

|                                                                                   |                                                                                |        |   |
|-----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------|--------|---|
|  | Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský<br>Národní referenční laboratoř | Strana | 1 |
|                                                                                   | <b>Jednotné pracovní postupy –<br/>analýza rostlinného materiálu</b>           | Vydání | 3 |
|                                                                                   | 40054.1 – Stanovení celkového dusíku<br>coulometricky                          | Revize | 0 |

## STANOVENÍ CELKOVÉHO DUSÍKU COULOMETRICKY

### 1 Účel a rozsah

Postup je určen pro stanovení celkového dusíku v mineralizátech vzorků rostlinného materiálu připravených podle postupu 40018.1 Mineralizace směsí kyseliny sírové a peroxidu vodíku.

### 2 Princip

Dusík přítomný ve vzorku se mineralizací převede na amonné ionty. Ty se titrují bromnanem, který vzniká v alkalickém prostředí z elektrolytický generovaného bromu. Velikost elektrického náboje potřebného k vytvoření ekvivalentního množství bromnanu je úměrná koncentraci amonných iontů v roztoku. Bod ekvivalence je indikován biamperometricky.

### 3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 2 Síran amonný,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , vysušený 2 h při  $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ .
- 3 Standardní kalibrační roztok síranu amonného,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ,  $c(\text{N}) = 0,5 \text{ mg/ml}$ .

Příprava: Do 50ml kádinky se naváží 2,3583 g síranu amonného (2). Po rozpuštění ve vodě (1) se roztok kvantitativně převede do 1000ml odměrné baňky, baňka se doplní vodou (1) po značku a obsah se důkladně promíchá.

- 4 Bromid draselný, KBr.
- 5 Hydrogenuhličitan sodný,  $\text{NaHCO}_3$ .
- 6 Uhličitan draselný,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ .
- 7 Anodový roztok.

Příprava: Do kádinky o vhodném objemu se naváží 200 g bromidu draselného (4), 100 g hydrogenuhličitanu sodného (5) a 10 g uhličitanu draselného (6) a vše se rozpustí za tepla ve vodě (1). Roztok se po vychladnutí kvantitativně přefiltruje přes středně hustý kvantitativní filtrační papír do 1000ml odměrné baňky, doplní vodou (1) po značku a obsah se důkladně promíchá. Roztok se uchovává nejdéle 6 měsíců při laboratorní teplotě.

- 8 Bromičnan draselný,  $\text{KBrO}_3$ .

|                                                                                   |                                                                                |        |   |
|-----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------|--------|---|
|  | Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský<br>Národní referenční laboratoř | Strana | 2 |
|                                                                                   | <b>Jednotné pracovní postupy –<br/>analýza rostlinného materiálu</b>           | Vydání | 3 |
|                                                                                   | 40054.1 – Stanovení celkového dusíku<br>coulometricky                          | Revize | 0 |

9 Katodový roztok – nasycený roztok bromičnanu draselného.

Příprava: Do kádinky o vhodném objemu se naváží 15 g bromičnanu draselného (8) a rozpustí se ve 100 ml vody (1) při teplotě 50 °C. Roztok se po promíchání nechá volně vychladnout. Roztok se uchovává při laboratorní teplotě.

#### 4 Přístroje a pomůcky

- 1 Coulometr s příslušenstvím, např. SL 02.
- 2 Mikropipeta s nastavitelným objemem (20 – 200) µl.

#### 5 Postup

##### 5.1 Příprava kalibračních standardů

Do 50ml odměrných baněk se pipetuje kalibrační roztok síranu amonného (3) podle tabulky 1, baňky se doplní vodou (1) po značku a obsah se důkladně promíchá.

**Tabulka 1. Příprava standardních kalibračních roztoků.**

|                                              |     |     |     |     |     |
|----------------------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|
| Roztok $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (3) (ml) | 50  | 40  | 30  | 20  | 10  |
| Koncentrace N (mg/l)                         | 500 | 400 | 300 | 200 | 100 |
| Koncentrace N ve vzorku (%)                  | 5   | 4   | 3   | 2   | 1   |

#### Poznámky

- 1 *Takto uvedený zkušební postup platí pro navážku 1 g vzorku ve 100 ml mineralizátu.*

##### 5.2 Postup měření

Prostor indikačních elektrod se zaplní anodovým roztokem (7) a vloží se do něj míchadlo. Prostor generačních elektrod se zaplní katodovým roztokem (9) tak, aby hladiny obou roztoků byly přibližně ve stejné výšce. Po uvedení přístroje do chodu podle návodu výrobce se automaticky ustaví rovnováha generovaného bromu v roztoku. Dosažení rovnováhy je indikováno nulovou hodnotou generačního proudu a konstantním počtem impulsů na digitálním výstupu. Od tohoto okamžiku se do anodového prostoru za intenzivního míchání dává roztok standardu nebo mineralizátu. Podle předpokládaného obsahu dusíku ve vzorcích se optimalizují objemy nástřiků mineralizátu vzorku a standardu (30 – 100) µl a volba vhodného kalibračního standardního roztoku uvedeného v tabulce 1. Digitální výstup po dobu titrace počítá impulsy až do ustavení rovnováhy. Tato hodnota se odečte a ihned poté

|                                                                                   |                                                                                |        |   |
|-----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------|--------|---|
|  | Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský<br>Národní referenční laboratoř | Strana | 3 |
|                                                                                   | <b>Jednotné pracovní postupy –<br/>analýza rostlinného materiálu</b>           | Vydání | 3 |
|                                                                                   | 40054.1 – Stanovení celkového dusíku<br>coulometricky                          | Revize | 0 |

se pipetuje další dávka. Tento postup je nutné dodržet po celou dobu měření. Každý vzorek se titruje nejméně třikrát, až se rozdíl počtu impulsů u jednoho vzorku neliší o více než 2 % rel. Po proměření 8 až 10 vzorků se zařadí kontrolní měření standardního roztoku, kterého se dává stejné množství jako vzorku. Vyhodnocuje se softwarově metodou kalibrační křivky, která má lineární průběh.

### Poznámky

- 2 *Na počátku titrace a při jejím přerušení delším než 20 s je stanovení zatíženo chybou, a proto se první výsledek měření obvykle nepoužije.*
- 3 *Jedna náplň anodového roztoku postačí přibližně pro 50 až 100 titrací.*

## 6 Výpočet a vyjádření výsledků

Výpočet a vyhodnocení se provádí podle příslušného návodu k přístroji

$$X = \frac{C_s \times V \times T_v}{m \times T_s} \times 0,1$$

kde

X je obsah dusíku ve vzorku v %,

C<sub>s</sub> koncentrace dusíku ve standardu v mg/l,

V objem mineralizátu v l,

m navážka vzorku v g,

T<sub>s</sub> počet impulsů, potřebný k dosažení bodu ekvivalence při titraci standardu,

T<sub>v</sub> počet impulsů, potřebný k dosažení bodu ekvivalence při titraci vzorku.