
- Rimozione e pulizia della vaschetta raccogliocce
- Rimozione del bocchettone

L'attività di manutenzione (Ordinaria e Straordinaria) è il requisito fondamentale per prolungare la vita dello strumento e per garantire che esso si trovi sempre nelle migliori condizioni di lavoro. E' importante quindi attenersi alle istruzioni riportate sotto.

8.1. Manutenzione ordinaria

La manutenzione ordinaria deve essere effettuata quotidianamente a fine utilizzo dello strumento e consiste nelle seguenti operazioni:

- Effettuare un ciclo di Lavaggio prima di spegnere lo strumento. Dal menù "Analisi" selezionare l'opzione Lavaggio.



- Pulire con un panno o spugna inumiditi di acqua il bocchettone di raccordo con il provettone, il particolare in plastica che lo protegge ed eventuali fuoriuscite di campione sulle superfici della macchina e della protezione trasparente.



- Pulire con un panno o sotto acqua corrente la vaschetta raccogliocce accessibile aprendo la porta di servizio e sbloccando la leva di chiusura.

8.2. Manutenzione straordinaria

- Interventi di manutenzione straordinaria non citati in questo manuale compresi gli interventi a parti interne, devono essere effettuati da personale espressamente autorizzato da VELP Scientifica
- Dati i rischi derivanti dal contatto con i reagenti o soluzioni presenti è preferibile, durante le operazioni di manutenzione, utilizzare mezzi di protezione personale adatti allo scopo (guanti, ecc.).

Interventi periodici di manutenzione straordinaria (ogni 500 analisi)

- Pulizia delle tubazioni della soluzione Idrossido di sodio (NaOH). Ogni 500 analisi.
- Pulizia dei filtri. Ogni 500 analisi.
- Sostituzione del bocchettone. Ogni 1000 analisi.

NOTA: Le operazioni di manutenzione straordinaria vengono suggerite a display al superamento delle 500 o 1000 analisi effettuate dall'ultima manutenzione. Nel menù "Manutenzione" è possibile azzerare i contatori e aggiornare la data dell'ultima manutenzione.

Interventi da realizzarsi quando necessario:

- Sostituzione dei fusibili
- Pulizia del condensatore
- Pulizia delle parti interne del gruppo protezione

8.2.1. Interventi periodici di manutenzione straordinaria

Pulizia tubazione idrossido di sodio

(Frequenza: ogni 500 analisi)

Le tubazioni dell'idrossido di sodio (NaOH) devono rimanere sempre piene in quanto tale soluzione a contatto con l'aria forma dei cristalli che ostruiscono le tubazioni stesse e compromettono il funzionamento dei componenti interni. Con la frequenza suggerita della manutenzione straordinaria, bisogna provvedere alla pulizia delle stesse.

- Posizionare un provettone da distillazione.
- Inserire la parte terminale del tubo di carico con sensore di livello relativo all'idrossido di sodio in un recipiente contenete acqua distillata tiepida (circa 40°C).
- Con il metodo del riempimento manuale dei tubi (vedi cap. 4.6.1), aspirare all'interno della tubazione una quantità sufficiente di acqua (almeno 1 litro).
- Con lo stesso procedimento ricaricare il circuito con la soluzione di idrossido di sodio.

Pulizia dei filtri

(Frequenza: ogni mese o dopo 500 analisi)

Lo strumento è dotato di 4 filtri che servono ad intercettare, nei reagenti e nell'acqua di rete in ingresso, eventuali parti solide, sedimenti o altro.



I filtri sono posizionati in corrispondenza dell'ingresso dell'acqua di rete e dell'ingresso dei reagenti.

- Ingresso acqua di rete: svitare il tubo di ingresso dell'acqua di rete e tirare verso l'esterno il filtro, servendosi di una pinzetta. Pulirlo sotto il flusso di acqua corrente o di aria compressa.

- Ingresso reagenti: i tre tubi di carico con sensore di livello per i reagenti sono dotati di un filtro posto all'estremità inferiore del tubo di ingresso. Utilizzando appositi guanti protettivi sfilare il filtro tirando verso l'esterno del tubo. Dopo averlo estratto aprire lo sportellino inferiore del filtro, tramite l'apposito rilievo, e pulirlo sotto il flusso di acqua corrente.

Durante questa operazione è possibile che i tubi si svuotino. Quindi, dopo aver riposizionato i filtri, effettuare il riempimento manuale dei tubi (vedi cap. 4.6.1).

Sostituzione del bocchettone

(Frequenza: ogni 1000 analisi)

Il bocchettone va sostituito quando ha perso di elasticità o risulta deformato e procura una non corretta tenuta della soluzione in lavorazione o comunque dopo 500 analisi.

Per agevolare l'estrazione del bocchettone, eseguire un lavaggio preliminare. Fare attenzione all'alta temperatura del gruppo protezione. Aprire la protezione trasparente.

Rimuovere il provettone in vetro e procedere all'estrazione del bocchettone e della protezione bocchettone. Per facilitare l'estrazione effettuare le seguenti azioni simultanee:

1. Impugnare la protezione in plastica con la mano, opportunamente protetta con guanto idoneo, ruotare e tirare verso il basso.
2. Con un apposito attrezzo fare leva attraverso l'apposita finestra disponibile all'interno dello sportello.

Procedere alla sostituzione.

Per facilitare questa operazione, immergere il nuovo bocchettone in acqua tiepida.

La protezione in plastica deve essere pulita con un panno o spugna inumiditi di acqua tiepida. Non utilizzare abrasivi o prodotti contenenti solventi.

8.2.2. Interventi da realizzarsi quando necessario

Sostituzione dei fusibili

La sostituzione dei fusibili si effettua solo se necessaria. Se uno dei due fusibili interviene, lo strumento non si accende ovvero non si illumina l'interruttore generale. I fusibili devono essere sostituiti da personale qualificato e solo con fusibili forniti da Velp Scientifica Srl.

Dopo aver scollegato preventivamente la macchina dalla rete di alimentazione elettrica, si può accedere ai fusibili, svitando i cappucci relativi posti sul retro dello strumento. La macchina è dotata di 1 fusibile per ogni fase: FUSE diam. 6.3x32 mm, 12A (230V).

Sostituzione pellicola protettiva per touch screen

La sostituzione della pellicola protettiva si effettua solo se la trasparenza della pellicola non garantisce una buona visibilità del display dopo la pulizia utilizzando un panno umido.

Pulizia del refrigerante

Viene eseguita quando il refrigerante è molto sporco di sali e di sostanze organiche presenti nell'acqua di rete che possono ridurre l'efficienza di scambio termico.

A strumento spento:

1. Svitare il tubo di carico dal rubinetto e immergerlo in un recipiente contenente dell'acqua posto preferibilmente al di sotto dello strumento. Si innesca il processo di svuotamento del circuito idraulico e del refrigerante.
2. Aprire lo sportello dello strumento
3. Togliere la fascetta in metallo che sostiene il refrigerante, svitando le due viti.
4. Staccare i tubi neri in ingresso e in uscita dal refrigerante e rimuoverlo dallo strumento.
5. Svitare la vite sulla flangia inferiore del refrigerante.
6. Svitare le due boccole bianche su entrambe le flange del refrigerante.
7. Estrarre la serpentina. Il refrigerante è così completamente smontato.
8. Lavare le varie parti con acqua corrente o acido cloridrico diluito per eliminare le eventuali incrostazioni.

9. Ricomporre il refrigerante avendo cura che la serpentina non tocchi le pareti del tubo trasparente e stringendo bene le boccole e la vite.

Pulizia delle parti interne del gruppo protezione

Per la pulizia del gruppo protezione e dell'interno del refrigerante procedere nel seguente modo:

1. Inserire in un provettone di distillazione 25ml di acqua deionizzata e 25ml di acido acetico concentrato e posizionarlo nella apposita sede sullo strumento.
2. Impostare una metodica senza l'aggiunta di nessun reagente, con tempo di distillazione di circa 10 minuti e senza l'aspirazione dei residui di distillazione.
3. Avviare l'analisi.
4. Alla fine della distillazione svuotare manualmente il contenuto del provettone.
5. Ripetere 2 o 3 volte il ciclo di distillazione inserendo però nel provettone circa 50 ml di acqua distillata al fine di lavare e sciacquare le parti interne dei due particolari.

8.3. Accorgimenti per il trasporto

Il trasporto dello strumento tramite spedizionieri, corrieri o altro deve essere effettuato utilizzando l'imballo originale antiurto di cui lo strumento è dotato quando spedito da nuovo. Seguire le istruzioni eventualmente riportate sullo stesso (pallettizzare). Posizionare i tappi sui connettori idraulici nella parte posteriore dello strumento.

NOTA: è importante procedere allo svuotamento e ad un attento lavaggio delle tubazioni interne della macchina, al fine di evitare che eventuali residui di reagenti possano danneggiare la macchina durante il trasporto.

Prima di scollegare lo strumento dalla rete elettrica ed idraulica provvedere a scaricare gli impianti idraulici dall'acqua di rete e dalle soluzioni reagenti come di seguito descritto:

- Posizionare un provettone vuoto nell'apposita sede.
- Estrarre i tubi di carico dai rispettivi contenitori e capovolgerli per non far apparire il messaggio di riserva e con lo stesso procedimento del riempimento iniziale dei tubi vuotarli completamente utilizzando i comandi presenti nel menù "Sistema"/"Controlli"/"Controlli manuali" dei tubi. Nelle tubazioni dell'idrato sodico aspirare acqua distillata tiepida (circa 40°C) al fine di lavare e rimuovere eventuali cristalli di soda sia nelle tubazioni che nei componenti interni che sono a contatto con la soda e successivamente vuotare il circuito estraendo e capovolgendo nuovamente il tubo dall'acqua distillata tiepida.
- Scollegare i tubi di carico e relativi contatti di segnalazione riserve dei reagenti nella parte posteriore dello strumento (H₂O e NaOH).
- Svitare il tubo di carico dal rubinetto e immergerlo in un recipiente contenente dell'acqua posto preferibilmente al di sotto dello strumento. Si innesca il processo di svuotamento del circuito idraulico e del refrigerante.

La movimentazione dello strumento da parte dell'operatore deve avvenire utilizzando le apposite impugnature poste sui fianchi nella parte bassa dello strumento.

9. Messa fuori servizio

Per la messa fuori servizio temporanea dello strumento si rende necessario lo svuotamento delle tubazioni dei reagenti e soluzioni in particolare quelli dell'idrato sodico come descritto nel capitolo "Accorgimenti per il trasporto".



Lo strumento rientra nella categoria delle apparecchiature elettriche ed elettroniche e quindi in caso di messa fuori servizio definitiva deve essere sottoposto a raccolta differenziata e non può essere smaltito come rifiuto urbano, secondo quanto previsto dalla Direttiva 2002/96/CE. Per maggiori informazioni sul riciclaggio di questo prodotto, contattare l'ufficio municipale locale preposto.

10. Accessori

Descrizione:	Codice
Provettone Ø 80x300 mm, 1l per determinazione contenuto alcolico	A00001083
Provettone Ø 48x260 mm, 300 ml	A00001088
Provettoni Ø 42x300 mm da 250 ml, confezione da 3 pezzi	A00000144
Provettoni Ø 26x300 mm, 100 ml, confezione da 6 pezzi	A00000146
Provettone Ø 50x300mm, 400ml	A00000185
Adattatore per provettone Ø 48x260 mm	A00000206
Bocchettone per provettoni Ø 26 mm, Ø 48 mm e palloni Kjeldahl da 500 ml	A00000043
Stampante (cavo di connessione incluso)	A00001009
Adattatore per stampante USB-RS232	A00000195
IQ/OQ/PQ Manuale UDK 139	A00000204
Mouse impermeabile	A00000215
Kit grado alcolico	A00000285
Pallone Kjeldahl, 500ml	A00000082

11. Parti di ricambio

Descrizione (vedi cap. 1.2):	Codice
Disco premiprovettone con reggi tubo	40001706
Bocchettone standard	10002322
Protezione bocchettone	10004708
Tubo livello stato H ₂ O	40000153
Tubo livello stato NaOH	40001023
Tubo residui di distillazione	40000387
Tubo di carico	10000280
Tubo in PVC Ø10x14	10001087
Tubo in silicone Ø6x9	10000020
Beuta da 250 ml	10001106
Pinza di estrazione	10000247
Pennino per touch screen	10004936
Pellicola protettiva per touch screen	40001798
* Fusibile ritardato ceramico 6.3x32mm 15A 250V	10006304

Le parti di ricambio sopra menzionate possono essere facilmente sostituite dall'operatore.

Per le altre parti di ricambio (e la completa lista) contattare il più vicino centro di assistenza Velp.

* I fusibili devono essere sostituiti solo da personale qualificato e solo con fusibili forniti da Velp Scientifica Srl.

