

DETERMINAÇÃO DO NITROGÊNIO TOTAL
(Método Micro-Kjeldahl)

1- PRINCÍPIO

Transformação do nitrogênio orgânico da amostra em nitrogênio amoniacal.

2- REAGENTES

a) 1ª Fase – Digestão

1. Ácido sulfúrico concentrado – H_2SO_4
2. Sulfato de potássio – K_2SO_4

b) 2ª Fase – Destilação

1. Solução de hidróxido de sódio – Tiosulfato de sódio ($NaOH + Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) sendo 40 g de $NaOH + 5$ g de tiosulfato de sódio em 100 mL de água destilada.
2. Solução indicadora de pH: Misturar uma parte da solução alcoólica de vermelho de metila 0,2% com 5 partes de solução alcoólica de verde de bromocresil 0,2%.
3. Solução de ácido bórico a 5%.

c) 3ª Fase – Titulação

1. Ácido clorídrico a 0,02N de fator conhecido.

3- PROCEDIMENTO

a) Digestão

- Pesar 100 mg de amostra em tubo de digestão (25 x 245 mm).
- Adicionar 1,9 g de sulfato de potássio.
- Adicionar 3 mL de ácido sulfúrico concentrado.
- Proceder à digestão, aquecendo lentamente no início, em bloco digestor na capela (por, aproximadamente, 1 hora e meia a 380°C).

b) Destilação

- Após esfriar, adicionar 35 mL de água destilada.
- Preparação do erlenmeyer receptor: transferir cerca de 10 mL de ácido bórico a 5% e 1 a 2 gotas de solução indicadora.
- Posicionar o erlenmeyer no aparelho destilador.
- Adicionar 15 mL da solução hidróxido de sódio + tiosulfato de sódio.
- Proceder à destilação, coletando 50 mL do destilado.

c) Titulação

- Procede-se à titulação do destilado, usando-se bureta com ácido clorídrico a 0,02 N, de fator conhecido.

4- OBSERVAÇÃO

- Deve ser efetuada análise dos reagentes (branco).

5- CÁLCULO

$$\% N = \frac{(\text{mL HCl gasto} - \text{mL gasto branco}) \times N \text{ HCl} \times \text{fator correção ácido} \times 14.007 \times 100}{\text{peso da amostra (mg)}}$$

$$\% PB = \% N \times 6,25$$

6- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis**. 15 ed. Arlington: AOAC, 1990.1298 p.

SILVA, D. J.; QUEIROZ, A. C. **Análise de Alimentos: métodos químicos e biológicos**. 3. ed. Viçosa:UFV. 2002. 235p.