Spalovací a destilační přístroj pro stanovení dusíku

JAROMÍR JANÁČEK, ČSZAV — Výzkumná stanice, Opava, JOSEF ŠPIDLA, ČSZAV — Vývojová dílna, Chvalkovice u Ivanovic na Hané

545.8 : 331.876.6

Přístroje pro stanovení dusíku v organickém materiálu s kapacitou nad 3000 analys ročně, se u nás nevyrábějí a proto některá pracoviště si sestavují přístroje podobného druhu sama podle svých potřeb a zkušeností.

Přístroj DE 20, vyvinutý v ČSZAV-Výzkumná stanice v Opavě, slouží k analyse dvaceti jednoduchých vzorků najednou (tzn. 10 duplicitních) a během pracovní směny zpracuje tři série.

Poněvadž se požaduje co největší přesnost, byla zvolena makrometoda podle Kjeldahla. I když je tato metoda při větší spotřebě chemikálií provozně poněkud nákladnější, dává přesnější výsledky a použitá skleněná aparatura je levnější.

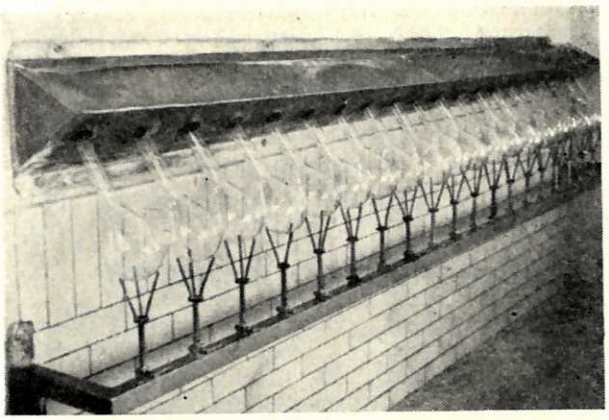
Jemně semletý vzorek (1,4010 g) se naváží do Kjeldahlovy spalovací baňky 750 ml, přidá se 8 g jemně rozetřeného K_2SO_4, smíchaného s CuO v poměru 200 : 1 a 20 ml H_2SO_4 konc. Celková doba spalování je asi 2 hodiny. Po zchladnutí a zředění vodou se z téže baňky destiluje amoniak po přidání 100 ml 40 % NaOH a dvou zrn kovového zinku do předlohy (kuželovitá baňka 300 neb 500 ml) se 100 ml H_3BO_3 0,15 %. Destilace je ukončena za 25 min.

Titruje se 0,1 N H_2SO_4 na indikátor TASHIRA, což má tu výhodu, že 1 ml 0,1 N H_2SO_4 f = 1,000 odpovídá při dané navážce 0,1 % dusíku původního vzorku.

Popis přístroje

Pro snadnější manipulaci a ke zvýšení přesnosti byla aparatura rozdělena na spalovnu a destilaci.

Pro spalovnu *(obr. 1)* je vyhrazena zvláštní místnost.



Obr. 1. Spalovna přístroje pro stanovení dusíku

Spalovací baňky se staví do třínožek z mosazného drátu (průměr 5 mm), nasazených na upravených Landmannových hořácích. Tyto hořáky jsou přišroubovány na nosnou trubku čtyřhranného profilu, kterou se zároveň přivádí topný plyn. Na stěnu nad třínožkami je upevněn trojboký hranol z dvoumilimetrového olověného plechu, opatřený 20 otvory, do nichž se zasunou hrdla spalovacích baněk po usazení do třínožek ke spalování. Olověný hranol ústí svou jednou dlouhou stěnou přímo do komína.

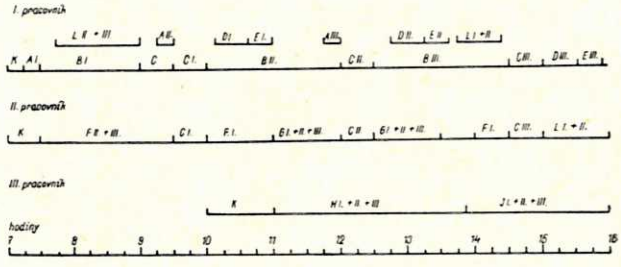
V komíně není ventilátor, poněvadž malá místnost, ve které je spalovna umístěna, má hermeticky uzavíratelné dveře a je v okně opatřena ventilátorem o příkonu 300 W, vhánějícím vzduch dovnitř místnosti. Tím vzniká v místnosti slabý přetlak, který napomáhá tahu komína. Zeď v prostoru spalovny je obložena stájovým kabřincem.

Obr. 2. Destilační aparatura přístroje pro stanovení dusíku

Destilační aparatura *(obr. 2)* je řešena v trubkovém rámu z ocelových tenkostěnných profilů, a je částečně uzavřena pláštěm z hliníkového plechu. Kjeldahlovy spalovací baňky stojí na třínožkách, podobně jako u spalovacího zařízení. Baňky jsou uchyceny za hrdlo péry z fosforového bronzu. Na baňku se nasazuje přestupník s dvojitým lapačem kapek, který je spojen v zadní části aparatury se skládaným Liebigovým chladičem, 300 mm, ve dvou místech uchyceným mosaznými třmeny. Tyto třmeny nesou celou skleněnou část destilace. Ohnuté prodloužení Liebigových chladičů (alonž) zasahuje do kuželovitých baněk na 500 ml, které stojí na svisle posuvných tácích vždy po pěti.