Per la sostituzione dei fusibili è necessario:

- 11.1. Scollegare lo strumento dalla presa di alimentazione elettrica
- 11.2. Individuare il portafusibile sul retro dello strumento
- 11.3. Svitare il cappuccio del portafusibile

12. Caratteristiche tecniche

GENERALI

Alimentazione (corrente alternata)	V/Hz	230~(+/- 10%)/50-60
Potenza elettrica complessiva	W	2100
Potenza elemento riscaldante	W	2000
Dimensioni (B x H x P)	mm	385x780x416
	inch	15,2x30,7x16,4
Peso	kg	26
	lb	57,3
		LCD grafico touch-screen
Display		UK – I – E – F – RUS - CN
Lingue interfaccia display		Segnalazione esaurimento reagenti
Riserve		Segnalazione troppo pieno
Troppo pieno		contenitore residui
Grado di inquinamento		2
Categoria di sovratensione	II	
Altitudine max	m	4000
Umidità max ammessa	%	Max 85
Temperatura di stoccaggio	°C	+5+60
	°F	+41 ...+140
Temperatura ambiente	°C	+5+40
	°F	+41 ...+104
		2x15A 250V
Fusibili	A	35
Livello sonoro	dBA	

PRESTAZIONI

Valori di azoto	mgN	0,1 - 200
Riproducibilità	%	≤ 1
Tasso di recupero	%	≥ 99,5
Limite di rilevabilità	mgN	≥ 0,1
Tempo di distillazione	min:sec	4:00 (per 100ml di distillato con potenza vapore 100%)

CONSUMI

Acqua di raffreddamento a partire da (solo durante l'analisi)	l/1'	1 a 30°C 0.5 a 15°C
Acqua deionizzata per caldaia	ml/1'	50 alla massima portata (potenza vapore 100%)

DATI METODICHE

Metodiche N° 10

Ogni metodica contiene i seguenti parametri:

Riferimento alle metodiche ufficiali

Aggiunta H ₂ O	da 0 a 200 ml
Aggiunta NaOH	da 0 a 150 ml
Pausa	da 00'.00" a 99':59"
Tempo di distillazione	fino a 99' 59"
Potenza vapore	da 10 a 100 %
Aspirazione residui distillazione	Si/No

DATI ANALISI

Per ogni analisi possono essere impostati i seguenti parametri:

Metodica

Nome operatore

Nome campione

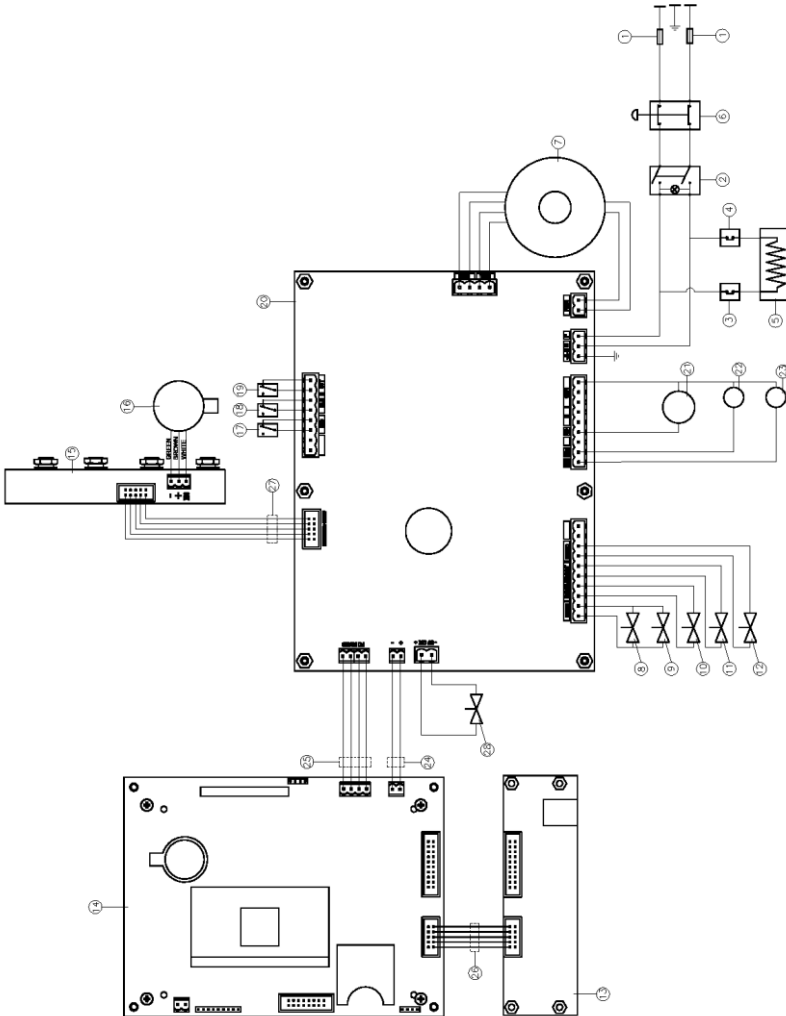
Quantità campione g o ml

Note

INTERFACCE

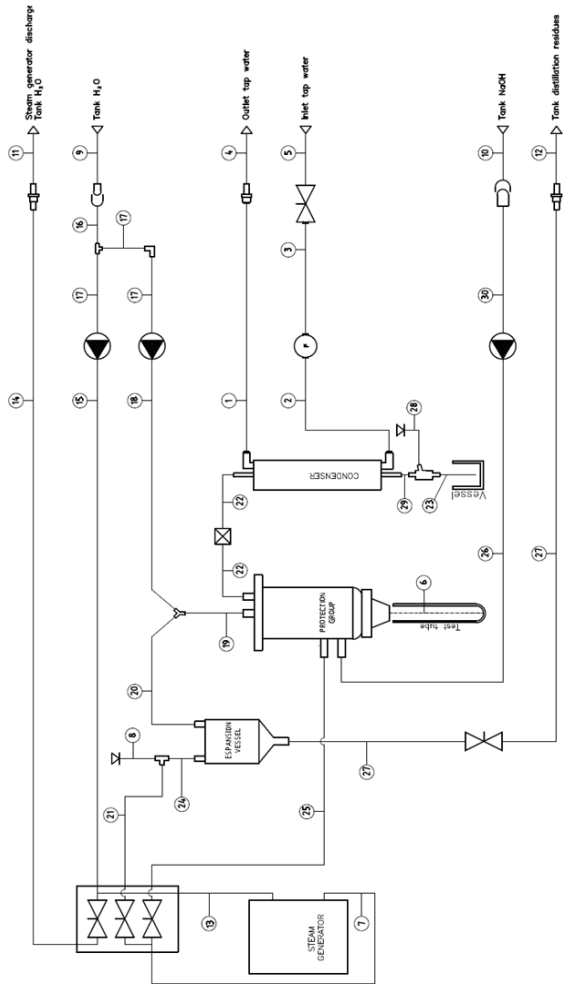
N°2 USB per stampante, chiavetta USB, mouse

13. Schema elettrico



N°	Descrizione
1	Fusibile 6.3x32 15A
2	Interruttore generale illuminato
3	Termostato di lavoro
4	Termostato di sicurezza
5	Generatore di vapore
6	Sezionatore apertura porta
7	Trasformatore
8	Elettrovalvola produzione vapore per distillazione
9	Elettrovalvola produzione vapore per scarico residui
10	Elettrovalvola scarico caldaia
11	Elettrovalvola scarico residui di distillazione
12	Elettrovalvola acqua refrigerante
13	Scheda elettronica segnali
14	Scheda elettronica display
15	Scheda elettronica riserve
16	Rilevatore acqua di rete
17	Sicurezza protezione
18	Sicurezza maniglia
19	Sicurezza premiprovettone
20	Scheda elettronica comando
21	Pompa NaOH
22	Pompa H ₂ O di diluizione
23	Pompa generatore di vapore
24	Cavo 2 poli
25	Cavo scheda PC-Comandi
26	Flat 10 poli
27	Flat riserve
28	Elettrovalvola chiusura distillato

14. Schema idraulico



N°	Q.ty	MATERIAL	DIAMETER (mm)	LENGHT (cm)
1	1	LLDPE	6 x 8	103
2	1	LLDPE	6 x 8	60
3	1	LLDPE	6 x 8	5.5
4	1	PVC	10 x 14	190
5	1	NYLON	7 x 14.5	200
6	1	PTFE	6 x 8	58
7	1	PTFE	4 x 6	20
8	1	EPDM	6,4 x 11,2	4
9	1	EPDM	6 x 10	190
10	1	EPDM	6 x 10	190
11	1	MQ/MVQ	6 x 9	190
12	1	EPDM	6 x 10	190
13	1	PTFE	4 x 6	11
14	1	EPDM	4,8 x 8	65
15	1	EPDM	4,8 x 8	41
16	1	EPDM	4,8 x 8	3.5
17	3	EPDM	4,8 x 8	3
18	1	EPDM	4,8 x 8	73
19	1	EPDM	6,4 x 11,2	5
20	1	EPDM	6,4 x 11,2	46
21	1	EPDM	6,4 x 11,2	11.5
22	1	EPDM black	8 x 11	26.5
23	1	MQ/MVQ	5 X 8	33
24	1	EPDM	6,4 x 11,2	4.5
25	1	EPDM	6,4 x 11,2	45
26	1	EPDM	6,4 x 11,2	33
27	1	EPDM black	6,4 x 11,2	44
28	1	EPDM	4,8 x 8	21
29	1	MQ/MVQ	6 x 9	8
30	1	EPDM	4,8 x 8	4.5

EPDM = Butile
 MQ/MVQ = Silicone
 PTFE = Teflon
 LLDPE = Polietilene a bassa densità

15. Garanzia

L'unità è coperta da garanzia contro difetti di produzione per **25 mesi** a partire dalla data di fatturazione VELP.

Eventuali reclami possono essere accettati solo se il sistema è stato installato come da specifiche di manuale e da personale qualificato e autorizzato VELP.

In virtù di tale garanzia VELP SCIENTIFICA si impegna a riparare lo strumento che risulti difettoso per qualità del materiale o cattiva lavorazione.

Non verranno sostituiti o riparati gli strumenti resi difettosi da imperizia ed incuria.

Per ulteriori dettagli contattare il proprio Distributore.

Esclusioni:

La garanzia decade per difetti risultanti da:

- imperizia ed incuria da parte dell'operatore
- riparazioni, manutenzioni o sostituzioni fatte da personale o Aziende non autorizzate dalla casa costruttrice
- uso dello strumento che non sia in conformità con le istruzioni/raccomandazioni date nel presente manuale operativo
- uso di ricambi non originali.

16. Suggerimenti

Gradiremmo ricevere i Vostri preziosi suggerimenti e consigli con lo scopo di migliorare costantemente queste istruzioni d'uso.

e-mail: service@velp.it

17. Descrizione generale del metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto organico

Dalla sua introduzione avvenuta più di un secolo fa, il metodo ha subito variazioni di vario genere riguardanti: temperature e tempi di digestione, dimensioni del campione, concentrazioni dell'acido per la digestione, tipi di catalizzatore. Ad esempio durante gli anni '30 era comune l'uso di 1 goccia di Mercurio metallico come catalizzatore e di acido solforico concentrato addizionato di oleum (fino all'80% di anidride solforica sciolta in acido solforico). Per motivi pratici e di sicurezza personale e ambientale queste prescrizioni sono state abbandonate. Nelle parti seguenti sono descritte le linee generali sulle quali si orienta attualmente l'impiego del metodo Kjeldahl con l'utilizzo di distillatori ad alta produzione di vapore quale il modello VELP UDK 139.

Intervallo di impiego

2 - 150 mg di azoto organico

15 - 1000 mg di proteine

Standard di azoto

Per il controllo della sola fase di distillazione e della titolazione si usano sali d'ammonio (cloruro, solfato). Ad esempio:

153 mg di cloruro d'ammonio purissimo vengono portati a 100,0 ml con acqua priva di ammoniaca. 25,0 ml di questa soluzione e 10 ml di acido solforico diluito (H_2SO_4 1 N) esente da ammoniaca vengono portati a 1000 ml con acqua esente da ammoniaca; 1 ml della soluzione finale = 0,01 mg N - NH_3 .

Questa soluzione è molto diluita (1 mg di N- NH_3 comporta l'uso di 100 ml) e pertanto può essere utile usare soluzioni meno diluite. Ad esempio portando le quantità indicate a 100 ml (invece che a 1000 ml) si avrà un contenuto finale di 0,1 mg N- NH_3 per ml di standard.

Quando si intende controllare anche la digestione ossidativa si utilizzano composti azotati puri, opportunamente essiccati fino a peso costante, quali:

- Glicina (o glicocollo, o acido amminoacetico) 18,66% di Azoto
- Acido solfamminico (o acido ammidosolfonico) 14,43% di Azoto
- Acetanilide 10,36% di Azoto
- Cistina 11,66% di Azoto
- Acido nicotinico 11,38% di Azoto

Per analisi di Azoto inorganico nitrico o ammoniacale di possono usare come standard:

- Fosfato monoammonico ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) 12,15% N
- Nitrato di Potassio (KNO_3) 13,85% N.

Acido per la digestione

Si utilizza acido solforico (H_2SO_4) concentrato, reagente puro o grado tecnico, con un basso contenuto di azoto (ammoniacale e nitrico), 98%, d 1,84 a 20°C. Questo acido viene anche specificatamente descritto "per analisi Kjeldahl". Può essere utilizzato anche acido solforico concentrato non "uso Kjeldahl", ma in questo caso si consiglia l'analisi sistematica di campioni in bianco. Esistono ricette per preparare acido solforico già contenente rame (e selenio) come catalizzatore. Ad esempio: 10 g di solfato rameico ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) vengono sciolti in 500 ml d'acqua esente da ammoniaca e poi si aggiungono lentamente 500 ml di acido solforico concentrato agitando (non aggiungere l'acqua all'acido per evitare spruzzi pericolosi). In alternativa si sciogliono 2 g di solfato rameico ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$), 2 g di biossido di

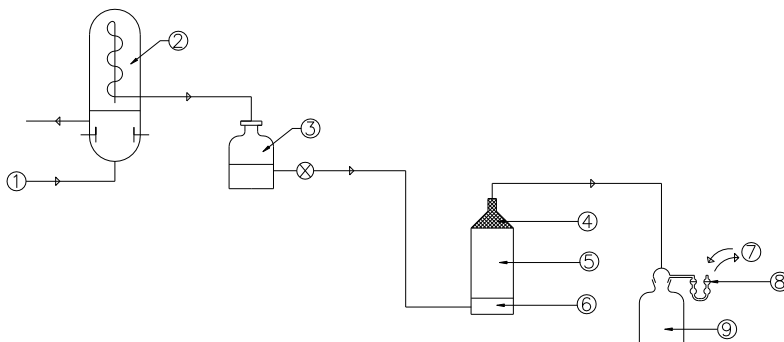
selenio (SeO_2) e 100 g di solfato di sodio anidro (Na_2SO_4) in 500 ml di acqua esente da ammoniaca e poi si aggiungono 500 ml di acido solforico concentrato.

Acqua distillata priva di ammoniaca per diluizioni

Aggiungere 0,1 ml di acido solforico concentrato (H_2SO_4) per litro di acqua distillata e distillare nuovamente.

Come alternativa è possibile utilizzare acqua deionizzata di buona qualità, ottenuta con letto misto di resine anionica e cationica forti, in cui sia accertata l'assenza di azoto ammoniacale e organico (biofouling).

