

7-11-2011

Janne Van Camp, Jonas Wilhoex

Goed - zeer goed

Proef ④: Bepaling van organische N in afvalwater via Kjeldahl

① Doel en principe

penne schrijven

① We willen de hoeveelheid organisch gebonden N in afvalwater bepalen. De Kjeldahlmethode die we toepassen kan max. 300 mg/L bepalen en de detectielimiet bedraagt 5 mg/L . We verwachten een waarde hiertussen voor ons steek (nummer onbekende = 19)

De Kjeldahlmethode bepaalt zowel de organisch gebonden stikstof als de NH_4^+ -ionen in 3 stappen:

↳ ipu uit te schrijven → schema!

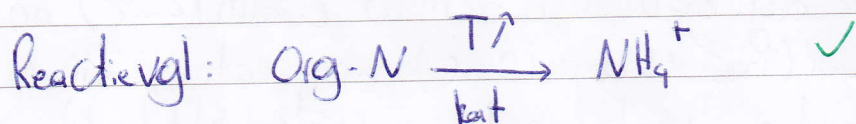
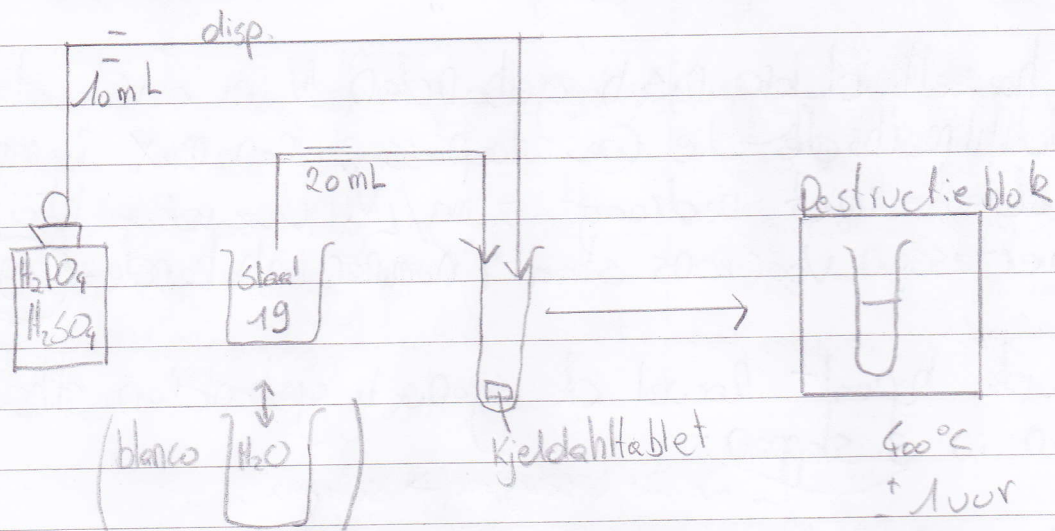
- Destructie: De org. geb. N wordt in warm (400°C) en zuur (Persulfuurzuur) omgezet in ammonium-zouten. Katalysatoren (Kjeldahl tablet) worden toegevoegd om het kookpunt te verhogen wat de oxidatie verbetert.
De base NaOH zet de ammoniumzouten om in ammoniak.

- Destillatie: Het gevormde ammoniak wordt dmv stoomdestillatie afgezonderd en opgevangen in een backwasplossing.

