

Procedura Generale per eseguire il Test sulla Domanda di Klozur® (KDT)

MATERIALI

Persolfato Klozur®

Attivatore del Persolfato Klozur selezionato

Acqua Deionizzata (DI)

Acido Solforico Diluito, H₂SO₄ (4N)

Idrossido di Sodio, NaOH 25% (% in peso)

Soluzione Standard di Permanganato di Potassio, KMnO₄ o Soluzione Standard di Solfato di Cerio

Indicatore Ferroina, se viene utilizzata la Soluzione Standard di Solfato di Cerio

Soluzione Standard di Solfato Ferroso di Ammonio (FAS)

(A) PREPARAZIONE DEL CAMPIONE (Dosaggio 15 gr Klozur/Kg Terreno)

- Omogeneizzare il campione di terreno e pesare 10 grammi di terreno, con un'accuratezza fino a tre cifre decimali, in ciascuna provetta graduata da 50 ml, conica e per centrifuga.
- Sciogliere il Persolfato Klozur (5.0 gr) in 1.000,00 ml di acqua di falda (o acqua DI), aggiungere il catalizzatore di attivazione desiderato e pesare 30 gr di soluzione (con un'accuratezza fino a una cifra decimale) per ogni provetta contenente terreno. Chiudere con tappo.
- Agitare i campioni fino ad ottenere un'accurata miscelazione e lasciarli riposare sul tavolo di laboratorio a temperatura ambiente.
- Agitare ciascuna provetta di reazione almeno una volta al giorno.
- Il secondo e il quarto giorno analizzare quattro campioni seguendo il metodo di seguito descritto.

(B) PROCEDURA DI ANALISI DEL CAMPIONE

- Centrifugare le provette di reazione per separare la fase acquosa e trasferire in un becher pulito da 400 ml contenente circa 25 ml di soluzione di H₂SO₄ (4N).
- Lavare accuratamente il terreno per due volte con acqua DI (20 ml ogni volta), agitare energicamente le provette di reazione e centrifugare per separare la fase acquosa contenente il persolfato Klozur residuo.
- **Nota:** Se dopo la centrifugazione la fase acquosa non risulta limpida, allora è necessario regolare meglio il pH aggiungendo un paio di gocce di H₂SO₄ (4N) o di NaOH al 25% e centrifugare nuovamente le provette.
- Combinare tra loro i due estratti con il primo strato acquoso nel becher da 400 ml.
- Titolare il persolfato Klozur residuo attraverso la procedura analitica di seguito descritta (C).

(C) PROCEDURA PER DETERMINARE IL PERSOLFATO KLOZUR RESIDUO

Calcolare il persolfato Klozur residuo mediante titolazione di KMnO_4 o solfato di cerio standard con soluzione standard di FAS mediante il metodo di titolazione inversa. Di seguito vengono indicati i passaggi rappresentativi relativi alle quantità riportate nella sezione (A).

Nota: È possibile utilizzare la normalità nota di KMnO_4 o del solfato di cerio per effettuare la titolazione inversa del FAS. Se viene utilizzata una titolazione manuale, il solfato di cerio richiede l'indicatore Ferroina ed il punto finale è semplice; nella maggior parte dei casi è più conveniente usare il KMnO_4 . Tuttavia, se è stata scelta l'attivazione con Fe-EDTA, ed è presente nella soluzione, si dovrebbe utilizzare soltanto solfato di cerio.

- Aggiungere circa 25 ml di ulteriore H_2SO_4 (4N) diluito agli estratti combinati in fase acquosa nel becher da 400 ml del passaggio (B).
- Aggiungere esattamente 10 ml di soluzione di FAS 0.25N all'estratto acidificato.
- Titolare la soluzione FAS residua con soluzione standard di KMnO_4 o di Solfato di Cerio (normalmente utilizzata la 0.1N); registrare il volume di titolante utilizzato (V(ml) Campione).
- Oltre a quanto sopra riportato, eseguire una titolazione in bianco del FAS (10 ml) proveniente dalla stessa partita con soluzione di KMnO_4 o di solfato di cerio; registrare il volume di titolante utilizzato (V(ml) Bianco). (Considerare il V medio di 4 titolazioni in bianco).
- **Nota:** Il FAS andrà incontro a lento decadimento e la sua concentrazione effettiva cambierà; pertanto, la titolazione in bianco deve essere effettuata quotidianamente.
- Per effettuare la titolazione inversa viene utilizzata un'unità analitica per Titolazione Automatica Radiometrica.

(D) CALCOLI

Persolfato Klozur Residuo =
$$[V(\text{ml}) \text{ Bianco} - V(\text{ml}) \text{ Campione}] \times \text{Normalità di } \{\text{KMnO}_4/\text{Solfato di Cerio}\} \times 0.119$$

Calcolo per il KDT, cioè Persolfato Klozur utilizzato per 1 kg di Terreno =
$$\frac{(\text{Massa Iniziale di P. Klozur} - \text{Massa Residua di P. Klozur})}{\text{Massa di Terreno utilizzato}}$$

(E) FONTI DI ERRORE E SOLUZIONI

Fonti di Errore	Soluzioni
Eterogeneità dei campioni	Omogeneizzare il terreno per ottenere un campione rappresentativo
Pietre nel terreno	Rimuovere le pietre
Titolazione, soluzione estratta non limpida	Se gli estratti dopo la centrifugazione non sono limpidi, modificare il pH aggiungendo una piccola quantità di acido o base

The information contained herein is, to our knowledge, true and accurate. However, we make no warranty or representation, expressed or implied, and nothing contained herein should be construed as permission or recommendation to infringe any patent. All intellectual property rights to this material are retained by PeroxyChem.