Un'apparecchiatura completa per la produzione di acqua distillata esente da ammoniaca è descritta nello schema seguente:



- 1) Acqua di alimentazione
- 2) Distillatore
- 3) Recipiente di raccolta per l'acqua distillata
- 4) Lana di vetro
- 5) Colonna con resina a scambio ionico
Scambiatrice cationica forte miscelata
con scambiatrice anionica forte

- 6) Vetro sinterizzato
- 7) Aria
- 8) Guardia idraulica
- 9) Recipiente per l'acqua distillata esente
da ammoniaca

Campione da analizzare

Le sostanze da analizzare possono essere liquide, semisolide o solide. Se la quantità di un liquido viene misurata volumetricamente il risultato dovrà essere riferito al volume e non al peso nel caso la densità sia diversa da 1. Nel caso di sostanze semisolide o solide contenenti acqua, il campione dovrà essere sottoposto ad essiccazione quando sia richiesto di riferire il risultato al peso secco.

La macinatura del campione è intesa sia a rendere più facile l'attacco del materiale che a renderlo omogeneo. L'omogeneità del campione è il presupposto per l'ottenimento di risultati significativi.

L'accuratezza della pesata è di 0,1 mg. Per garantire il trasferimento quantitativo di un campione solido o semisolido nel provettone da digestione è opportuno utilizzare navicelle di carta uso pergamena, priva di azoto (ad esempio Cod. Art. 486 000), che introdotte assieme al campione verranno digerite senza conseguenze.

La dimensione del campione dipende dal suo contenuto di azoto e deve essere tale da fornire almeno 10-15 mg di azoto ammoniacale.

Se si ritiene che il campione sia poco omogeneo è meglio utilizzare quantità maggiori (3-4 g) da sottoporre all'analisi.

Catalizzatori

Anche se il mercurio viene considerato il miglior catalizzatore per Kjeldahl, la sua tossicità per l'uomo e per l'ambiente ne sconsiglia l'impiego.

Lo stesso vale per il selenio (anche SeO_2 e SeOCl_2).

E' ormai diffuso l'uso di solfato di rame ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) a minore rischio ambientale, precedentemente miscelato con solfato di potassio (K_2SO_4) anidro nel rapporto 9:1 in peso ($9 \text{K}_2\text{SO}_4 : 1 \text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$).

Per ogni campione da digerire si utilizzano 7,5 g di questa miscela (Catalizzatore Missouri). Sono disponibili in commercio compresse contenenti solfato di potassio anidro e diversi tipi di catalizzatore in quantità predosate di facile impiego (es. confezioni da 1000 compresse Velp Scientifica, vedere Accessori).

Altre aggiunte

Per innalzare il punto di ebollizione dell'acido solforico utilizzato per la digestione si aggiungono sali minerali, classicamente solfato di potassio (K_2SO_4).

Per garantire la completa mineralizzazione dei campioni è diffuso l'impiego di perossido di idrogeno (H_2O_2) 35% (130 volumi).

E' opportuno aggiungere questo reattivo alla miscela fredda prima della digestione (campione + acido) per evitare reazioni e spruzzi pericolosi.

Non iniziare mai il riscaldamento se non si è aggiunto l'acido solforico perchè il perossido di idrogeno può determinare, in contatto con il solo campione, vere e proprie esplosioni.

Temperature e tempi di digestione

La temperatura di digestione è normalmente di 420°C. Temperature più basse richiedono un allungamento dei tempi di digestione.

La digestione è completa entro 20-45 minuti (a 420°C).

Il completamento della digestione dà luogo ad una soluzione limpida e incolore che tende a solidificare raffreddandosi. Se si vuole mantenere liquida la miscela anche a freddo basta ridurre di poco la quantità di sale aggiunto per innalzare il punto di ebollizione rispetto all'acido.

Materiali particolari, ad esempio acciai o carboni, possono richiedere molte ore di digestione (fino a 24).

Altri reagenti

L'alcalinizzazione del campione digerito (50 ml NaOH per 7÷10 ml H_2SO_4 conc.), prima della distillazione viene ottenuto con soluzione concentrata (32-35%) di idrato sodico (NaOH), esente da ammoniaca.

1 ml di acido solforico concentrato al 98% d. 1,84 contiene 36,6 milliequivalenti di acido. 1 ml di soluzione di idrato sodico al 32% in peso, d. 1,35 contiene 10,8 milliequivalenti di alcali. Perciò 1 ml di acido solforico concentrato viene neutralizzato stechiometricamente da 3,39 ml di idrato sodico al 32%.

La distillazione dell'ammoniaca richiede di operare in un ambiente fortemente alcalino per avere tutta l'ammoniaca nella forma cosiddetta "libera".

Questo si ottiene aggiungendo un eccesso del 100% di alcali. Sugeriamo di usare 50 ml di idrato sodico al 32% per un campione digerito con 7÷10 ml di acido solforico concentrato (100 ml per 15 ml di acido).

L'ammoniaca distillata in corrente di vapore può essere raccolta nel distillato che si condensa nel refrigerante ad acqua secondo due modalità:

- a) classicamente facendola reagire con una soluzione a titolo noto di acido solforico e determinata successivamente mediante retrotitolazione.
- b) più recentemente si è adottata la soluzione di acido bórico (H_3BO_3) al 4% come assorbente primario. Essendo l'acido bórico praticamente indissociato non influenzerà la successiva titolazione acido/base con acidi forti a normalità nota.

Indicatori per la titolazione

Se ne usano circa 10 gocce per 125-130 ml di soluzione.

a) retrotitolazione di acido solforico con idrato sodico: rosso metile 20-30 mg in 100 ml di acqua, viraggio da rosso a giallo a pH 4,9. Oppure: 100 mg di verde bromocresolo e 30 mg di rosso metile in 100 ml di alcool etilico al 96%, viraggio da rosso a verde a pH 4,5; oppure metilarancio 100 mg in 100 ml di acqua, viraggio da rosso a giallo a pH 3,7.

b) titolazione con acido solforico o cloridrico dell'acido bórico dopo assorbimento dell'ammoniaca:

Indicatore Tashiro: si sciolgono 0,6 g di rosso metile in 50 ml di alcool etilico 95% e si mescolano con una soluzione di blu di metilene (0,1 g in 50 ml di acqua distillata). Il colore in mezzo alcalino è verde mentre in mezzo acido va dal grigio al rosa (pH 4,9) al rosso con un eccesso di acido.

Titolazione potenziometrica

Può venire effettuata usando HCl N/50 e fissando il pH come punto finale a 4,7.

La bassa costante di dissociazione dell'acido bórico permette di nuovo la titolazione diretta dell'alcali (ammoniaca).

Determinazione colorimetrica

In alternativa alla determinazione mediante titolazione, la determinazione dell'azoto ammoniacale può essere eseguita con metodo spettrofotometrico, ad esempio:

1. Metodo D-002, azoto ammoniacale in: Metodi analitici per le acque. IRSA-CNR. Roma. 1982.
2. Metodo 417 B. Nesslerizzazione o Metodo 417 C. Metodo al fenato: Standard methods for the examination of water and wastewater. 16a edizione APHA-AWWA-WPCF. Washington D.C. 1985.
3. Kit analitici per acque. Disponibili a richiesta.

In ogni caso si dovrà tener conto del rapporto tra il peso o il volume del campione e quello del distillato su cui si esegue la determinazione.

Calcolo

Per convenzione il contenuto di proteine si ricava moltiplicando per 6,25 il peso di azoto ottenuto col metodo Kjeldahl.

Questo equivale a considerare tutte le proteine composte per il 16% da azoto.

In realtà la composizione varia tra il 15 ed il 18% che giustifica come alcuni usino fattori diversi da 6,25, in genere inferiori.

L'AOC propone i seguenti fattori per prodotti specifici: 5,18 per le mandorle; 5,30 per le noci e le noci di cocco; 5,46 per le arachidi e le noci del Brasile; 5,70 per la farina di frumento; 6,38 per il latte e i prodotti caseari (Official Methods of Analysis (1984). Association of Official Analytical Chemists. Arlington, VA.USA). La FAO – WHO (1973) propone il fattore 5,70 per farina di frumento e soia.

Definizioni

L'azoto totale Kjeldahl (TKN) viene definito come la somma dell'azoto ammoniacale e dell'azoto organico che vengono trasformati in solfato d'ammonio nelle condizioni di mineralizzazione adottate dal metodo. L'azoto organico Kjeldahl è dato dalla differenza tra il valore dell'azoto totale Kjeldahl e quello dell'azoto ammoniacale. Per determinarlo direttamente si deve eliminare l'azoto ammoniacale prima di digerire il campione.

Procedimento per la digestione

Il campione pesato viene messo quantitativamente in un provettone da digestione (1 g circa) e 7-15 ml di acido da digestione e, dopo aver collocato sul digestore i due schermi di calore che rendono più omogeneo il riscaldamento dei provettoni, si inizia la digestione (420°C) che continua fino a sviluppo di fumi bianchi di anidride solforica (SO₃) (20-30').

Operare sotto cappa o con sistema di aspirazione dei fumi in funzione, con neutralizzazione mediante soluzioni di alcali concentrati (es. SMS Scrubber Velp Scientifica, Cod. Art. F307C0199).

I fumi di anidride solforica sono molto aggressivi e irritanti per le mucose già alla concentrazione di 1 ppm. Se il liquido non è chiaro si aggiunge una goccia di acqua ossigenata (H₂O₂ 35%, 130 voll.) e si bolle ancora per 10 minuti.

Quando la digestione è terminata si devono lasciar raffreddare i provettoni.

Il tempo di raffreddamento può essere abbreviato soffiando aria con un ventilatore.

NOTA!

Si raccomanda di NON inserire nei provettoni, in fase di digestione o di distillazione dei campioni, ebollitori di nessun tipo (sferette di vetro, pezzi di materiale ceramico) che potrebbero creare danni al distillatore.

Procedimento per la distillazione

Il provettone freddo viene messo in posizione nell'apparecchio da distillazione in corrente di vapore. Lo stesso viene fatto con la beuta vuota per il distillato.

Si imposta il programma automatico di distillazione per l'aggiunta di soluzione di acido bórico al 4% (normalmente 25 ml) al matraccio Erlenmeyer da 250 ml per la raccolta del distillato condensato; di un volume adeguato di soluzione di idrato sodico al 32% per la neutralizzazione e l'alcalinizzazione (da 50 a 100 ml) del campione e di acqua distillata o deionizzata (normalmente 50 ml) per la sua diluizione.

Il terminale del tubo di silicone collegato al refrigerante deve trovarsi sotto la superficie del liquido di raccolta per evitare perdite di ammoniacale.

Normalmente si raccolgono 100 ml di distillato.

NOTA!

E' necessario disabilitare l'aspirazione dei residui di distillazione a fine analisi per evitare eventuali danni al distillatore se il campione che deve essere distillato presenta dei residui solidi.

18. AOAC, metodo 960.52, determinazione microchimica dell'azoto - metodo Micro-Kjeldahl

AOAC International 1990. Official Methods of Analysis of AOAC International , 15th ed., The Association , Arlington, VA.

Questo metodo NON è adatto per campioni contenenti legami N-N o N-O.

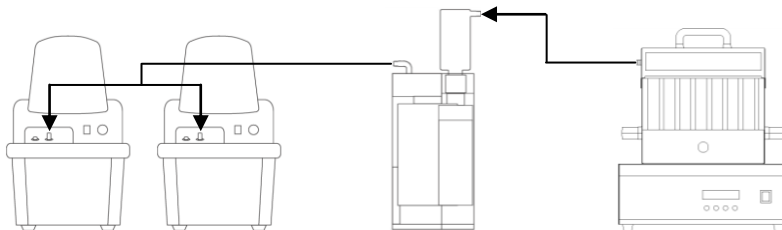
Strumentazione:

- digestore DK 20/26 cod. F30100185, o DK 42/26 cod. F30100186
- provettoni diam. 26mm x 300 mm, cod. A00001091
- adattatore A00000043

- accessori necessari per il DK 20/26:
 - sostegno vetreria con schermo calore, cod. A00001110
 - cappa di aspirazione, cod. A00109626
 - sistema di supporto, cod. A00001206

- accessori necessari per il DK 42/26:
 - sostegno vetreria con schermo calore, cod. A00001109
 - cappa di aspirazione, cod. A00109326
 - sistema di supporto, cod. A00001204

- Pompa JP, cod. F30620198. Quando si utilizza il digestore DK 42/26, Velp suggerisce di utilizzare 2 JP (per la connessione fare riferimento allo schema sottostante) per garantire un efficace rimozione dei fumi:



- SMS Scrubber, cod. F307C0199
- Distillatore in corrente di vapore UDK139

Procedimento:

1) Campione: pesare 10-30 mg di campione, possono essere utilizzate navicelle di pesata prive di azoto, cod. CM0486000, introdotte nel provettone. Utilizzare per l'analisi un quantitativo di campione che richieda 3-10ml di 0.01 o 0.02N HCl (contenente 0.85-1.70 mg di azoto).

2) Reagenti per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:

- 1 pastiglia catalizzatrice ST (cod. CT0006609), contenente Selenio come catalizzatore
- 2.0 ml di acido solforico concentrato, 96-98%

Normalmente il peso di campione da analizzare è 15 mg circa; aggiungere 0.1 ml di acido in più per ogni 10 mg di sostanza organica secca >15 mg.

Dimezzare le quantità di reagenti sopra, se il campione è < 7mg, eccetto quando si utilizzano le navicelle di pesata.

3) Digestione: scaldare a 420°C per 1 ora, 1 ora e mezza.

4) Raffreddamento: raffreddare i provettoni a 50-60°C

5) Distillazione-Titolazione: posizionare nel distillatore il campione digerito.

Programma:

Selezionare un metodo con i seguenti volumi dei reagenti:

Acqua diluizione, 10 ml

Acido borico, 25 ml

Iodossido di sodio, 35% (P/V), 10 ml

Vapore 100%

Tempo di distillazione: 4 minuti

Premere START per iniziare l'analisi.

Titolare il distillato con HCl o H₂SO₄ 0,01 N o 0,02 N, programmando una titolazione a punto finale pH 4,7.

