

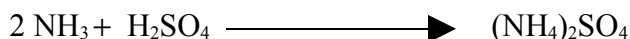
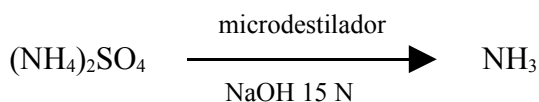
6.4. DETERMINAÇÕES ANALÍTICAS

6.4.1. Nitrogênio

6.4.1.1. Semi-micro-Kjeldahl

A. Princípio do método

Transformação do nitrogênio amoniacal $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ em amônia (NH_3) , a qual é fixada pelo ácido bórico e posteriormente titulada com, H_2SO_4 até nova formação de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ na presença de indicador de ácido/base.



B. Reagentes

- Solução de NaOH 18 N (aproximadamente): pesar 18 vezes o equivalente da soda ($40 \text{ g} = 720 \text{ g}$) e passar para becker de 500 ml contendo 200 ml de água destilada. Agitar e dissolver completamente, adicionando mais água destilada. Deixar esfriar, passar o conteúdo para balão volumétrico de 1.000 ml; esfriar e completar o volume do balão. Transferir para frasco com tampa plástica.
- Solução de H_2SO_4 0,02N: preparar a partir de H_2SO_4 mais diluído, como por exemplo H_2SO_4 1,0 N (28 ml de H_2SO_4 concentrado/l), a partir deste preparar H_2SO_4 0,1N (100 ml H_2SO_4 0,1N/l) e finalmente 200 ml de H_2SO_4 0,1N/l. Padronizar com NaOH 0,1 N, titrisol, ou por outro método indicado.
- Solução de ácido bórico e indicadores: dissolver 20 g de ácido bórico em 1 litro de água destilada, juntar 15 ml de uma solução alcoólica de verde de bromocresol a 0,1 % e 6 ml de uma solução alcoólica de vermelho de metila a 0,1 %.

C. Marcha analítica

- (1) Transferir para o microdestilador o Extrato A₁, usando pequenas porções de água destilada para lavagem;
- (2) Começar o aquecimento da água do microdestilador;
- (3) Colocar 10 ml da solução de ácido bórico com indicador em erlenmeyer de 50 ml e fazer com que a saída do microdestilador mergulhe na solução;
- (4) Graduar o copo de entrada do microdestilador aos volumes de 10 e 15 ml;
- (5) Fechar a torneira superior e medir, diretamente no copo da entrada do aparelho, 10 a 15 ml de NaOH 18 N. Em seguida, abrir a torneira, admitindo a soda. Lavar rapidamente o copo com água destilada;
- (6) Fechar ambas as torneiras e elevar a temperatura do microdestilador. deixar destilando até o volume da solução de ácido bórico com indicador passe a aproximadamente o dobro do volume original;
- (7) Titular a amônia destilada com H₂SO₄ 0,02 N até que o indicador vire de verde para azul-cinza. Anotar o volume de ácido gasto.

D. Cálculos

$$\begin{array}{ccc} \text{6} & \text{a. 1 ml H}_2\text{SO}_4 \text{ 0,02 N} & \xrightarrow{\text{reage}} & \text{0,02 meq N} \\ \text{7} & & & \\ & V & \longrightarrow & X \quad \text{onde: } X = 0,02 V \text{ meq N} \end{array}$$

$$\text{b. } n^\circ \text{ meq N} = \frac{\text{mg N}}{\text{Eq N}}$$

$$\text{Eq N} = \frac{14}{1} = 14$$

$$0,02 V \text{ meq N} = \frac{\text{mg N}}{14} \quad \text{onde: } \text{mg N} = 0,28 V$$

$$\text{c. } 0,28 \text{ mg N} \rightarrow 100 \text{ mg amostra}$$

$$\therefore \% \text{ N} = 0,28 V \text{ ou } \text{g.kg}^{-1} \text{ N} = 2,8 V$$

V= Volume de H_2SO_4 0,02 N gasto na titulação da amostra.

OBSERVAÇÃO : Fazer prova em branco (sem adição do material vegetal).

O texto acima faz parte do **capítulo 6 - Metodologia para Análise de Elementos em Material Vegetal** do livro, **Avaliação do estado nutricional das plantas: princípios e aplicações** / Eurípedes Malavolta, Godofredo Cesar Vitti e Sebastião Alberto de Oliveira. -2.ed., ver. e atual.--Piracicaba : POTAFOS, 1997. **É PROIBIDA POR LEI A REPRODUÇÃO PARCIAL OU TOTAL POR QUAISQUER MEIOS, SEM A DEVIDA AUTORIZAÇÃO POR ESCRITO DOS AUTORES E EDITORA.**