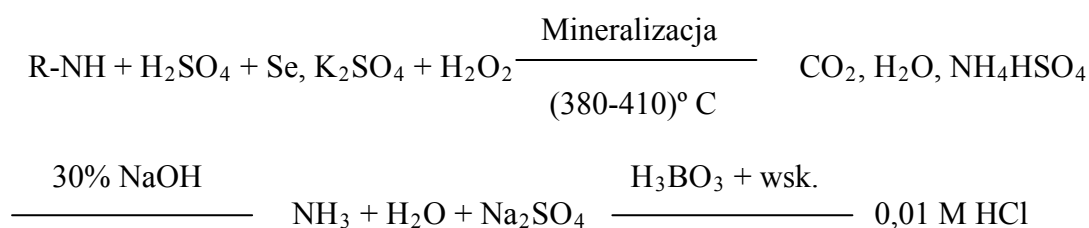


Oznaczanie azotu metodą KIEJDAHLA z miareczkowym oznaczeniem końcowym.

1. Zasada oznaczania.

Analizowaną próbkę mineralizuje się w stężonym kwasie siarkowym z dodatkiem selenu jako katalizatora, nadtlenu wodoru jako utleniacza (jeśli jest konieczny) i siarczanu potasu służącego do podwyższenia temperatury wrzenia kwasu siarkowego. Po mineralizacji próbki, azot w niej zawarty występuje w postaci kwaśnego siarczanu amonu.

Ostudzony roztwór zadaje się roztworem mocnej zasady i oddestylowuje wydzielony amoniak do roztworu nasyconego kwasu borowego z dodatkiem wskaźnika mieszanego (czerwień metylowa + zieleń bromokrezolowa). Roztwór amoniaku w kwasie borowym oznacza się przez miareczkowanie mianowanym roztworem kwasu solnego (0,01 M do uzyskania barwy początkowej, takiej jak przed absorpcją amoniaku).



2. Sposób wykonania.

Mineralizacja

1. Odważyć analizowaną substancję do probówki rozkładowej.
2. Dodać katalizator.
3. Odmierzyć cylindrem miarowym 5 cm³ stężonego H₂SO₄.
4. Probówki z próbkami umieścić w mineralizatorze, puste otwory mineralizatora zamknąć zatyczkami (wszystkie otwory powinny być zakryte).
5. Probówki nakryć nasadką odsysającą i założyć zaczepy mocujące.
6. Króćce nasadki połączyć z włączoną pompką wodną.
7. Włączyć sieć i ustawić termoregulator na pozycję „8”.
8. Po dziesięciu minutach sprawdzić czy próbka się zmineralizowała (ciemnobrunatny kolor).
9. Po zmineralizowaniu próbki, wyłączyć sieć probówki razem z nasadką odsysającą wyjąć ze stanowisk grzejnych i pozostawić do wystudzenia (ok. 10min.).
10. Wyłączyć pompkę próżniową, zdjąć nasadkę, wewnętrzne ścianki opłukać wodą destylowaną (ok. 10 cm³).

Destylacja

1. Sprawdzić aparat destylacyjny
 - napełnienie zbiorników wody i ługu;
 - otworzyć zawór wody chłodzącej;
 - wstawić pustą probówkę oraz odbieralnik;
 - włączyć sieć i zawór pary;
 - przedestylować ok. 100 cm³ wody;
 - wyłączyć zawór pary i sieć.

2. Wstawić probówkę z próbką oraz odbieralnik (kolba stożkowa) z 25 cm³ nasyconego kwasu borowego ze wskaźnikiem (czerwień metylowa, zieleń bromokrezolowa)

- włączyć sieć;
- przyciskiem NaOH nalać do probówki ok. 20 cm³ ługu;
- włączyć zawór pary;
- destylację prowadzić tak długo, aż uzbiera się ok. 100 cm³ destylatu;
- wyłączyć zawór pary i sieć;
- wyjąć odbieralnik.

Miareczkowanie

Zawartość odbieralnika miareczkować 0,01 M HCl.

Punkt końcowy miareczkowania – gdy barwa wskaźnika wróci do wyjściowej (przed pochłonięciem amoniaku), dla ułatwienia można stosować roztwór porównawczy.

Oznaczanie zawartości azotu metodą Kjeldahla

$$\%N = \frac{14 * v * c}{S_s} * 100\%$$

- 1) Masa suchej odważki mlecza w proszku S_s
Masa odważki mlecza w proszku S

$$S_s = \frac{S(100\% - \%H_2O)}{100\%}$$

- 2) Obliczenie niepewności oznaczenia

$$u(\text{powt.}) = \frac{RSD}{\sqrt{n}}$$

$$RSD = \frac{S}{\%N_{\text{śr.}}}$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\%N_i - \%N_{\text{śr.}})^2}{n-1}}$$

$$U(k=2) = k * u(\text{powt.})$$

Ostateczny wynik zapisać w postaci :

$$\%N_{\text{śr.}} \pm U(k=2)$$

S – odchylenie standardowe

RSD – względne odchylenie standardowe

n – liczba oznaczeń

Przykładowe pytania do ćwiczenia „Oznaczanie azotu metodą Kjeldahla”

mgr inż. Katarzyna Cichała-Kamrowska

1. Zasada oznaczania azotu metodą Kjeldahla.
2. Wymień odczynniki stosowane podczas oznaczania azotu metodą Kjeldahla oraz wyjaśnij ich rolę.
3. Co oznacza termin mineralizacja? Jaki rodzaj mineralizacji wykorzystujemy w ćwiczeniu?
4. Rola i zadania analizy elementarnej.
5. Przykładowe źródła błędów popełnianych podczas prowadzenia oznaczeń metodą Kjeldahla.
6. W jakim celu dodaje się K_2SO_4 do roztworu kwasu siarkowego przed procesem mineralizacji?
7. Napisz reakcje zachodzące podczas oznaczania końcowego w metodzie Kjeldahla.
8. Co wpływa na niepewność wyniku oznaczenia- podaj wzór.
9. Wymień metody oznaczania azotu aminowego i całkowitego.
10. Co oznaczają skróty: TON, TIN, TN?
11. Opisz metodę mineralizacji wykorzystywaną w ćwiczeniu.
12. Przykłady kwasów wykorzystywanych w procesie mineralizacji.
13. Wymień znane Ci metody mineralizacji związków organicznych.
14. Na czym polega:
 - mineralizacja z wykorzystaniem ultradźwięków,
 - mineralizacja promieniami UV,
 - mineralizacja ciśnieniowa z wykorzystaniem energii mikrofalowej,
 - stapianie,
 - spopielenie?
15. W jaki sposób możemy optymalizować proces mineralizacji?
16. Etapy analizy elementarnej.
17. Ogólny podział metod mineralizacji.
18. W jakim przypadku met. Kjeldahla ma ograniczone zastosowanie?

Literatura:

- wykłady z przedmiotu „Chemia analityczna”
- „Fizykochemiczne metody kontroli zanieczyszczeń środowiska”, praca zbiorowa pod redakcją J. Namieśnika i Z. Jamrógiewicza
- „Analiza ilościowa związków organicznych” B. Bobrzański
- „Metody instrumentalne w kontroli zanieczyszczeń środowiska” pod redakcją J. Namieśnika
- <http://www.pg.gda.pl/chem/Dydaktyka/Analityczna/index.htm>