19. Schema di analisi tipica per Azoto organico

A	Macinare o omogeneizzare il campione
B	Pesare o pipettare il campione
C	Trasferire quantitativamente il campione nei provettoni
D	Aggiungere acido da digestione e sali
E	Aggiungere catalizzatori se non già presenti nell'acido
F	Collocare in posizione i provettoni nel digestore: es. DK 6 o DK20
G	Mineralizzare i campioni
H	Raffreddare i provettoni
I	Inserire il provettone col campione nell'unità UDK 139
L	Avviare il ciclo automatico di distillazione programmato
M	Titolare il campione
N	Calcolare il risultato

20. Metodi analitici

1 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico del latte e derivati

Il contenuto di proteine del latte vaccino non lavorato è mediamente di 3,2 g/100 ml (512 mg di azoto). Il latte di donna è più povero di proteine (1 g/100 ml), quello di altri animali più ricco rispetto al latte vaccino (pecora 5,6 g/100 ml).

Procedimento

1 Campione:

a_ Latte (vaccino, caprino o ovino)

Trasferire il campione in un bagno termostatico (es. OCB, cod. F40300240) a 38 °C a 40 °C. Mescolare delicatamente per inversione senza causare la formazione di schiuma. Raffreddare a temperatura ambiente e trasferire 5 ml di campione nel provettone.

b_ Formaggio (vaccino, caprino o ovino)

Togliere la crosta o lo strato superficiale di muffa. Omogeneizzare il formaggio con un cucchiaino o un coltello. Pesare 1,000 g di campione in una navicella di pesata (cod. CM0486000) e trasferirlo nel provettone.

2 Reattivi per la digestione:

a_ per campioni di latte aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)

20 ml acido solforico (H_2SO_4) concentrato (96-98%)

5 ml perossido di idrogeno (H_2O_2) 35% (130 voll.)

b_ per campioni di formaggio aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici TCT (cod. CT0006621)

12 ml acido solforico (H_2SO_4) concentrato (96-98%)

3 Digestione: riscaldare per 15 minuti a 150 °C,

15 minuti a 250 °C,

40 minuti a 420 °C,

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone con il campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.38

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione= 50ml

H_3BO_3 = 30ml

NaOH= 70 ml

Titolante: HCl 0.1N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC 991.20, ISO 8968-1:2014

2 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nelle mandorle, noci, nocciole

Procedimento

1 Campione: macinare il campione con apposito dispositivo. Pesare 0.5-0.8 g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg.

2 Reattivi per la digestione - per ogni campione aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)

12 ml acido solforico (H_2SO_4) concentrato (96-98%)

2 pastiglie antischiuma S (cod. CT0006600)

3 Digestione: 60 min a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone con il campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 5.18

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione= 50ml

H_3BO_3 = 30ml

NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 950.48

3 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nelle noci di cocco

Procedimento

1 Campione: macinare il campione con apposito dispositivo. Pesare 0.5-0.8 g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg.

2 Reattivi per la digestione - per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
12 ml acido solforico (H_2SO_4) concentrato (96-98%)
2 pastiglie antischiuma S (cod. CT0006600)

3 Digestione: 60 min a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 5.30

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2 N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 950.48

4 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nelle arachidi e noci brasiliane

Procedimento

1 Campione: macinare il campione con apposito dispositivo. Pesare 0.5-0.8g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg.

2 Reattivi per la digestione - per ogni campione aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)

12 ml acido solforico (H_2SO_4) concentrato (96-98%)

2 pastiglie antischiuma S (cod. CT0006600)

3 Digestione: 60 min a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 5.46

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione= 50ml

H_3BO_3 = 30ml

NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 950.48

5 - Metodo Kjeldahl per la determinazione del contenuto di proteine nella birra

Tra i componenti dell'estratto solubile di una birra vi sono proteine ed amminoacidi. L'estratto solubile rappresenta tra il 3 ed il 12% del peso in una birra.

Procedimento:

1) Campione: 25 ml di birra (da cui è stata eliminata in precedenza l'anidride carbonica introducendone un opportuno volume in una grande beuta e agitando a lungo) in provettone da digestione. Concentrare la birra nel digestore a 100 °C fino a consistenza sciropposa.

2) Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)
10 ml acido solforico (H_2SO_4) concentrato (96-98%)
10 ml perossido di idrogeno (H_2O_2) 35% (130 voll.)
2 pastiglie antischiuma S (cod. CT0006600)

3) Digestione: agitare bene ed inserire nel digestore.
Riscaldare per 30 min a 100 °C, per 30 min a 200 °C, per 30 min a 300 °C e per 40 min a 420°C.

4) Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50 – 60 °C.

5) Distillazione-titolazione: inserire il provettone con il campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.1 N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC Official Methods of Analysis. Metodo 920.53.

6 - Metodo Kjeldahl per la determinazione del contenuto proteico del malto d'orzo

Procedimento

1) Campione: 1 g di malto macinato finemente e setacciato con maglie da 2 mm, preventivamente essiccato in stufa a 105 °C fino a peso costante, accuratamente pesato e trasferito quantitativamente in provettone da digestione.

2) Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie ST (cod. CT0006609)
12 ml acido solforico concentrato (96-98%)

3) Digestione: impostare sul digestore le seguenti rampe di temperatura:
20 min a 220 °C e poi 40 min a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciar raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.1N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: Official Methods of Analysis , AOAC (ed.1990), vol.2 (metodo n. 950.09).

7 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico di mangimi

Procedimento

1) Campione: 0.5-2 g circa di prodotto macinato, setacciato con maglie da 2 mm ed essiccato a 105 °C fino a peso costante, pesato accuratamente e trasferito quantitativamente in provettone da digestione.

Nel caso di prodotti ricchi di proteine (farine di carne e di pesce) il campione può essere ridotto a 1 g.

2) Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:

1 pastiglia catalizzatrice W (cod. CT0006613)

15 ml acido solforico concentrato 96-98%

3) Digestione: riscaldare per 60 minuti a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione= 50 ml

H₃BO₃= 30 ml

NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 984.13

8 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico del grano

Procedimento

1) Campione: macinare il campione con adatto dispositivo. Se il risultato deve essere espresso sul secco, eseguire una determinazione separata dell'umidità sul campione macinato. Pesare 1g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg.

2) Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
2 pastiglie antischiuma S (cod. CT0006600)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone con il campione.

3) Digestione: riscaldare per 40 minuti a 300 °C e 90 minuti a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 5.70

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione=50ml
 H_3BO_3 =30ml
NaOH=50 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 979.09

9 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in avena, orzo, mais, riso, segale

Procedimento

1) Campione: macinare il campione con adatto dispositivo. Se il risultato deve essere espresso sul secco, eseguire una determinazione separata dell'umidità sul campione macinato. Pesare 1g di campione con accuratezza di $\pm 0.1\text{mg}$.

2) Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
2 pastiglie antischiuma S (cod. CT0006600)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone con il campione.

3) Digestione: riscaldare per 40 minuti a 300 °C e 90 minuti a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 979.09

10 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico della soia e dei lupini

Procedimento

1) Campione: macinare il campione con adatto dispositivo. Se il risultato deve essere espresso sul secco, eseguire una determinazione separata dell'umidità sul campione macinato. Pesare 1g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg.

2) Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone con il campione.

3) Digestione: riscaldare per 60 minuti a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone con il campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 979.09

11 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nei mangimi per cani/gatti in scatola

Procedimento

1) Campione: omogeneizzare il campione con adatto dispositivo. Per campioni con umidità fino a 60%, pesare 2g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg, per campioni con umidità superiore a 60% pesare 3g di campione con la stessa accuratezza.

2) Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
15 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone con il campione.

3) Digestione: riscaldare per 70 minuti a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 60 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 984.13

12 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in foraggi e paglia

Procedimento

1) Campione: tagliare il campione con delle forbici a una lunghezza approssimativa di 2-3 cm. Seccare il campione ed infine macinarlo tramite adatto dispositivo. Pesare 1g di campione con accuratezza di ± 1 mg.

2) Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone con il campione.

3) Digestione: riscaldare per 60 minuti a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 978.04

13 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in pancetta, prosciutto, hot dog, salame, salsiccia

Procedimento

1) Campione: 2g di campione pesato con accuratezza di ± 0.1 mg dopo adeguata omogeneizzazione.

2) Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone con il campione.

3) Digestione: riscaldare per 75 minuti a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 75ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 981.10

14 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico di carni e derivati

Il contenuto di proteine di carni bovine fresche è di circa il 20% (3% circa di azoto proteico). Carni secche salate contengono circa il 35% di proteine mentre nei salumi si hanno valori tra l'11 e il 17% in funzione del contenuto sia d'acqua che di grassi.

Procedimento

1 Campione: circa 1 g di prodotto macinato pesato accuratamente (circa 60 mg di azoto proteico per carni fresche, intervallo 40÷100) e trasferito quantitativamente in provettone da digestione.

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)
20 ml acido solforico concentrato 96-98%
5 ml perossido di Idrogeno (H_2O_2) 35% (130 voll.)

agitare delicatamente il provettone con il campione.

3 Digestione: riscaldare per 30 minuti a 250 °C,
30 minuti a 350 °C,
60 minuti a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 70 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 981.10

15 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nel pane e prodotti da forno

Procedimento

1 Campione: macinare il campione con adatto dispositivo. Pesare 2g di campione secco con accuratezza di ± 0.1 mg.

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici TCT (cod. CT0006621)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone col campione.

3 Digestione: riscaldare per 60 minuti a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 5.7

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 75 ml
 H_3BO_3 = 30 ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 950.36

16 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nel lievito compresso e granulare

Procedimento

1 Campione: macinare, se necessario, e rendere omogeneo il campione con adatti dispositivi; pesare 0.5-0.7 g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg.

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone col campione.

3 Digestione: riscaldare per 70 minuti a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 75ml
 H_3BO_3 = 30ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 962.10

17 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nel patè di fegato

Procedimento

1 Campione: 2g di campione pesato con accuratezza di ± 0.1 mg dopo omogeneizzazione con adatto dispositivo.

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone con il campione.
Per campioni con elevato tenore in grassi, usare 15ml di acido e quindi aggiungere 5ml di perossido di idrogeno.

3 Digestione: riscaldare per 45 min a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione=50ml
 H_3BO_3 =30ml
NaOH=50 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 981.10

18 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in zucchero, sciroppo, melassa

Procedimento

1 Campione: pesare 1g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg (2g per la melassa con la stessa accuratezza).

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone col campione.

3 Digestione: riscaldare per 60 min a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione=75ml
 H_3BO_3 =30ml
NaOH=50 ml

Titolante: HCl 0.2N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 945.23

19 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in spaghetti, maccheroni di grano, pasta all'uovo

Procedimento

1 Campione: rompere la pasta in piccoli pezzi con le mani o con adatto dispositivo e mescolare bene . Macinare infine il campione con adatto dispositivo. Pesare 1g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg.

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone col campione.

3 Digestione: riscaldare per 60 min a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 5.7

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione=50ml
 H_3BO_3 =30ml
NaOH=50 ml

Titolante: HCl 0.1N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 930.25

20 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico in spaghetti, maccheroni di diversi cereali

Procedimento

1 Campione: rompere la pasta in piccoli pezzi con le mani o con adatto dispositivo e mescolare bene . Macinare infine il campione con adatto dispositivo. Pesare 1g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg.

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)
12 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone col campione.

3 Digestione: riscaldare per 60 min a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione=50ml
 H_3BO_3 =30ml
NaOH=50 ml

Titolante: HCl 0.1N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 930.25

21 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nelle piante (vegetali)

Procedimento

1 Campione: sminuzzare ed omogeneizzare il campione con adatti dispositivi, quindi pesarne 0.5-1.5 g nel provettone da digestione.

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)

13 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone con il campione.

3 Digestione: riscaldare per 60 min a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione=75ml

H₃BO₃=30ml

NaOH=50 ml

Titolante: HCl 0.2N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 978.04.

22 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto proteico nei funghi

Il contenuto medio di proteine nei funghi freschi è pari al 2-4%.

Procedimento

1 Campione: 10g di campione macinato e secco.

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)
15 ml acido solforico concentrato 96-98%

agitare delicatamente il provettone col campione.

3 Digestione: riscaldare per 60 min a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50 ml
 H_3BO_3 = 30 ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2 N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: AOAC, "Official methods of analysis", metodo 976.06

19.2 Metodiche pre-impostate per analisi di campioni non alimentari

23 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale nel petrolio grezzo e nei carburanti (ISO n. 333)

Procedimento

1 Campione: omogeneizzare il campione agitando prima dell'analisi. Pesare 1g di campione con accuratezza di ± 0.1 mg.

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:
2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)
20 ml acido solforico concentrato 96-98%

aggiungere con cautela 10ml di perossido di idrogeno per evitare formazione di schiuma.

agitare delicatamente il provettone col campione.

3 Digestione: partire da temperatura ambiente ed utilizzare le rampe per il riscaldamento fino ai 420°C , per un totale di 4 ore.
Mantenere a 420°C per 30 minuti. Tempo totale di digestione: 4 ore e 30 min.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 0.00

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 70 ml
 H_3BO_3 = 30 ml
NaOH= 70 ml

Titolante: HCl 0.1N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: norma ISO n. 333

24 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale in ABS, SAN, gomma

Procedimento

1) Campione:

GOMMA: il campione viene tagliato in piccoli pezzi e quindi macinato. 0,50 g di campione accuratamente pesati vengono utilizzati per l'analisi.

SAN: tagliare in piccoli pezzi il campione. Macinarlo. Pellets di 1x3 mm possono essere analizzati direttamente. Pesare 0.50g di campione con accuratezza di ± 2 mg.

ABS: macinare il campione. Pesare 0.50g con accuratezza di ± 2 mg. Pellets di 1x3mm possono essere analizzati direttamente.

2) Reattivi per la digestione:

2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)

2 pastiglie antifoam S (cod. CT0006600)

15 ml di acido solforico concentrato 96-98%

5 ml perossido di idrogeno (H_2O_2) 35% (130 Voll.). Aggiungere 1 ml per volta.

Dopo l'aggiunta dei reagenti agitare per inumidire il campione. In alcuni casi potrebbe essere necessario lasciare predigerire i campioni una notte a temperatura ambiente.

3) Digestione:

30 min a 250 °C

30 min a 350 °C

60 min a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciar raffreddare i provettoni a 50-60°C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.25

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione= 50 ml

H_3BO_3 = 30 ml

NaOH (40% w/v)= 60 ml

Titolante: HCl 0.1 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: norma ISO n. 1656

25 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale nell'urea

Il metodo è utilizzabile per la determinazione del contenuto di urea in amminoplasti, ad es. resine urea-formaldeide.

