

Side 1  
**ARBEIDSBESKRIVELSE**  
**Institutt for husdyr-og akvakulturvitenskap, UMB**

---

Metodenavn: Kjeldahl NH<sub>3</sub> i vomsaft  
IHA-nr.: 1040

---

### 1. Innledning/hensikt

Vomsaft destilleres direkte på Kjeltec Auto 1035/1038.

Vomsafta er tilsatt 5 % maursyre.

Ammoniakk i vomsaft er bundet som NH<sub>4</sub><sup>+</sup>.

Destillasjonen foregår ved å tilsette NaOH, pH øker og ammoniumionene (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) omdannes til ammoniakk-gass (NH<sub>3</sub>). Gassen kondenseres ned i et forlag med borsyre og reagerer med denne til ammoniumborat. Dannet borat tilbaketitreres til borsyre med 0,2M HCl i nærvær av en blandingsindikator. Det er ekvivalente mengder av borat- og ammoniumioner.

### 2. Reagenser

Borsyre med indikator, Bie & Berntsen A/S

Natriumlut, NaOH (35%)

Saltsyre titrisol (0,2M), Bie & Berntsen

RO-vann (Reversed Osmoses)

### 3. Risikovurdering

NaOH 35%: Sterkt etsende. Bruk verneklær.

HCl (0,2M): Etsende. Irriterer luftveiene.

### 4. Utstyr

Kjeltec Auto 1035/1038 fra Tecator

Kjeldahl blokker med Kjeldahlrør

Flow regulator

Lift

Justert automatpipette (5ml)

### 5. Prøvemateriale

Vomsaft som er tilsatt 5 % maursyre

### 6. Arbeidsbeskrivelse

Minimum 2ml vomsaft pippeteres i Kjeldahlrør og plasseres i Kjeldahl blokker fra posisjon 3 i blokkene. Tilsvarende mengde (minimum 2ml) 5 % maursyre brukes som blank-prøve i de to første rørene i blokka. Det er plass til 20 rør pr blokk. (2 blank og 18 prøver)  
Prøvene er nå klare til destillering på Kjeltec.

#### Analyse av prøver med Kjeltec 1035/1038

Det følgende beskriver prosedyren for analyse av nitrogen med et Kjeltec 1035/1038 instrument. Nye operatører må også lese brukermanual for Kjeltec 1035/1038. I forbindelse

IHF/NLH						ARB
Utarbeidet	Godkjent	Gjelder fra 02.11.2010	Revisjon 02.11.20 10	Erstatter	Dokumentnavn: Arb1040kjeldah INH3.doc	Side 1-4

med innlegging av de parametere som er aktuelle kvitteres det alltid med **E** på instrumentpanelet. Derfor når det står **E** i prosedyren under, betyr det; kvitter med **E**. Alle Kjeldahlrør (prøverør) settes i blokker (batcher) som deretter settes inn i prøvekarusellen. Hver blokk kan ta 20rør. Prøvekarusellen kan ta 3 blokker med prøverør og feste for hver blokk kalles "wing" (A, B og C).

Slå på Kjeltec 1035/1038 instrumentet. (En grønn knapp opp, en grønn knapp nede). Etter at prøvene er veid legges vektene inn i Kjeltec instrumentet på følgende måte:

1. Tast "Weigh" på instrumentet
2. Tast blokk nr. (batch nr) **E**.
3. Tube nr. = rør nr – **E**. Det kan legges inn vekter for 1-20rør for hver blokk.
4. Factor 1.00 **E**.

Det analyseres 2 blanker for hver blokk og dette er alltid rør 1 og 2. Parametrene for blankene legges først inn.

5. Result in blank \* 0 **E**
6. Legg inn vekt for blank: 0,000g (rør 1 og 2) - kvitter med pil ned ( ) for rør 1 og for rør 2 **E** (3ganger)
7. Resultatet mg/g \* 5 **E** (betyr at instrumentet beregner N-innhold i prøven som mg/g N)
8. Legg inn vekter for prøvene i hvert rør: Rør 3-20, rør 3-19 kvitter med pil ned ( ), rør 20 **E** (3ganger).

Det er også mulig å bruke vekt ved instrumentet for å legge inn vektene.

Veiterminalen overfører vekt for hver prøve.

Før oppstart om morgenen eller før start av analysen: Skru på 1035/1038, sett på skriver og kjølevann. Hvis det er luftbobler i byretten med saltsyreløsning så må disse luftboblene fjernes på følgende måte:

1. Trykk "Manual" på panelet og deretter "Byrette".
2. Benytt piltast for å finne UP-CONT, **E** (2ganger).
3. Slå litt på slangene med saltsyreløsning som går til byretten mens pumpa går, slik at luftboblene går tilbake i container.
4. Benytt pil tast for å finne DN-TIT, **E** (1-4ganger). Dette senker nivået på saltsyreløsningen i byretten. Hensikten er å fjerne luftboblene i byretten.
5. Benytt pilen for å finne UP-TIT, **E** (1-4ganger). (Dvs. samme som i pkt 4).
6. Benytt pil for å finne DN-CONT, **E** (1-4ganger). (Dvs. samme antall som i pkt 4).

