

TOTALE STIKSTOF

1 PRINCIPE

In aanwezigheid van een katalysator (Se-mengsel) wordt het substraat behandeld met een kokend zwavelzuur-salicylzuurmengsel, zodat alle stikstofvormen omgezet worden tot $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. In sterk alkalisch midden wordt NH_3 , afkomstig van het ammoniumzout, door stoomdistillatie vrijgesteld en opgevangen in een verzadigde boorzuoroplossing onder vorm van $(\text{NH}_4)_3\text{BO}_3$. De stikstofconcentratie wordt bepaald door titratie met zoutzuur 0,01 N.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 2.1. Kjeldahlkolf van 250 ml
- 2.2. Stoomdistillatieapparaat

3 REAGENTIA

- 3.1. Seleniummengsel: 20 g Se-poeder, 15 g CuSO_4 , 950 g Na_2SO_4 , goed gemengd
- 3.2. Zwavelzuur-salicylzuurmengsel : 50 g salicylzuur ($\text{C}_6\text{H}_4\text{OH-COOH}$) oplossen in sterk zwavelzuur (H_2SO_4), lichtjes opwarmen, afkoelen en aanvullen met H_2SO_4 tot 1 l.
- 3.3. Natriumhydroxide-oplossing 40 % : 400 g NaOH onder afkoeling oplossen in water, afkoelen en aanlengen tot 1 liter.
- 3.4. verzadigde boorzuoroplossing (ongeveer 10 %) : 100 g boorzuur (H_3BO_3) oplossen in \pm 900 ml water, 15 min. koken, afkoelen en aanlengen met water tot 1 liter.
- 3.5. Mengindicator : 0,15 g bromocresolgroen + 0,10 g methylrood, oplossen in 200 ml ethanol 96%.
- 3.6. Zoutzuur 0.01 N

4 ANALYSEPROCEDURE

250 mg gedroogd en gemalen analysemonster (bereid volgens methode CMA/2/IV/B.3) afwegen en overbrengen in een kjeldahl-kolf van 250 ml (2.1.), 1 g Se-mengsel (3.1.) en 10 ml zwavelzuursalicylzuurmengsel (3.2.) toevoegen en destrueren tot een heldere vloeistof overblijft. In het begin op lage temperatuur houden en opletten voor opspatten. Geleidelijk aan de temperatuur verhogen tot de vloeistof helder is en nog 15 minuten koken. Voorzichtig afkoelen, 30 ml water toevoegen, mengen en de kolf aansluiten op het stoomdistillatieapparaat (2.2.). 45 ml NaOHoplossing (3.3.) laten toedruppelen en distilleren tot alle NH_4 overgedistilleerd is (controle met lakmoes). Het distillaat opvangen in een erlenmeyer (100 ml) die 10 ml boorzuoroplossing (3.4.) bevat en 5 druppels mengindicator (3.5.). Het uiteinde van de koeler moet zich onder het vloeistofniveau bevinden. Titreren met zoutzuur 0.01 N (3.6.) tot kleuromslag.

5 BEREKENING

Bereken het % N in het vers materiaal uit de formule :

$$\% N = 0,56 \cdot 10^{-3} \cdot (100 - a) \cdot x$$

a = % gewichtsverlies bepaald bij de bereiding van het analysemonster (CMA/2/IV/B.3)

x = aantal ml zoutzuur 0.01 N getitreerd op 250 mg analysemonster