Procedimento

1) Campione: il campione viene macinato in modo da ottenere una polvere sottile ed omogenea.

1g di campione accuratamente pesato viene quantitativamente trasferito in un provettone da digestione.

2) Reattivi per la digestione. Per ogni campione aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)

12 ml di acido solforico concentrato 96-98%

dopo l'aggiunta dei reagenti agitare per inumidire il campione.

3) Digestione: 60min a 420 °C.

4) Raffreddamento: lasciar raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 0.00

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione= 50 ml

H₃BO₃= 30 ml

NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Il contenuto di urea del campione viene calcolato considerando che il contenuto di azoto dell'urea è 46.65 %.

La quantità di ammoniacca distillata da 0.1g di urea richiede 16.64 ml di 0.2N HCl per essere titolata.

Bibliografia: norma ISO n. 1392.

26 - Metodo Kjeldahl per determinare l'azoto totale nelle acque

Il valore ottenuto con questo metodo corrisponde alla somma dell'Azoto organico (proteine, acidi nucleici, urea, composti organici di sintesi) e dell'Azoto ammoniacale.

La misura di questo parametro è richiesta dalle Leggi 319/76 e 650/79 per gli scarichi di acque reflue in laghi, diretti o indiretti compresi entro una fascia di 10 km dalla linea di costa (organico + ammoniacale + nitroso + nitrico = 10 mg N/l massimo).

Il metodo Kjeldahl non rileva, o rileva solo in parte, alcune forme di Azoto: azidi, azocomposti, idrazoni, idrazina e idrossilammina, nitriti e nitrati.

Procedimento

1 Campione: 50-200 ml di acqua (0,1 - 0,5 mg di azoto nella maggior parte dei casi) in provettone da digestione standard.

Con DKL12 è possibile utilizzare il provettone Jumbo 400 ml (code A00000185) ed il supporto vetreria (cod. A00000181).

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici CM (cod. CT0006650)

10 ml acido solforico concentrato 96-98%

3 Digestione: agitare con cura il provettone.

Riscaldare per 30 min a 150°C, 30 min. a 250 °C ed infine per 1 ora a 420 °C.

Il riscaldamento iniziale fa evaporare l'acqua. Nel caso in cui l'ebollizione si sviluppi in modo troppo violento utilizzare una temperatura inferiore, es. 150°C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 0.00

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione = 50 ml

H₃BO₃ = 30 ml

NaOH = 50 ml

Titolante: HCl 0.01N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: : Environmental Protection Agency, EPA PAI-DK01, AOAC 973.48, ISO 5663-1984, ISO11732.

27 - Metodo Kjeldahl per determinare il contenuto di azoto totale nei terreni

Una terra di buona fertilità contiene un 2-3% di sostanza organica in massima parte composta da humus, contenente tra il 4 ed il 6% di azoto.

Si ha anche un contenuto di azoto ammoniacale (qualche ppm) che deve essere determinato a parte e sottratto al valore dell'azoto Kjeldahl ottenuto se si vuole ottenere il valore dell'azoto organico.

Procedimento

1 Campione: pesare accuratamente 1 g di terreno essiccato all'aria, setacciato a 2 mm ed essiccato a 105 °C fino a peso costante, e trasferirlo nel provettone da digestione (3÷12 mg di azoto organico).

2 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)

12 ml acido solforico concentrato 96-98%

3 Digestione: riscaldare per 60 minuti a 420 °C.

4 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

5 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone con il campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 0.00

Aggiunta di reagenti:

acqua di diluizione= 50 ml

H₃BO₃ = 30 ml

NaOH = 50 ml

Titolante: H₂SO₄ 0.1 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Per evitare problemi al distillatore si raccomanda di NON utilizzare la funzione "aspirazione residui distillazione".

Bibliografia: "Methods of soil analysis" parte 2 – Proprietà chimiche e microbiologiche, 2a ed.

28 - Metodo Kjeldahl per la determinazione della colla animale (gelatina) nella carta

Nella produzione della carta si usano colla animale o gelatina, caseina e proteine di soia come agenti leganti. Il metodo Kjeldahl fornisce risultati attendibili per il contenuto di proteine se non sono presenti altre sostanze contenenti azoto (ad esempio resine sintetiche usate per migliorare la resistenza all'umidità).

Procedimento

1) Campione

2 g circa di carta tagliata in pezzetti di circa 1 cm²

2) Reagenti per la digestione

per ogni campione aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)

15 ml acido solforico concentrato 96-98%

3) Digestione

Scaldare a 200 °C per alcuni minuti per lasciar sviluppare la schiuma, poi alzare la temperatura a 420 °C per 30 minuti

4) Raffreddamento

Lasciar raffreddare i provettoni a 50-60 °C

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 5.60

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione= 50ml

H₃BO₃= 30ml

NaOH= 50 ml

Titolante: H₂SO₄ 0.1 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: TAPPI Standard T418 05-61. Organic Nitrogen in Paper (azoto organico nella carta) modificato riducendo a metà la quantità di catalizzatore al mercurio.

TAPPI Standards and Suggested Methods. Technical Association of the Pulp and Paper Industry. Atlanta, Georgia, USA.

29 - Metodo Kjeldahl per la determinazione della caseina nella carta

Nella produzione della carta si usano colla animale o gelatina, caseina e proteine di soia come agenti leganti. Il metodo Kjeldahl fornisce risultati attendibili per il contenuto di proteine se non sono presenti altre sostanze contenenti azoto (ad esempio resine sintetiche usate per migliorare la resistenza all'umidità).

Procedimento

1) Campione

2 g circa di carta tagliata in pezzetti di circa 1 cm²

2) Reagenti per la digestione

per ogni campione aggiungere nel provettone:

2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)

15 ml acido solforico concentrato 96-98%

3) Digestione

Scaldare a 200 °C per alcuni minuti per lasciar sviluppare la schiuma, poi alzare la temperatura a 420 °C per 30 minuti

4) Raffreddamento

Lasciar raffreddare i provettoni a 50-60°C

5) Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 6.30

Aggiunta di reagenti:

acqua diluizione= 50ml

H₃BO₃= 30ml

NaOH= 50 ml

Titolante: H₂SO₄ 0.1 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: TAPPI Standard T418 05-61. Organic Nitrogen in Paper (azoto organico nella carta) modificato riducendo a metà la quantità di catalizzatore al mercurio.

TAPPI Standards and Suggested Methods. Technical Association of the Pulp and Paper Industry. Atlanta, Georgia, USA.

30 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale nei fanghi di impianti di depurazione (CNR - Istituto di Ricerca Sulle Acque, Roma)

Il recapito finale dei fanghi prodotti in impianti di depurazione di acque reflue urbane dovrebbe essere il terreno agricolo, allo scopo di recuperarne il contenuto di elementi fertilizzanti. Questo è auspicato anche dal Consiglio delle Comunità Economiche Europee (Direttiva CEE 86/278) concernente l'utilizzazione in agricoltura dei fanghi residuati dai processi di depurazione) se il contenuto di elementi tossici (Cd, Cu, Ni, Pb, Zn, Cr, Hg) in quantità eccessive non ne impedisce l'utilizzazione. Il contenuto di azoto complessivamente varia tra il 2,2 e il 4,2% della sostanza secca ed è costituito da azoto ammoniacale, nitroso, nitrico, organico ed ureico. Il metodo prevede la riduzione dei nitrati e dei nitriti ad azoto ammoniacale mediante polvere di cromo in ambiente acido e la conversione dell'azoto organico in azoto ammoniacale mediante digestione con acido solforico concentrato e catalizzatori. L'ammoniaca viene poi distillata e titolata.

Procedimento

1 Campione: circa 0,5 – 1 g di fango seccato a 105 °C fino a peso costante (10 - 20 mg di N) o una corrispondente quantità di fango umido, pesato accuratamente e trasferito quantitativamente in provettone da digestione.

2 Reattivi per la riduzione: per ciascun campione aggiungere nel provettone: 0,5 g cromo metallo polvere (Cr)
20 ml acido cloridrico circa 7% (HCl) (200 ml di acido concentrato al 36% a 1 litro con acqua distillata esente da ammoniaca).

3 Riduzione: lasciar reagire a temperatura ambiente per 5 minuti agitando a intervalli. Riscaldare a ebollizione incipiente per 4 minuti e poi lasciar raffreddare.

4 Reattivi per la digestione: per ogni campione aggiungere nel provettone 2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)
10 ml acido solforico concentrato 96-98%

5 Digestione: riscaldare per 60 minuti a 420 °C.

6 Raffreddamento: lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C.

7 Distillazione-titolazione: Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139.

fattore: 0.00

Aggiunta di reagenti:
acqua diluizione= 50ml
H₃BO₃= 30ml
NaOH= 50 ml

Titolante: HCl 0.2 N
Tempo di distillazione: 4 min
Potenza vapore: 100%

Premere START per iniziare la distillazione.

Bibliografia: metodo CNR – IRSA, Roma

31- Metodo per determinare il contenuto alcolico di vini, mosti e grappe mediante distillazione in corrente di vapore e densimetria

Il contenuto alcolico in vini, mosti e liquori può essere determinato con distillazione in corrente di vapore; il distillato ottenuto è una miscela di acqua e etanolo, dalla cui densità è possibile calcolare il titolo alcolometrico esprimendo i risultati attraverso le tabelle ufficiali.

1) Reagenti e apparecchiatura

- latte di calce ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), preparato con 120 g di ossido di calcio (CaO) sciolti in 1 litro di acqua distillata a 60-70 °C (solo per vini)
- Provettone da 1 litro (cod. A00001083)
- matracci da 200 ml
- Picnometro (100 ml o 50 ml)
- Incubatore (VELP Scientifica Serie FOC)
- Bilancia analitica

2a) Procedura per vini

I vini giovani o spumanti devono essere privati dalla maggior parte del gas carbonico che contengono, mediante agitazione di 250-300 ml di vino in un becker da 1000 ml.

Introdurre poco più di 200 ml di vino in un matraccio da 200 ml e termostatare a 20 °C nell'incubatore per circa 15 minuti.

Portare a volume (200 ml) rimuovendo con una pipetta parte del vino.

Trasferire il vino in un provettone da 1 l. Sciacquare il matraccio con 5 ml di acqua distillata per 4 volte, travasando poi l'acqua nel provettone insieme al vino.

Quindi aggiungere 10 ml di latte di calce. La sostanza colorante nel vino deve virare per effetto dell'alcalinità, per esempio da rosso a grigio scuro. Nel caso dei vini molto acidi, spunti, ecc. aggiungere calce fino a reazione nettamente basica alla fenolfaleina (saggio alla tocca).

2b) Procedura per bevande spiritose

Introdurre poco più di 200 ml di bevanda spiritosa in un matraccio da 200 ml e termostatare a 20 °C nell'incubatore per circa 15 minuti. Portare a volume (200 ml) rimuovendo con una pipetta parte del vino. Registrare la temperatura del campione. Trasferire la bevanda in un provettone da 1 l. Sciacquare il matraccio con 20 ml di acqua distillata per 3 volte, travasando poi l'acqua nel provettone insieme al vino (3 x 30 ml se liquoroso o cremoso).

3) Distillazione

Impostare i seguenti parametri del distillatore UDK:

- H_2O (acqua di diluizione): 0 ml
- Potenza vapore: 100%
- NaOH (32%): 0 ml
- Tempo di distillazione: 5 minuti *
- H_3BO_3 (4%): 0 ml

Raccogliere il distillato nello stesso matraccio utilizzato per misurare il vino.

*impostare un tempo di distillazione per raccogliere al Massimo 200 ml di distillato.

Dopo la distillazione, posizionare il matraccio nell'incubatore a 20 °C per circa 15 minuti ed infine portare a volume (200 ml) con acqua distillata a 20 °C.

4) Densità del distillato

Misurare la densità del distillato con un picnometro.

1. Pesare il picnometro vuoto, pulito e asciutto, completo di tutti i componenti (M_{pyc} in g)
2. Pesare il picnometro riempito con acqua distillata a 20 °C (M_{dist} in g)
3. Calcolare la densità del distillato a 20 °C ($D_{dist\ 20^{\circ}C}$) seguendo la formula:

$$D_{dist\ 20^{\circ}C} = (M_{dist} - M_{pyc}) / (V_{pyc} \times 1000)$$

V_{pyc} (m^3) è il volume del picnometro vuoto ed è calcolato come segue:

$$V_{pyc} = (M_{pyc, H_2O} - M_{pyc}) / (\rho_{H_2O, 20^{\circ}C} \times 1000)$$

Dove:

M_{pyc, H_2O} = peso del picnometro riempito di acqua a 20 °C (g)

$\rho_{H_2O, 20^{\circ}C}$ = densità dell'acqua a 20 °C (0.99823 g/ml)

4. Utilizzare le tabelle per esprimere i risultati:
Per i vini: metodo OIV - MA - AS312 - 01A
Per le bevande spiritose: Recommendation n°22 of the International Legal Metrology Organization suggested by Reg. EC 2870/2000
5. Durante la procedura analitica maneggiare il meno possibile il picnometro per evitare sbalzi di temperatura della soluzione contenuta; non toccare il picnometro senza guanti, per non rilasciare grasso dalle dita; evitare la formazione di bolle.

Bibliografia:

Per vini: metodo OIV - MA - AS312 - 01A - Alcoholic strength by volume

Per bevande spiritose: COMMISSION REGULATION (EC) N° 2870/2000

32 - Metodo per la determinazione dell'attività ureasica residua nella soia

Per valutare se un campione di soia è stato sottoposto a trattamento termico (tostatura) in modo razionale si può determinare l'attività residua dell'enzima ureasi presente nella soia cruda e progressivamente distrutto dal calore.

Il risultato viene espresso come milliequivalenti di ammoniaca liberati da urea da 1 g di soia macinata durante 1 ora a 30 °C (Metodo Rassmussen).

L'attività della soia cruda è pari a 5 milliequivalenti/g, quella trattata in modo razionale presenta valori compresi tra 0,5 e 1 milliequivalenti.

Un trattamento termico troppo energico determina valori anche inferiori a 0,2 milliequivalenti.

Procedimento

1) Campione: introdurre in un provettone da distillazione 1 g della soia in esame macinata finemente, aggiungere 0,20 g di urea e 150 ml di acqua distillata. Tappare immediatamente il provettone.