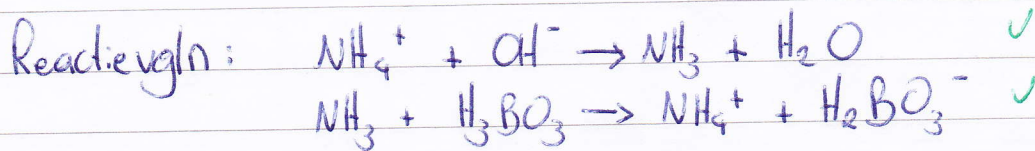
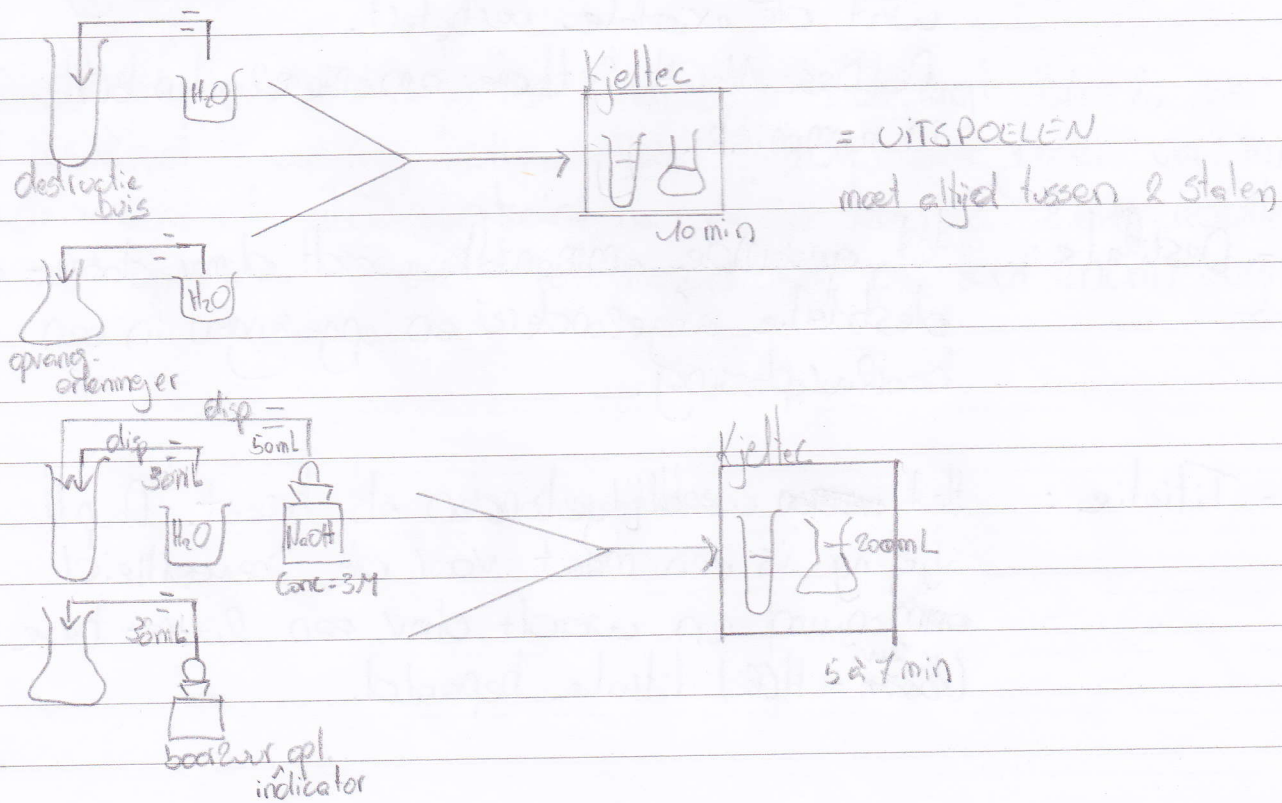
- Titratie: Het ~~ammon~~ wordt gebonden als base. De pH-stijging is een maat voor de hoeveelheid ammonium en wordt dmv een zuur-base (~~base~~ = HCl) titratie bepaald.

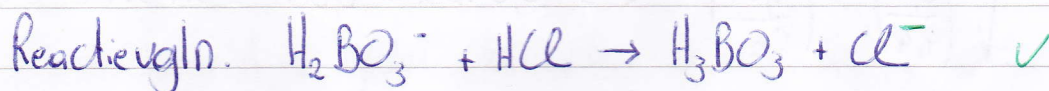
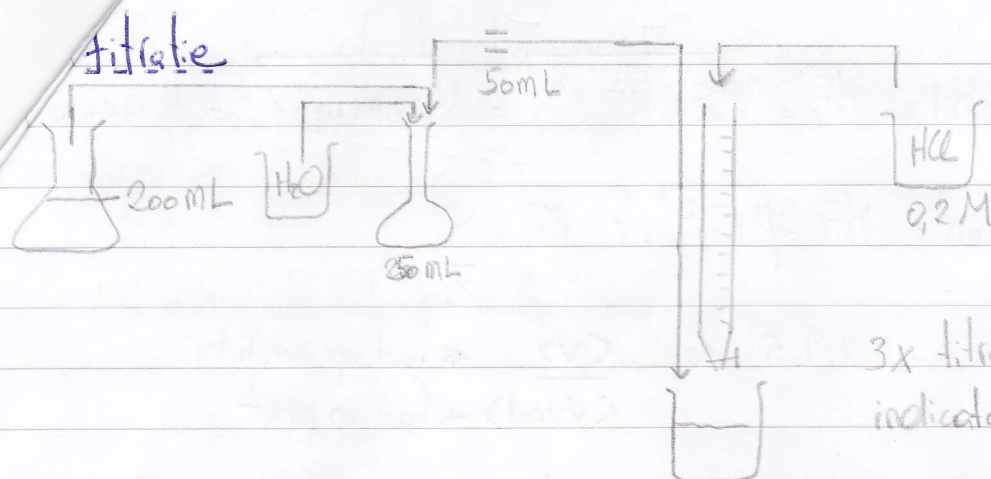
② Method

