

- 1.º Do ataque incompleto pelo acido sulfurico concentrado;
- 2.º Do emprego do mercurio;
- 3.º Da perda do ammoniaco por distillação, d'uma parte do acido sulfurico;
- 4.º Da perda d'ammoniaco, quando se neutralisa o acido pela soda caustica.

A maior parte das substancias analisadas queimam-se facilmente com o acido sulfurico concentrado em presença do sulfato de cobre anhydro, outras ha em que é conveniente empregar o acido de Nordhausen.

A experiencia tem provado que é preferivel empregar o sulfato de cobre ao mercurio que forma combinações com o azote, mal definidas, que não são facilmente transformadas em ammoniaco em presença da soda caustica.

A substancia organica deve começar a ser combustada a uma temperatura pouco elevada, empregando-se para este fim balões de vidro de cóllo comprido communicando com uma esphêra tambem de vidro onde se faz a condensação dos vapores do acido sulfuroso.

A neutralisação do acido sulfurico pela soda caustica é uma operação melindrosa que exige bastante cuidado para não haver perdas. O processo que melhor resultado nos tem dado na pratica consiste em empregar para a distillação um balão com uma rolha com duas tubuladuras, descendo, por uma, um funil com torneira por onde se deita a solução de soda, e pela outra passando o tubo de vidro que comunica com o refrigerante; este tubo deve formar um angulo com a inclinação para dentro do balão, afim de que alguma projecção de liquido alcalino não passe atravez do refrigerante indo inutilisar a analyse.

Quando se faz a neutralisação do liquido acido, deve a extremidade do refrigerante communicar com o licor normal de acido oxalico ou sulfurico, para que não haja perdas d'ammoniaco, que se desprende violentamente durante a reacção.

Na maioria dos casos que se apresentam na pratica, quando tivermos que operar sobre uma terra, bastam 5 gr. de substancia, 3 a 4 gr. de sulfato de cobre anhydro e 25 c. c. de acido sulfurico concentrado; quando se tratar de substancias organicas bastam 2 gr. de qualquer d'ellas.

Quando uma substancia organica contiver nitratos devem ser primeiramente eliminados pela lixiviação com a agua distillada, e depois de secca na estufa é que se submete ao tratamento pelo acido sulfurico, porque, de contrario, o nitrato era decomposto e o azote nitrico, em presença do hydrogenio nascente da substancia organica decompondo-se, transformava-se em ammoniaco, como temos observado em differentes experiencias a que temos procedido n'este sentido.

Quando o corpo contiver ammoniaco, sendo distillado em presença da magnezia calcinada, desprende-o, e fica simplesmente o azote organico que constitue a substancia.

Attendendo a todas estas particularidades, o methodo de Kjeldahl torna-se muito expedito e rigoroso.