2) Incubazione: agitare il provettone tappato e portarlo a 30°C (bagno d'acqua). Lasciar svolgere la reazione enzimatica per 60 minuti, agitando ad intervalli.

3) Distillazione:

Selezionare la modalità "Analisi senza titolazione" ed impostare una "metodica personalizzata" con i seguenti parametri di analisi:

H₂O= 0ml. H₃BO₃= 0 ml. NaOH= 0 ml.

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Introdurre 30,0 ml di soluzione titolata 0,1 N di acido cloridrico nella beuta di Erlenmeyer utilizzata per la raccolta del distillato; metterla in posizione sulla piattaforma con la punta del tubo di silicone immersa nell'acido.

Se non rimane sommersa aggiungere 30-50 ml di acqua distillata esente da ammoniaca. Al termine dei 60 minuti di reazione introdurre nel provettone circa 2 g di ossido di Magnesio (MgO) (pH 10,3), porlo in posizione nel distillatore in corrente di vapore e procedere alla distillazione fino ad ottenere 100 ml di condensato.

4) Titolazione: titolare l'acido residuo nella beuta Erlenmeyer usando una soluzione alcalina a titolo noto e adatto indicatore (ad esempio idrato sodico 0,1 N e rosso metile).

5) Calcolo: il risultato si esprime in milliequivalenti di ammoniaca liberati da urea per grammo di soia:

$$\frac{\text{ml HClO, 1N neutralizzati}}{\text{peso soia} \times 10} = \text{meq NH}_3$$

6) Nota: può verificarsi un notevole schiumeggiamento durante la distillazione, specialmente con soia poco tostata. Sorvegliare attentamente la distillazione ed eventualmente interromperla ad intervalli.

33 - Metodo per la determinazione dell'azoto ureico in mangimi e foraggi

Nella pratica dell'insilamento di foraggi verdi può venir utilizzata urea come additivo. Mangimi possono subire aggiunte di urea per far aumentare il titolo delle cosiddette proteine grezze. Il contenuto di urea può essere distinto da quello di altre forme di azoto utilizzando l'enzima ureasi che la idrolizza ad ammoniaca ed anidride carbonica. Il metodo si basa sulla distillazione in corrente di vapore dell'ammoniaca presente in un campione prima e dopo il trattamento enzimatico con ureasi, e sulla sua quantizzazione mediante titolazione.

Procedimento

1) Reagenti per l'incubazione enzimatica:

- Ureasi. 1 Unità internazionale (I.U.) libera 1,0 mg di azoto ammoniacale da urea in 5 minuti a pH 7,0 e a 20 °C. Le preparazioni commerciali in polvere hanno attività comprese tra 17000 e 200000 unità per grammo. E' necessario preparare una soluzione standardizzata di enzima contenente 0,5-1 I.U./ml, in grado di liberare completamente l'ammoniaca da 100 mg di urea (46,6 mg come N) in 1 ora a temperatura ambiente.
- Antischiuma siliconico.
- Calcio cloruro soluzione: 25 g di CaCl_2 in 100 ml di acqua.

2) Standardizzazione della soluzione di ureasi.

Le preparazioni di ureasi sono alcaline e si suggerisce di portarle a pH 7 dopo aver diluito in acqua la quantità stabilita (ad esempio 0,1 g in 50 ml) usando acido cloridrico 0,1 N e indicatore rosso metile. Le soluzioni non vanno conservate.

La determinazione dell'attività enzimatica si esegue aggiungendo volumi scalari della soluzione neutralizzata di ureasi a 0,1 g di urea pura. Si lascia incubare per un'ora a temperatura ambiente e poi si procede alla distillazione dell'ammoniaca. Si utilizza il volume di soluzione di enzima che ha liberato completamente l'ammoniaca da 0,1 g di urea in un'ora.

3) Incubazione: 2 g di campione omogeneo macinato finemente e pesato vengono introdotti in un provettone da digestione con 100 ml di acqua ed il volume stabilito di soluzione di ureasi, tappare e incubare per un'ora a temperatura ambiente agitando ad intervalli. Se il contenuto di urea del materiale in esame dovesse superare il 5% usare quantità superiori di ureasi.

4) Distillazione e titolazione: alla fine dell'incubazione introdurre nel provettone 2 g di ossido di Magnesio, 5 ml di soluzione di cloruro di Calcio e qualche goccia di antischiuma. Mettere in posizione nell'unità di distillazione il provettone con il campione.

Impostare i seguenti parametri di analisi:

H_2O =50ml. H_3BO_3 =30ml. NaOH =50 ml.

Titolante = HCl 0,2 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Il contenuto di azoto nell'urea è pari al 46,65%. L'ammoniaca liberata da 0,1 g di urea richiede 16,64 ml di acido di tale normalità (1 ml HCl 0,2 N = 2,803 mg N - NH_4). Se il campione tal quale contiene ammoniaca, questa va determinata separatamente e sottratta al valore ottenuto dopo l'incubazione con ureasi.

Bibliografia: AOAC. Official Methods of Analysis (1984).

34 - Metodo per la determinazione dell'acidità volatile di concentrati di pomodoro

Gli acidi volatili si determinano ,in presenza di fenoltaleina, nel distillato ottenuto per distillazione in corrente di vapore di una conveniente quantità del campione in esame.

NOTA: per effettuare questa analisi è necessario sostituire il gruppo protezione in tecnopolimero sul distillatore con il gruppo protezione in vetro, codice A00000216.

Procedimento

1) Reattivi:

Per la caldaia (generatore di vapore) si deve utilizzare acqua distillata o deionizzata bollita per qualche minuto allo scopo di eliminare l'anidride carbonica disciolta. Utilizzare lo stesso tipo di acqua anche per la diluizione iniziale del campione e per la beuta di raccolta del distillato.

- acido tartarico cristallizzato, grado analitico
- fenoltaleina, soluzione idro-alcolica all'1%
- sodio idrossido (NaOH), soluzione titolata di grado analitico 0.1N
- navicelle di pesata VELP, codice CM0486001

2) Campione: pesare 20g di campione con navicella di pesata VELP ed introdurli nel provettone in vetro. L'utilizzo delle navicelle evita errori di pesata del campione, permettendone il trasferimento quantitativo nel provettone per l'analisi.

In alternativa, utilizzare una quantità di campione pari a:
600/R g, pesata con approssimazione di 0.01g; con R si indica il tenore in NTSS (solidi solubili naturali totali, ovvero sostanza secca solubile del campione).

Introdurre successivamente nel provettone contenente il campione 0.1g di acido tartarico e porre quindi in posizione il provettone nel distillatore.

3) Distillazione: Selezionare la modalità "Analisi senza titolazione" ed impostare una "metodica personalizzata" con i seguenti parametri di analisi:

$H_2O = 50ml$ (distillata o deionizzata bollita). $NaOH = 0ml$. $H_3BO_3 = 0ml$.

Sfilare il tubo di raccolta del distillato dall'estremità del condensatore ed innestarvi un nuovo tubicino in silicone.

Collocare in posizione sull'apposita piattaforma del distillatore una beuta Erlenmeyer (250ml) contenente 40ml di acqua deionizzata o distillata bollita. Assicurarsi che l'estremità del tubicino in silicone, collegato al condensatore, sia completamente immersa nell'acqua.

Tempo di distillazione = 5 minuti
Potenza vapore = 100%
Premere il pulsante di avvio del ciclo di distillazione.
Raccogliere 150ml di distillato.

Per evitare problemi al distillatore si raccomanda di NON utilizzare la funzione “aspirazione residui distillazione”.

4) Titolazione: titolare il distillato , dopo l'introduzione di 4 gocce di fenolftaleina 1%, sino al viraggio al rosa persistente, utilizzando la soluzione di idrossido di sodio 0.1N.

5) Calcolo: L'acidità volatile del campione si esprime in acido acetico per 100g di prodotto; 1ml di NaOH 0.1N corrisponde a g 0.006 di acido acetico:

$\text{g di acido acetico/100 g di campione} = 0.6 \times \text{ml NaOH 0.1N} / \text{g di campione}$

NOTA: al termine del ciclo di analisi, effettuare 3 lavaggi del distillatore introducendo nel provettone 150-200ml di acqua distillata o deionizzata, al fine di rimuovere ogni traccia di campione dal gruppo protezione in vetro. Impostare per i lavaggi 5 minuti di distillazione.

Bibliografia:

- Regolamento CEE n.o. 1764 , 1986, “Requisiti qualitativi minimi per i prodotti trasformati a base di pomodori nel quadro del regime di aiuto alla produzione”.
- SSICA-Stazione Sperimentale per l'Industria delle Conserve Alimentari-Parma, monografia “Il pomodoro”, pag. 156 “Controllo qualitativo delle conserve di pomodoro”.
- Quaderni di Chimica degli Alimenti, R. Giuliano e M.L. Stein, Bulzoni Editore-Roma, 5° volume ALIMENTI CONSERVATI, pag. 119 “Analisi delle conserve di pomodoro”.

35 - Metodo per determinare l'acidità volatile dei vini

L'acidità volatile è costituita dagli acidi appartenenti alla serie acetica che si trovano nel vino allo stato libero o come sali.

Il metodo è basato sulla titolazione degli acidi volatili separati dal vino per trascinamento in corrente di vapore d'acqua.

Il vino da analizzare viene preliminarmente liberato dal biossido di carbonio .

Occorre inoltre sottrarre dall'acidità del distillato l'acidità del biossido di zolfo libero e combinato che è stato distillato.

Occorre anche detrarre l'acidità dovuta all'acido sorbico eventualmente aggiunto al vino. L'acido salicilico utilizzato in alcuni paesi prima dell'analisi per stabilizzare i vini , si ritrova in parte nel distillato. E' quindi necessario dosarlo e detrarlo dall'acidità volatile.

Reattivi

- acido tartarico cristallizzato ($C_4H_6O_6$), grado analitico
- soluzione 0.1M di idrossido di sodio (NaOH), grado analitico
- soluzione di fenoltaleina all'1% in alcol neutro al 96% vol.
- acido cloridrico ($p_{20} = 1.18-1.19$ g/ml), grado analitico, diluito 1/4 (v/v)
- soluzione 0.005M di iodio (I_2), grado analitico
- ioduro di potassio cristallizzato (KI), grado analitico
- salda di amido a 5g/l: disperdere 5g di amido in circa 500ml di acqua. Portare all'ebollizione agitando e mantenerla per 10 minuti; aggiungere 200g di cloruro di sodio. Dopo aver lasciato raffreddare portare ad 1l.
- soluzione satura di tetraborato di sodio ($Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O$), grado analitico, cioè circa 55g/l a 20°C.

Procedimento

1) Preparazione del campione: eliminazione del biossido di carbonio

portare il campione a temperatura ambiente. L'anidride carbonica disciolta è rimossa agitando vigorosamente il campione oppure utilizzando un bagno ad ultrasuoni.

In alternativa: versare circa 50ml di vino in una beuta da vuoto; agitare e creare contemporaneamente il vuoto per mezzo di una pompa per vuoto, l'agitazione deve durare 1 o 2 minuti.

2) Distillazione:

Versare in un provettone 20ml di vino privato del biossido di carbonio.

Aggiungere circa 0.5g di acido tartarico (che ha la funzione di liberare gli acidi volatili salificati che, nei metodi internazionali, devono essere computati nell'acidità volatile) e posizionare il provettone nel distillatore.

Selezionare la modalità "Analisi senza titolazione" ed impostare una "metodica personalizzata" con i seguenti parametri di analisi:

$H_2O = 0$ ml. $NaOH = 0$ ml. $H_3BO_3 = 0$ ml.

Sfilare il tubo di raccolta del distillato dall'estremità del condensatore ed innestarvi un nuovo tubicino in silicone.

Collocare in posizione sull'apposita piattaforma del distillatore una beuta Erlenmeyer vuota e raccogliervi almeno 250ml di distillato.

3) Titolazione:

titolare con la soluzione 0.1M di idrossido di sodio in presenza di 2 gocce di soluzione di fenolfaleina, sia n il volume in ml impiegato.

Aggiungere 4 gocce di acido cloridrico diluito 1/4 , 2ml di salda d'amido, ed alcuni cristalli di ioduro di potassio (per rendere più sensibile il viraggio). Titolare il biossido di zolfo libero con la soluzione 0.005M di iodio. Sia n' il volume in ml impiegato.

Aggiungere quindi la soluzione satura di tetraborato di sodio sino al ritorno del colore rosa. Titolare il biossido di zolfo combinato con la soluzione 0.005M di iodio . Sia n'' il volume in ml impiegato.

4) Espressione dei risultati:

- l'acidità volatile espressa in milliequivalenti per litro, con 1 cifra decimale, sarà:

$$A = 5 (n \cdot 0.1 \cdot n' \cdot 0.05 \cdot n'')$$

- l'acidità volatile espressa in grammi di acido acetico per litro con 2 cifre decimali , sarà:

$$0.300 (n \cdot 0.1 \cdot n' \cdot 0.05 \cdot n'')$$

5) Vini addizionati di acido sorbico:

poiché con i primi 250ml di distillato viene trascinato il 96% dell'acido sorbico, occorre detrarre la sua acidità dall'acidità volatile tenendo conto che 100mg di acido sorbico, corrispondono ad una acidità di 0.89 milliequivalenti o di 0.053g di acido acetico e conoscendo il tenore di acido sorbico (mg/l) determinato a parte.

6) Determinazione dell'acido salicilico trascinato nel distillato dell'acidità volatile:

una volta determinata l'acidità volatile ed effettuata la correzione per il biossido di zolfo, la presenza di acido salicilico è caratterizzata, dopo acidificazione, dalla colorazione violetta che si forma per addizione di un sale di ferro III.

La determinazione dell'acido salicilico trascinato nel distillato con l'acidità volatile, è effettuata su un secondo distillato avente lo stesso volume di quello su cui è stato effettuato il dosaggio dell'acidità volatile.

In tale distillato si determina l'acido salicilico con un metodo colorimetrico per confronto. Lo si detrae quindi dall'acidità del distillato.

a) Reattivi:

- acido cloridrico (HCl) ($\rho_{20} = 1.18-1.19$ g/ml)

- tiosolfato di sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) in soluzione 0.1M

- soluzione di solfato ferrico ammonico [$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$] al 10% (m/v).

