



Application Note AN-T-195

Détermination de la teneur en azote

Détermination de Kjeldahl selon le chapitre général de l'USP <461>.

La méthode Kjeldahl est utilisée pour déterminer la teneur en azote des échantillons organiques et inorganiques. L'analyse Kjeldahl comprend trois étapes : la digestion, la distillation et le titrage. Au cours de l'étape de digestion catalytique, l'azote organique (à l'exception des groupes nitro et azo et de l'azote des anneaux) est converti en ammonium. De l'hydroxyde de sodium est ajouté juste avant l'étape de distillation afin de convertir l'ammonium en ammoniac. Par distillation à la vapeur, ce dernier est transféré dans le récipient de réception contenant un

agent absorbant (par exemple, de l'acide borique). Enfin, l'ammoniac séparé est titré avec de l'acide sulfurique.

La teneur en protéines des échantillons peut également être déterminée à partir de la teneur en azote obtenue par la méthode Kjeldahl. L'USP<461> décrit la méthode de titrage pour déterminer la teneur en azote des produits organiques à l'aide de la méthode de Kjeldahl. Cette note d'application illustre la détermination de l'azote dans l'héparine sodique.

ÉCHANTILLON ET PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

L'analyse est démontrée sur l'héparine sodique. Une quantité appropriée d'héparine sodique est pesée avec précision et transférée dans un ballon propre à fond rond et à deux cols. Du sulfate de sodium, du sulfate de cuivre et de l'acide sulfurique sont ajoutés pour le processus de digestion. Le contenu est doucement chauffé en dessous du point d'ébullition jusqu'à ce que la mousse cesse. Il est ensuite chauffé à nouveau à une température plus élevée jusqu'à ce que le contenu entre en ébullition et que la solution devienne brune. Le contenu est refroidi et de l'eau

exempte de dioxyde de carbone est ajoutée avec précaution tout en mélangeant soigneusement. La solution d'hydroxyde de sodium est ajoutée par le col latéral du ballon à fond rond. Le zinc granulé est ajouté et le ballon est immédiatement connecté au dispositif de distillation de l'azote de Kjeldahl. La sortie du dispositif est placée dans une solution d'acide borique. La distillation est effectuée jusqu'à ce qu'environ 80 % du volume total soit transféré dans la solution d'acide borique.

EXPERIMENTAL

L'analyse est effectuée automatiquement sur un système Titrande composé d'un Titrande 905. L'Unitrode est utilisée pour l'indication de la courbe de titrage.

L'échantillon préparé est titré potentiométriquement par rapport à de l'acide sulfurique standardisé jusqu'à ce que le premier point d'équivalence soit atteint.



Figure 1. Exemple d'un système Titrande composé d'un Titrande 905 et d'un Touch Control 900. Le 905 Titrande peut également être connecté à un PC et contrôlé par tiamo.

RÉSULTATS

Des courbes de titrage nettes sont obtenues lorsque le point d'équivalence est déterminé de manière fiable par le Touch Control ou *tiamo*TM.

La teneur en azote déterminée de l'héparine sodique

est de 1,581 % (SD(rel) = 1,48 %, n = 5), ce qui est conforme à la teneur en azote spécifiée par l'USP (1,3 % à 2,5 %) pour l'héparine sodique.



Figure 2. Courbe de titrage du dosage Kjeldahl de l'héparine sodique selon le chapitre général de l'USP <461>.

CONCLUSION

Cette méthode montre qu'il est possible de déterminer la teneur en azote de divers types d'échantillons de manière automatique, précise et fiable par titrage conformément au **chapitre général de l'USP <461>..**

Outre l'héparine sodique, les composés suivants peuvent également être analysés avec cette méthode :

- Antithrombine III humaine
- Bêta Glucan
- Phosphate de cellulose sodique
- Complexe chlorophylline-cuivre-sodium
- Flocons d'avoine colloïdaux
- Copovidone
- Crospovidone
- Daltéparine sodique
- Dextran 1
- Dextrine
- Dihydroxyaluminium aminoacétate,
- Enoxaparin sodium etc.
- Gomme de guar
- Comprimés de chlorhydrate de mécamylamine
- Melphalan
- Dispersion d'acétate de polyvinyle
- Povidone iodine
- Povidone
- Hémicellulose de psyllium
- Pullulan
- Pantothénate de calcium racémique
- Ralbumine humaine
- Échafaudage de derme bovin
- Comprimé de spiruline
- Taurine
- Thioguanine
- Tréhalose
- Son de blé
- Zein

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



905 Titrande

Titreur haut de gamme pour le titrage potentiométrique avec une interface de mesure à utiliser avec les systèmes de dosage Dosino.

- jusqu'à quatre systèmes de dosage de type 800 Dosino
- titrage dynamique à point d'équivalence (DET), monotone à point d'équivalence (MET) et à point final (SET)
- mesure avec des électrodes ioniques spécifiques (MEAS CONC)
- fonctions de dosage avec contrôle, LQH
- quatre connecteurs MSB pour des agitateurs ou des systèmes de dosage supplémentaires
- électrodes intelligentes « iTrode »
- Connecteur USB
- Utilisation avec le logiciel OMNIS, *tiamo* ou le Touch Control
- Satisfait aux exigences des BPF/BPL et de la FDA, telles que celles de la réglementation 21 CFR Part 11, le cas échéant



iUnitrode avec Pt1000

Électrode pH combinée intelligente avec puce de mémoire intégrée pour les données du capteur et capteur de température Pt1000 intégré. Cette électrode est idéale en particulier pour :

- des mesures du pH et des titrages dans des échantillons difficiles, visqueux ou alcalins
- une utilisation à température élevée
- des mesures sur de longues périodes

Le diaphragme rodé fixe est insensible à la contamination.

Électrolyte de référence : $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$, conservation dans une solution de conservation.

Alternative : électrolyte de référence pour mesures à $T > 80^\circ \text{C}$: solution Idrolyte, conservation dans l'Idrolyte.

Les iTrodes peuvent être utilisées sur un Titrando, un Ti-Touch ou un 913/914 Meter.