Zadní část aparatury (s chladiči) je od prostoru s hořáky oddělena hliníkovým plechem, takže se chladiče neohřívají sálavým teplem z hořáků a baněk. Kuželovité baňky ve spodní části jsou odděleny od prostoru hořáků tácem z novoduru, aby při prasknutí Kjeldahlovy spalovací baňky nemohl alkalický roztok vniknout do předlohy.

Přístroj je vybaven pojízdným visutým vozíkem s destilovanou vodou pro snadnější oplachování alonží po skončené destilaci.



Obr. 3. Harmonogram práce v dusíkárně

A — katalysátor + H_2SO_4, B — spalování, C — přenášení baněk, zředění vodou a přidávání louhu + Zn, D — destilace, E — titrace, F — navažování do Kjeldahlových baněk, G — vážení sušiny před sušením a po něm, H — mletí vzorků, J — mytí baněk, K — příprava a úklid, L — výpočty

Sušina: navážená z minulého dne dává se do sušárny ráno v 7.30 h.
Navažování: první série, navážené předešlý den
Výpočty: provádějí se o 2 série později
Mletí: provádí se předešlý den

Rozvod plynu, tlakové a odpadní vody z chladičů je proveden přímo v rámu, s ovládáním vně přístroje po levé straně.

Přístroj je dodatečně vybaven ochranným plexisklem v prostoru před baňkami (na obrázcích nezachyceno).

Spalné plyny z hořáků odcházejí při slabém přetlaku v místnosti děrovanou částí horního krytu a otvorem ve zdi do ovzduší. Tímto způsobem je zajištěna nezávadnost vzduchu v místnosti s destilací.

Při jednosměnném provozu obsluhují dusíkárnu tři zaměstnanci, z nichž jeden má zkrácenou pracovní dobu. První pracovník připravuje a kontroluje spalování a destilaci a provádí titraci, druhý vykonává veškerá vážení a pomáhá při výměně baněk, třetí mele vzorky a vymývá sklo. Práce podle harmonogramu předpokládá správné rozmístění přístrojů a dostatečnou mechanizaci laboratoře pomocí automatických byret, pipet apod. *(obr. 3)*.

Dusíkárna byla zkoušena ve 2 etapách, a to destilace zvlášť (složitější zařízení, větší možnost chyby) a posléze společně se spalovnou.

a) Destilační aparatura byla zkoušena 0,02 N $(NH_4)_2SO_4$ za přidání 10 ml 40%ního NaOH. Destilováno do 25 ml 0,5% roztoku H_3BO_3. U 36 zkušebních analys byla zjištěna střední chyba destilace $\pm$ 0,141 ml, což odpovídá $\pm$ 0,98 % ze zjištěného výsledku (vyjádřeno v bílkovinách $\pm$ 0,06 %).

Mimo normální úkony, prováděné při metodě podle Kjeldahla je tato chyba vyšší o chybu v pipetování 0,02 N $(NH_4)_2SO_4$, která zjišťována nebyla.

b) Celá dusíkárna byla kontrolována acetanilidem (20 analys) a kontrolním ječmenem (38 analys). Vyhodnocení bylo provedeno pro oba způsoby společně.

Střední chyba pro celou dusíkárnu je $\pm$ 0,179 ml, což odpovídá $\pm$ 1,14 % ze zjištěného výsledku (vyjádřeno v bílkovinách $\pm$ 0,11 % v původním vzorku).

Při sériové práci došlo pak ke 3,5 % hrubých chyb, tj. z 86 analys byly 3 analysy chybné. Jakkoliv jsou tato čísla příznivá, je možno popsanou aparaturou dosahovat ještě přesnějších výsledků a vyšší produktivity práce po zapracování obsluhujícího personálu.

Závěr

Byl popsán jednoduchý a přesný přístroj na stanovení dusíku makrometodou podle Kjeldahla, který zároveň vyhovuje hygienickým požadavkům pro práci v laboratoři. Přístroj je vhodný pro laboratoře stanic a výzkumných ústavů, zabývajících se problematikou bílkovin a dusíkatých látek v širokém měřítku.

Bližší podklady pro stavbu tohoto zařízení je možno si vyžádat u autorů.

Došlo do redakce 29. 4. 1959.

ПРИБОР ДЛЯ СЖИГАНИЯ И ДЕСТИЛЛЯЦИИ ПРЕДНАЗНАЧЕННЫЙ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА

В статье описывается простой и точно работающий прибор для определения азота по макрометоду Кьельдаля. Прибор отвечает всем требованиям санитарной техники, гигиены и безопасности труда. Прибор предназначен для лабораторий всех испытательных станций и институтов работающих в широкой области исследования белков и азотистых веществ.

VERBRENNUNGS- UND DESTILLATIONSAPPARAT ZUR STICKSTOFF-BESTIMMUNG

Es wird ein einfacher und präziser Apparat zur Stickstoffbestimmung mittels Kjeldahls Makromethode beschrieben, welcher zugleich den hygienischen Forderungen für die Arbeit im Laboratorium entspricht. Der Apparat ist für die Laboratorien der Forschungsinstitute geeignet, welche sich in grösserem Ausmass mit der Problematik der Eiweiss- und stickstoffhaltigen Stoffe befassen.

COMBUSTING AND DISTILLING APPARATUS FOR DETERMINATION OF NITROGEN

The article deals with a simple and reliable apparatus designed for the determination of nitrogen by the Kjeldahl's macromethod. The method meets all the requirements of the health protection regulations and secures good hygienic conditions in laboratories. The apparatus is very useful for research institutes and testing stations which have to analyse albumins and other compounds containing nitrogen.