- soluzione di salicilato di sodio 0.01M: soluzione contenente 1.60 g/l di salicilato di sodio ($\text{Na C}_7\text{H}_5\text{O}_3$)

b) Procedimento

-caratterizzazione dell'acido salicilico nel distillato dell'acidità volatile:

subito dopo aver determinato l'acidità volatile ed averla corretta per il biossido di zolfo libero e combinato, aggiungere nella beuta 0.5ml di acido cloridrico, 3ml della soluzione 0.1M di tiosolfato di sodio ed 1ml della soluzione di solfato ferrico ammonico. In presenza di acido salicilico si ha la formazione di una colorazione violetta.

-dosaggio dell' acido salicilico:

nella beuta di cui al punto precedente segnare con un trattino di riferimento il volume del distillato. Svuotare e quindi lavare la beuta. Sottoporre a distillazione una nuova aliquota di campione da 20ml di vino e raccogliere il distillato nella beuta riempiendola sino al trattino di riferimento. Aggiungere 0.3ml di acido cloridrico e 1ml della soluzione di solfato ferrico ammonico. Il contenuto della beuta assume una colorazione violetta. Versare in una beuta identica a quella recante la tacca di riferimento acqua distillata sino a raggiungere lo stesso livello del distillato. Aggiungere 0.3ml di acido cloridrico ed 1ml di soluzione di solfato ferrico ammonico . Aggiungere con una buretta la soluzione di salicilato di sodio 0.01M sino ad ottenere una colorazione violetta della stessa intensità di quella della beuta contenente il distillato di vino. Sia n''' il numero di ml utilizzati.

-correzione dell'acidità volatile:

detrarre $0.1 \times n'''$ ml dal volume di n ml di soluzione di idrossido di sodio 0.1M impiegato per titolare l'acidità del distillato in sede di dosaggio dell'acidità volatile.

Bibliografia: Regolamento CEE n. 2676/90 , 17 sett. 1990, che determina i metodi di analisi comunitari da utilizzare nel settore vinicolo.

36 - Metodo Kjeldahl per la determinazione dell'azoto totale nel petrolio grezzo, nei lubrificanti e negli oli combustibili (ASTM, D3228-96)

L'azoto combinato nei combustibili petroliferi dà origine per combustione ad ossidi di azoto la cui emissione in atmosfera è soggetta a limitazioni. Le combustioni che avvengono a temperature relativamente basse (750-950°C) producono ossidi di azoto in gran parte a partire da azoto combinato nel combustibile e non dall'azoto atmosferico. Il gruppo di prodotti considerato contiene composti azotati con legami N-N ed N-O che sono difficili da distruggere nelle condizioni di mineralizzazione normalmente usate. Inoltre i prodotti petroliferi sono caratterizzati da un forte potere schiumogeno. Entrambi i tipi di problema vengono risolti utilizzando blocchi riscaldanti programmati con rampe di temperatura e tempi di mineralizzazione piuttosto lunghi, nell'ordine di alcune ore.

Procedimento

1) Campione

1-1,5 g di un campione omogeneo, pesato con l'approssimazione di 0,1 mg. Si suggerisce di utilizzare navicelle di pesata di pergamena esente da azoto (Cod. Art. CM0486000, CM0486001). Si suggerisce inoltre di introdurre la navicella nel provettone da mineralizzazione immediatamente dopo la pesata per evitare la risalita di olio per capillarità lungo i lati piegati della navicella. La navicella contenente il campione viene fatta scivolare lungo la parete del provettone tenuto inclinato per evitare la dispersione del campione sul vetro prima che abbia raggiunto il fondo.

2) Reattivi per la mineralizzazione:

Aggiungere a ciascun campione nel provettone da digestione uno dei seguenti gruppi di reattivi:

2 pastiglie catalizzatrici ST (cod. CT0006609)
18 ml acido solforico (H₂SO₄) concentrato
10 ml perossido di idrogeno (H₂O₂) 35% (130 Voll.)

3) Procedimento per la mineralizzazione:

Agitare ciascun provettone per mescolarne il contenuto, meglio se prima dell'aggiunta di perossido di idrogeno. Iniziare il riscaldamento con aumenti di 100 °C ogni ora durante 4 ore, fino a 420 °C. Usare le rampe di temperatura. Mantenere la temperatura a 420 °C durante 30 minuti e poi lasciare raffreddare i provettoni a 50-60 °C o meglio fino a temperatura ambiente.

4) Distillazione e titolazione

Inserire il provettone col campione digerito nell'unità UDK 139

Selezionare una "metodica personalizzabile" con i seguenti parametri analitici:

Fattore: 0.00

Aggiunta reagenti:

H₂O: 70 ml

H₃BO₃: :30 ml

NaOH: 50 ml

Titolante: HCl o H₂SO₄ 0,1 N.

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per avviare l'analisi.

Bibliografia: American Society for Testing and Materials. Standard Test Method D 3228-96 Total Nitrogen in Lubricating Oils and Fuel Oils by Modified Kjeldahl Method.

37 - Metodo per la determinazione dell'azoto nitrico in acqua dopo riduzione ad azoto ammoniacale (metodo con lega di Devarda)

Il contenuto di azoto nitrico in effluenti urbani trattati in impianto di depurazione può variare tra 0 e 15 mg/l N-NO₃ in funzione dei sistemi di nitrificazione esistenti e della dotazione idrica della popolazione servita.

Concentrazioni elevate permettono di operare la riduzione di nitrati e nitriti ad ammoniacale mediante lega di Devarda in polvere (45% Al, 50% Cu, 5% Zn) in soluzione alcalina.

Dalla quantità di azoto ammoniacale determinata dopo distillazione in corrente di vapore verrà dedotta la quantità da attribuire all'azoto ammoniacale e nitroso presenti nel campione, determinati separatamente, per ottenere il contenuto di azoto nitrico.

Procedimento

1 Campione: 50 ml di acqua (o tra 20 e 70 ml in funzione del contenuto di nitrati) misurati accuratamente e versati nel provettone da distillazione.

2 Reattivo per la riduzione dei nitrati (e dei nitriti) ad ammoniacale per ogni campione:

2 g lega di Devarda in polvere

3 Riduzione e distillazione/titolazione: introdurre la lega di Devarda nel provettone ed inserire il provettone nel distillatore UDK 139.

Impostare i seguenti parametri analitici:

Aggiunta di reagenti:

H₂O= 0 ml

H₃BO₃= 30 ml

NaOH= 50 ml

Pausa: 20-30 min

Titolante: H₂SO₄ 0,01 N oppure H₂SO₄ 0,001 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per avviare l'aggiunta di soda e successivamente (dopo la pausa) la distillazione e titolazione.

Bibliografia: ISO, norma n.10048

38 - Metodo per la separazione dell'ammoniaca in acqua da sostanze interferenti

L'azoto ammoniacale è un parametro importante nella gestione di un impianto di depurazione.

La sua determinazione diretta in acque torbide, colorate o ricche di magnesio, di ammine ed altre sostanze organiche è soggetta a notevoli errori.

In questi casi è opportuno procedere ad una separazione dell'ammoniaca mediante distillazione in corrente di vapore.

Procedimento

1 Campione: 50 ml di acqua (o tra 20 e 70 ml in funzione del contenuto di azoto ammoniacale) misurati accuratamente e versati nel provettone da distillazione.

2 Reattivi: il campione da distillare deve essere reso alcalino (indicatore fenolfaleina) con alcali o semplicemente aggiungendo:

1,2 g ossido di magnesio (MgO)

Una soluzione satura di ossido di magnesio presenta un valore di pH pari a 10,3.

3 Distillazione e titolazione:

selezionare una "metodica personalizzabile" impostando i seguenti parametri analitici:

Aggiunta di reagenti:

H₂O=50ml.

H₃BO₃=30ml (4% p/v)

NaOH=0ml

Titolante: H₂SO₄ 0,01 N o H₂SO₄ 0,001 N

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere START per avviare l'analisi.

Bibliografia: ISO, norma n.o. 5664

39 - Determinazione di fenoli in acque potabili e scarichi industriali

La determinazione dei fenoli è una delle analisi di routine per valutare la qualità dell'acqua potabile e delle acque di scarico domestico e industriale.

Procedimento

1) Campione:

Se il campione da esaminare contiene composti chimici ossidanti (ad es. cloro), oli e catrami, composti solforati, si deve procedere al momento del prelievo o prima della distillazione ad opportuni pretrattamenti secondo quanto indicato dalle metodiche ufficiali.

2) Reagenti per la distillazione:

- Acido fosforico (H₃PO₄) diluito (1 : 10). 100 ml di acido fosforico concentrato (85%, d 1,68) mescolati con 900 ml di acqua distillata.
 - Solfato di rame (CuSO₄ • 5 H₂O) soluzione al 10%. 100 g di sale sciolto in acqua distillata per un volume finale di 1000 ml.
 - Acqua distillata precedentemente bollita e raffreddata (Tipo II)
 - Soluzione di aminoantipirina: sciogliere 2 g di 4-aminoantipirina in 100 ml di acqua distillata
 - Soluzione di potassio ferricianuro: sciogliere 8 g of K₃Fe(CN)₆ in 100 ml di acqua distillata
 - Soluzione di cloruro di ammonio 2%: sciogliere 20 g of NH₄Cl in 1000 ml di acqua distillata
 - Ammoniaca 25 %
 - Soluzione di fenolo concentrata (1000 mg/l): sciogliere 250 mg di fenolo in 250 ml di acqua Tipo II.
 - Soluzione diluita di fenolo (10 mg/l): diluire 2.5 ml di Soluzione di fenolo concentrata a 250 ml
 - Cloroformio, grado analitico
-
- Fotometro (lunghezza d'onda a 460 nm)
 - Cuvetta in vetro da 50 mm
 - pHmetro
 - beute da 500 ml
 - imbuti separatori da 500 o 1000 ml
 - Carta da filtro

3) Preparazione del campione:

prima della distillazione il campione d'acqua va acidificato fino a pH 4 con acido fosforico. Si aggiunge poi 1 ml di soluzione al 10% di solfato di rame a 100 ml di campione e si versa nel provettone da distillazione.

4) Distillazione:

Impostare i seguenti parametri del distillatore UDK:

Aggiunta reagenti:

H₂O=0

H₃BO₃=0

NaOH=0

Tempo distillazione: 8 minuti

Potenza vapore: 50 %

Posizionare il provettone contenente 10 ml di campione nell'unità di distillazione UDK.

Premere START per avviare la distillazione.

Nella beuta da 500 ml verranno raccolti circa 200 ml di distillato.

Bianco: effettuare il bianco introducendo nel provettone 10 ml di acqua distillata Tipo II

Portare a volume il distillato a 500 ml utilizzando acqua distillata Tipo II e trasferire la soluzione in un becker da 100 ml.

Con una pipetta aggiungere 25 ml di soluzione di cloruro di ammonio 2% e portare a pH 10.0 ± 0.2 con ammoniaca 25 %.

Trasferire la soluzione in un imbuto separatore da 500 o 1000 ml e aggiungere 3.0 ml di amino antipirina 2 % e 3.0 ml di soluzione di potassio ferricianuro. Agitare e dopo 5 minuti aggiungere 25 ml di cloroformio.

Agitare vigorosamente per 2 minuti ed attendere la sedimentazione della fase organica.

Filtrare l'estratto (fase inferiore) con filtro a pieghe in beuta da 100 ml.

Trasferire il filtrato nella cuvetta in vetro (cammino ottico 50 mm) e leggere il valore di estinzione a 460 nm. Effettuare il bianco con acqua distillata.

Nota:

Per quantificare la concentrazione di fenoli, è necessario creare una curva di calibrazione nel seguente range: 0.005-0.100 mg /l fenoli. Portare a volume (500 ml) diversi quantitativi di soluzione diluita di fenolo utilizzando acqua distillata Tipo II e procedere l'estrazione con cloroformio come descritto sopra. Leggere il valore di estinzione corrispondente a ciascuna concentrazione.

Bibliografia:

- APAT CNR IRSA (Water Research Institute), Italy, method n° 5070A1
- EPA method n° 9065

40 - Separazione di acido cianidrico da acque reflue

Complessi con metalli pesanti, solfuri, ammine aromatiche, agenti ossidanti e coloranti interferiscono con la determinazione colorimetrica o mediante titolazione dei cianuri. In questi casi l'acido cianidrico deve essere estratto dall'acqua in esame mediante distillazione. La distillazione in corrente di vapore a 95-100°C fornisce risultati inferiori di uno 0,5-1% al valore esatto dovuti a idrolisi di HCN a formiato d'ammonio. Si tenga presente il fatto che l'acido cianidrico è un acido molto debole con costante di dissociazione di $7,2 \times 10^{-10}$; le sue soluzioni ad un pH inferiore a 12 liberano acido per azione dell'anidride carbonica atmosferica.

Procedimento

1) Campione d'acqua

Il campione dovrebbe essere analizzato al più presto possibile dopo il prelievo. Se deve essere conservato, si deve aggiungere idrato sodico per portare il pH almeno a 12. Lo si deve mettere in una bottiglia completamente piena e riposta ben chiusa in frigorifero a +4°C.

2) Reattivi per il pretrattamento e la distillazione

- Carbonato di piombo (PbCO_3), polvere
- Acido ascorbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), polvere
- Idrato sodico (NaOH), circa 1 N, 40 g/l
- Acido solforico (H_2SO_4), concentrato. d.1,84
- Cloruro mercurico (HgCl_2), 68 g/l in acqua
- Cloruro di magnesio esaidrato ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 510 g/l in acqua

3) Pretrattamento del campione prima della distillazione

- I solfuri sono rimossi a pH 11 aggiungendo carbonato di piombo in polvere fino a completa precipitazione del solfuro di piombo, eliminato mediante filtrazione.
- Gli agenti ossidanti vengono distrutti aggiungendo acido ascorbico in polvere

4) Distillazione

Si introducono 200 ml di campione in un provettone da distillazione.

Si aggiungono 10 ml di soluzione di cloruro mercurico e 5 ml di soluzione di cloruro di magnesio. Si versano nel provettone 10 ml di acido solforico concentrato immediatamente prima di iniziare la distillazione in corrente di vapore e si inserisce il provettone col campione nell'unità UDK139.

Impostare una metodica personalizzata con i seguenti parametri:

Aggiunta di reagenti:

H_2O =0ml.