Dette for å fylle byretten med saltsyreløsning.

Gjenta pkt 2-6 hvis nødvendig. Husk å fylle slangen til titreringsbeger etter at pkt 1-6 er avsluttet og skyll titreringsbeger med dest. vann og gå ut av byretteprogrammet (trykk "Manual").

Innsetting av blokker med prøver i prøvekarusellen.

1. Trykk "Sampler" på panelet.
2. "Wing" A to load position, **E**.
3. Sett inn riktig blokk i "wing" A.
4. Bruk pil for å bla i programmet, "wing" B to load position, **E**.
5. Gjenta pkt 4 for "wing" C.
6. Tomme prøverør analyseres alltid først om morgenen for å varme opp instrumentet og for å få sirkulasjon i slangene som har stått natten over med løsninger. (Husk å legge inn vektene på forhånd).

IHF/NLH						ARB
Utarbeidet	Godkjent	Gjelder fra 02.11.2010	Revisjon 02.11.20 10	Erstatter	Dokumentnavn: Arb1040kjeldah INH3.doc	Side 2-4

For å varme opp instrumentet gjøres følgende med de første av de tomme rørene:

1. Trykk "Sampler" på panelet.
2. Tube to position, **E**.
3. Wing A, Tube 1, **E**.
4. Tube up, **E**.
5. Trykk deretter "Manual" og "Steam" på panelet, instrumentet varmes opp.  
Mens instrumentet varmes opp kan man etterfylle vann, forlagsløsning, syre og lut i kannene til instrumentet.  
Etter oppvarming av instrumentet analyseres de 4 tomme rørene først og deretter starter analysen av selve prøvene. Som beskrevet tidligere analyseres alltid 2 blanker først for hver blokk og deretter det aktuelle antall prøver.

#### Analysering av prøver

1. Trykk "Analyse" på panelet ("steaming" stopper).
2. Kjeldahl analyses, **E**.
3. Blank **E**.
4. "Wing" A, B og C legges inn, **E** (batch = blokknr). Dette legger inn hvilken blokk (batch) som er på hvilken "wing".
5. Start blokk (batch) nr. X, Tube 1, **E** (kvitter med **E** til det starter).

Ved start senere på dagen og instrumentet har vært benyttet, trenger man ikke oppstartingsblokk (dvs de 4 tomme rørene). Pass på at det er vann, forlagsløsning, syre og lut i beholderene til instrumentet. Etter at analysen av prøvene er ferdig, fjernes blokkene fra prøvekarusellen på følgende måte:

#### Avslutning

1. Åpne dør til prøvekarusellen og ta ut nærmeste blokk.
2. Lukk døren, trykk "Sampler" på panelet.
3. Trykk "wing" A to load position, **E**.
4. Ta ut blokk fra "wing" A og sett ved vasken.
5. Bruk pil for neste "wing", **E**.
6. Gjenta til prøvekarusellen er tom.
7. Rengjør maskinen etter siste kjøring.

For å kunne sette inn vektorer for nye prøver må dataene for hver blokk slettes vha "Exclude" på panelet. Dette gjøres etter at resultatene er sjekket.

#### Daglig rengjøring

All rengjøring skjer med varmt vann uten såpe.

1. Ta av dekslet foran dørene.
2. Ta av "eiffeltårnet".
3. Ta ut koppen.
4. Vipp av plastdeksel og gummipakning, rengjør dette.
5. Sett på plass.
6. Smør litt såpe på toppen av "tårnet" før det settes på, NB! F risset inn i front, skal stå foran.
7. Plasser dekslet tilbake på plass.
8. Åpne døren nede og tørk av.

IHF/NLH						ARB
Utarbeidet	Godkjent	Gjelder fra 02.11.2010	Revisjon 02.11.20 10	Erstatter	Dokumentnavn: Arb1040kjeldah INH3.doc	Side 3-4

9.Slå av instrumentene.

10.Fyll titrerbegeret med dest vann

#### Ukentlig renhold

Maskinen må være tom.

- 1.Følg pkt 1-8 for daglig renhold.
- 2.Trykk på sampler.
- 3.Finn tube to position.
- 4."Wing" A, Tube 1, **E**.
- 5.Tube up, **E**.
- 6.Når stanga har kommet litt over halvveis opp, må dørene til autosamleren åpnes.  
Stanga vil stoppe, og alarmen gå-trykk bare på den røde ,blinkende alarmen.
- 7.Rengjør stangen med sitronsyreløsning og bruk skrutrekker til rengjøring av kammen på baksiden av stanga.
- 8.(Sjekk beholder under instrumentet,fyll opp om nødvendig med sitronsyre og vann).
- 9.Lukk døra og trykk "Sampler" på instrumentpanelet, A to load position, **E**.
- 10.Slå av maskinen.
- 11.Fyll titrerbegeret med dest. Vann  
Resultatet oppgis som g N/kg prøve.

#### **5. Kontakt**

Heidi Askerud/Elin Kristoffersen

IHF/NLH						ARB
Utarbeidet	Godkjent	Gjelder fra 02.11.2010	Revisjon 02.11.20 10	Erstatter	Dokumentnavn: Arb1040kjeldah INH3.doc	Side 4-4