a) Destruktive



b) Destillatie





③ Resultaten en berekeningen

a) Meetresultaten

	toegew. V titratie 1	0.02 M titratie 2	HCl (mL) titratie 3	$\langle V \rangle (\pm MF) \text{ (mL)}$
Buis 1	9.7	9.7	9.5	9.6 ± 0.1
Buis 2	/	/	/	/
Blanco	0.3	0.2	0.2	0.2 ± 0.1

→ verdun HCl!
je hebt nu en fout
van 50% op deze
waarde alleen :-

b) Berekeningen

fout op het gemiddelde: $MF_{\langle x \rangle} = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \langle x \rangle)^2}{N}} = 0.0942 \approx 0.1$

$$N' = \frac{MG \cdot (\langle V \rangle - \langle V_{\text{blanco}} \rangle) \cdot 10^{-3} \text{ L} \cdot 0.02 \text{ M} \cdot 5 \cdot 10^6}{20 \text{ mL} (\approx 20 \text{ g})} = 308 \frac{\mu\text{g}}{\text{g}}$$

$$= 308 \text{ ppm} \quad \checkmark$$

foutenberekening:

* fout op verschil: $MF_F = \sqrt{\sum_i (MF_i)^2} = \sqrt{0,001 + 0,01} = 0,1414 \%$

* fout op quotient: $MF_F = \sqrt{\sum_i RF_i^2} \cdot F$ $RF_i = \frac{MF_i}{x_i}$

$C_N = 14 \cdot 10^{-3} \text{ L} \cdot 0,02 \text{ M} \cdot 5 \cdot 10^6 \cdot \frac{\langle v \rangle}{\langle v_{\text{staal}} \rangle}$ \rightarrow fout op verschil
 $\langle v_{\text{staal}} \rangle \rightarrow$ fout op pipet

$MF_F = \sqrt{\left(\frac{0,2}{4,4}\right)^2 + \left(\frac{0,04}{20}\right)^2} \cdot F = 14 \pm 0,2 \cdot 10^2$

$\rightarrow C_N = (3,1 \pm 0,2) \cdot 10^2 \text{ ppm}$ *knal erop! mooi.*

④ Bespreking

- Voor buis 1 in de kjeltec werd geplaatst, hebben we geen water toegevoegd. Dit water diende om het contactoppervlak en de contacttijd van het gas en het staal te vergroten. We zouden nu dus een onbetrouwbaar en te klein resultaat voor de hoeveelheid stikstof kunnen bekomen.
- Aan buis 2 werd alles toegevoegd en toch zou hier na kjeltec-distillatie geen N in de opvangervlenmeyer zitten. De bleef paars en werd niet groen. We zijn zeker dat we het analyseschema juist hebben gevolgd en dat alles in de juiste hoeveelheid werd toegevoegd.
- In het destructieblok werden de gevormde gassen niet afgezogen. Deze gassen spelen geen rol in de reactie die we volgen en worden enkel afgezogen omdat ze schadelijk zijn voor het milieu.

We voeren de berekeningen opnieuw uit om de fout op het resultaat te kennen wanneer we bus 2 in rekening brengen:

$$\langle V \rangle = 2,3 \pm 3 = 2, 2 \pm 3$$

$$N = 126 \text{ ppm}$$

$$MF_N = 189$$

→ de fout is groter dan de waarde zelf!

Gezien de precisie van de vorige analyse, leek ik toch dat je er nog iets mis hebt bij bus 2.