H_3BO_3 =0ml.

NaOH=0 ml.

Il condensato distillato viene raccolto in una beuta contenente 50 ml di soluzione di idrato sodico 1 N circa. Il tubo di raccolta del distillato va sfilato dall'estremità del condensatore e sostituito con un nuovo tubicino in silicone, che viene introdotto nella beuta di raccolta.

Avviare la distillazione con START.

Si raccolgono 100-120 ml di condensato e l'intero contenuto della beuta può essere portato a volume con i lavaggi in pallone tarato da 200 ml (stesso volume del campione). La determinazione quantitativa dei cianuri può essere eseguita colorimetricamente (clorammina T, piridina e 1-fenil-3-metil-5-pirazolone o acido barbiturico e piridina) o mediante titolazione secondo Liebig con nitrato d'argento (AgNO_3) 1/10 N).

Per evitare problemi al distillatore si raccomanda di NON utilizzare la funzione “aspirazione residui distillazione”.

Bibliografia: “American Standard methods for the examination of water and wasterwater” – 1985 – 16^a edizione – par. 412

41 - Metodo per il controllo dell'efficienza di un digestore anaerobico mediante determinazione del contenuto di acidi volatili nel liquame in digestione

Il contenuto di acidi volatili di un liquame sottoposto a digestione anaerobica viene considerato il miglior indice dell'andamento del processo quando rapportato all'alcalinità presente.

Se il rapporto in peso tra gli acidi volatili (C2 - C6) espressi come acido acetico e l'alcalinità totale espressa come carbonato di calcio si mantiene inferiore a 0,2 (es. 300/2000), la digestione procede regolarmente. Valori di 0,3 - 0,4 indicano una disfunzione e la necessità di interventi. Al di sopra di 0,8 la produzione di metano viene inibita. Un sistema rapido per la determinazione del contenuto di acidi volatili (acetico, propionico, butirrico, valerianico, ecc.) di un liquame consiste nella loro distillazione in corrente di vapore e successiva titolazione nel distillato.

Procedimento

1) Reattivi:

- Acido solforico 1 : 1. Diluire 1 volume di acido solforico concentrato (H_2SO_4) versandolo lentamente e agitando a intervalli in un volume uguale di acqua.
- Non versare l'acqua nell'acido per evitare spruzzi pericolosi.
- Sodio idrato (NaOH), soluzione titolata 0,04 N.
- Indicatore fenolftaleina. 0,5 g in 100 ml di acqua distillata.
- Indicatore metilarancio. 0,05 g in 100 ml di acqua distillata.
- Acido acetico (CH_3COOH), 2000 mg/l. Diluire 1,9 ml di acido acetico glaciale a 1000 ml con acqua deionizzata o distillata. Titolare con idrato sodico 0,04 N. 10 ml della soluzione (0,33 meq) richiedono 8,3 ml di idrato sodico 0,04 N (indicatore fenolftaleina).

2) Campione: 150 : 200 ml di liquame vengono centrifugati per rimuovere i solidi ed evitare una eventuale liberazione di acidi volatili per idrolisi. 5 minuti a bassa velocità. Il campione è rappresentato dal liquido surnatante.

3) Distillazione: 100 ml di campione versati in un provettone da 300 ml vengono acidificati con acido solforico 1 : 1, aggiunti agitando a porzioni da 1 ml circa fino a viraggio dell'indicatore metilarancio da rosso a giallo (pH 2,7).

Inserire il provettone col campione acidificato nell'unità UDK139.
Selezionare la modalità "analisi senza titolazione".

Porre in posizione nell'unità di distillazione UDK139 una beuta Erlenmeyer vuota; sfilare il tubo di raccolta distillato dall'estremità del condensatore ed inserirvi un nuovo tubicino in silicone, che va introdotto nella beuta.

Impostare una metodica personalizzata con i seguenti parametri:

Aggiunta reagenti:

$H_2O=0$.
 $H_3BO_3=0$.
 $NaOH=0$.

Tempo di distillazione: 4 min

Potenza vapore: 100%

Premere il pulsante di avvio del ciclo di distillazione.

Per evitare di raccogliere idrogeno solforato e anche molta dell'anidride carbonica

presente nel campione scartare i primi 10 ml di condensato. Raccogliere 100 ml di distillato.

4) Titolazione: dopo aggiunta di indicatore fenolftaleina (10 gocce) si titola mediante idrato sodico 0,04 N, fino a persistenza del colore rosa.

5) Calcolo: il risultato si ottiene da:

mg/l di acidi volatili (come acido acetico) =

$$\frac{\text{ml NaOH usati} \times N \times 6005 \times 1000}{\text{ml di campione usato} \times F}$$

F rappresenta un fattore di recupero dell'apparecchio usato per la distillazione, che si ottiene distillando volumi noti (es. 10 ml) della soluzione di acido acetico a 2000 mg/l secondo quanto descritto e verificando:

$$\text{fattore} = \frac{\text{ml NaOH usati} \times 100}{\text{ml NaOH previsti}}$$

Bibliografia:

- Lombardo, J.B. (1973). *Improved distillation method for volatile acid analysis*. Journal Water Pollution Control Federation. 45:1046-1051.
- Buswell, A.M. (1945). *A note on the determination of volatile acids in digester sludge*. Sewage Works Journal. 20: 845-850.

42 - Determinazione dell'azoto ammoniacale nei fertilizzanti organici in accordo al metodo Kjeldahl

Procedimento

1) Campione: il campione deve essere macinato in modo da ottenere una polvere sottile omogenea (dimensione particelle di 1mm). 0.7-3.5g di campione vengono quindi accuratamente pesati (con precisione di 0.1 mg) e trasferiti quantitativamente in un provettone.

2) Distillazione e titolazione: Il campione da distillare deve essere reso alcalino (indicatore fenolftaleina) aggiungendo 2 g o una quantità superiore di ossido di Magnesio (MgO) privo di carbonati. Collocare il provettone contenente il campione alcalinizzato nell'unità UDK 139.

Selezionare una "metodica personalizzabile" con i seguenti parametri analitici:

Fattore: 0.00

Aggiunta reagenti:

H₂O: 50ml

H₃BO₃: 30ml

NaOH: 0 ml.

Titolante: HCl 0.2N

Premere START per avviare l'analisi.

Bibliografia: AOAC, Official Methods of Analysis, method 920.03.

43 - Determinazione dell'azoto Azoto Basico Volatile Totale (TVBN) in pesce fresco e congelato

I controlli previsti dalla CEE al fine di prevenire che i prodotti ittici pesci e frutti di mare non idonee al consumo umano siano immessi sul mercato, può comprendere alcuni controlli chimici, uno dei quali è la determinazione del TVBN Total Volatile Basic Nitrogen.

Il TVBN, espresso come mg/100g di campione, è il contenuto di azoto da ammine, ammoniaca e altri composti ottenuti dalle proteine durante il deperimento pesce.

Il metodo di riferimento da applicare per il controllo del valore limite di Azoto Basico Volatile Totale è il metodo di distillazione di un estratto deproteinizzato mediante acido perclorico, descritto dal REG (CE) N. 2074/2005.

Il Reg. CEE 2074/2005 stabilisce le concentrazioni TVBN per alcuni tipi di pesce ed i relativi metodi di analisi.

Tra i metodi comunemente utilizzati per la rilevazione del valore limite di TVBN, il Reg. CEE. descrive anche il metodo Conway e Byrne (1933), che prevede una alcalinizzazione del campione con ossido di magnesio (MgO).

Il metodo descritto è adatto anche per l'analisi di carni.

Procedimento

1) Campione: omogeneizzare una aliquota rappresentativa di campione, dopo rimozione di lisce e pelle.

Il campione deve essere analizzato entro 4 ore dalla preparazione. Se non analizzato, il campione va conservato in frigorifero.

Pesare 10.0 g di campione nel provettone con accuratezza di ± 0.1 g.

2) Distillazione:

Introdurre manualmente nel provettone 2 g di ossido di magnesio e una pastiglia antischiuma S (cod. CT0006600).

Impostare i seguenti parametri del distillatore UDK:

Aggiunta reagenti:

H₂O= 50 ml

H₃BO₃= 30 ml

NaOH= 0 ml

Titolante: HCl o H₂SO₄ 0,1 N.

Premere START per avviare l'analisi. Raccogliere circa 100 ml di distillato in 10 minuti.

Aspirazione residui: NO

In caso di utilizzo di questa metodica, deselezionare l'aspirazione residui anche nel lavaggio (cap. 4.3.1).

4) Calcolo:

$$\text{mg TVBN} / 100\text{g} = (\text{T}-\text{B}) \times 14.007 \times \text{N} \times 100 / \text{peso campione (g)}$$

T = ml titolante utilizzati per il campione

B = ml titolante utilizzati per il bianco

N = normalità titolante

5) Bibliografia:

Pearson D. (1973), Laboratory techniques in food analysis (Conway method).

44 - Metodo per determinare il contenuto di solfiti in prodotti alimentari mediante distillazione in corrente di vapore e titolazione

Sono state segnalate reazioni allergiche attribuibili al contenuto di anidride solforosa o di solfiti nei prodotti alimentari. Questa constatazione da un lato abbassa la soglia di concentrazione di questi additivi ritenuta senza conseguenze per il consumo umano, dall'altro aumenta il numero delle analisi di controllo da eseguire. Il metodo Monier-Williams, tra i più usati per questa determinazione, separa l'anidride solforosa da matrici complesse utilizzando una distillazione prima della determinazione mediante titolazione. Questa distillazione eseguita in corrente di vapore con apparecchio automatico riduce notevolmente i tempi richiesti, non modificando il risultato.

Procedimento

La anidride solforosa strippata in flusso di vapore, viene determinata con titolazione iodometrica.

1) Apparecchiature:

- A) Distillatore UDK139*
- B) Agitatore magnetico ed ancorotta magnetica,
- C) Buretta, 50 ml,
- D) Beuta di raccolta, 300 ml.

* E' suggerito l'utilizzo del kit per acidi (cod. A00000220). Se non fosse possibile, aggiungere l'acido manualmente.

2) Reagenti:

- A) Acido cloridrico (HCl) 7 %: aggiungere 200 ml di HCl 37 % a 860 ml di acqua distillata
- B) Salda d'amido
- C) Iodio (0.02 N) (I₂),
- E) soluzione ricevente: introdurre nella beuta ricevente 75 ml H₂O distillata + 6 gocce iodio 0,02 N + 10 gocce salda d'amido. Questa soluzione è azzurra.

3) Distillazione e titolazione:

Omogeneizzare il prodotto evitando esposizioni all'aria.
Introdurre circa 10 g (± 1 mg) di campione nel provettone.

Posizionare la beuta di raccolta del distillato sotto il tubo di uscita del distillatore. Il tubo di uscita del distillato deve sempre rimanere immerso nel liquido.

Impostare i seguenti parametri:

- Tempo di distillazione: 6 min
- H₂O: 50 ml
- HCl: 30 ml (è indicato come NaOH)
- Potenza vapore: 50 %
- Non impostare la rimozione dei residui automatica

Posizionare il provettone contenente il campione nell'unità UDK 139.
Premere START per iniziare la distillazione.
Al termine della distillazione la soluzione nella beuta è trasparente.
Titolare con iodio 0.02 N fino a viraggio.

Il bianco viene distillato con tutti i reagenti, ma senza il campione.

4) Calcolo:

Il contenuto di SO₂ è calcolato come segue:

$$\text{mg/kg SO}_2 = \frac{(\text{ml camp.} - \text{ml bianco}) * M_{\text{SO}_2} * N * 1000}{m_{\text{camp.}} * 2}$$

ml camp: volume di soluzione titolante utilizzata per il campione.

ml bianco: media dei ml di soluzione titolante utilizzati per i bianchi

M_{SO₂}: peso molecolare SO₂ (64.06 g/mol)

N: normalità dello iodio (0.02 N)

m_{camp}: quantità campione (g)

5) Bibliografia: AOAC 990.28 Sulfites in Foods - Optimized Monier-Williams Method

21. Dichiarazione di conformita'

Noi

casa costruttrice
indirizzo

VELP SCIENTIFICA s.r.l.
Via Stazione, 16
20865 USMATE (MB)
Italy

Dichiariamo sotto la ns. responsabilità che il prodotto è conforme alle seguenti norme:

EN 61010-1/2001
EN 61010-2-010/2003
EN 61010-2-081/2003
EN 61326-1/2006

E soddisfa i requisiti essenziali delle direttive:

2006/42/EC
2006/95/EC
2004/108/EC
2011/65/UE (RoHS)
2012/19/UE (RAEE)

Più successive modifiche e che sono presenti presso la ns. sede i documenti richiesti nell'allegato I della direttiva macchine.

Grazie per aver scelto un prodotto VELP !

Dal 1983 Velp offre agli operatori del settore una vasta gamma di strumenti sofisticati ed affidabili che rendono disponibili alti livelli di know-how e capacità operative a prezzi competitivi.

Velp opera secondo le norme della Certificazione del Sistema Qualità **ISO 9001**, **ISO14001** e **OHSAS 18001**. Gli strumenti vengono costruiti in conformità alle norme internazionali IEC 1010-1 e alle regole della marcatura CE.



Vi presentiamo le nostre Linee di prodotti:

Ambiente

Termoreattori serie ECO
Strumentazione per analisi BOD
Frigotermostati
Incubatori
Flocculatori
Mescolatore rotativo
Mineralizzatori per la determinazione di metalli pesanti in tracce
Torbidimetro
Rilevatore di radiazioni

Sistemi rapidi per l'analisi delle acque
Fotometri
Analisi dei gas

Agitazione

Agitatori magnetici riscaldanti
Termoregolatore digitale Vertex
Agitatore magnetico senza motore
Agitatori ad asta
Piastrine riscaldanti
Agitatori a vibrazione
Omogeneizzatore

Alimentare

Digestori serie DK / DKL
Pompa a ricircolo d'acqua per aspirazione fumi
Scrubber abbattitore fumi
Distillatore in corrente di vapore serie UDK
NDA unità Dumas
Estrattori a solventi
Estrattori di fibra grezza
Estrattori di fibra dietetica
Ausiliari da laboratorio
Reattore per test di ossidazione

Pompe

Pompa per vuoto a ricircolo d'acqua
Pompe peristaltiche

