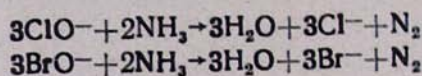


ԱՉՈՏԻ ՄԻԿՐՈ-ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՏԻՏՐԱՅԻՆ ԵՂԱՆԱԿՈՎ

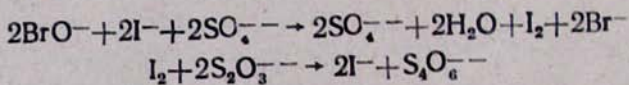
Բուսական օբյեկտների ուսումնասիրության ժամանակ, ինչպես հայտնի է, ազոտի քանակական որոշումը ունի խիստ կարևոր նշանակություն:

Մինչև այժմ ազոտի մակրո և միկրո-որոշումները կատարվում են կելդալի կլասիկ մեթոդով, որը հատկապես մասսայական միկրո-որոշումների ժամանակ հատուկ դժվարություն է ներկայացնում, քանի որ պահանջում է միկրոթորման առանձին ապարատներ և բավականաչափ ժամանակ՝ կատարողի կողմից:

Մի քանի հեղինակներ փորձել են փոխարինել վերոհիշյալ եղանակը: Այսպես, Թաց մոխրացումից հետո, համաձայն կելդալի մեթոդի, փոխանակ նախօրոք առաջացած ամիակը թորելու և որոշելու, համապատասխան լուծույթի օգնությամբ որոշում են անմիջապես տեղում առանց թորման: Ամիակը օքսիդացնում են հիպոքլորիդների կամ հիպոպրոմիտների շնորհիվ, ըստ հետևյալ ռեակցիայի՝



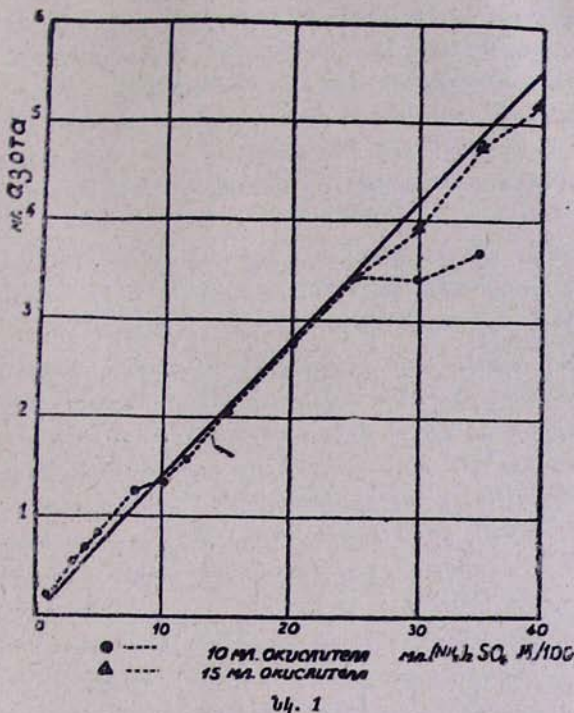
Այնուհետև օքսիդացնող նյութի ծախսը, որը համապատասխանում է տիտրվող ամիակի քանակին, չափվում է յոդոմետրիկ եղանակով:



Առաջին հայացքից, սկզբունքով և գործնական տեսակետից ազոտի որոշման այս նոր եղանակը շնայած պարզ է թվում, բայց լայն տարածում չի ստացել: Առաջին գլխավոր պատճառներից մե-

կը օքսիդացնող լուծույթների անկայուն լինելու հանգամանքն է, երկրորդ՝ օբյեկտի մեջ գտնվող ազոտի և օքսիդացնող լուծույթի բանակի օպտիմում հարաբերության ընտրությունը, երրորդ՝ միջավայրում գտնվող որոշ ծանր մետաղների ներկայությունը, որոնք խանգարում են որոշմանը:

Ազոտի և օքսիդացնող լուծույթի հարաբերությունը
(մաքուր հաճախին աղ)



Աղյուսակ 1

Ազոտի և օքսիդացնող լուծույթի հարաբերությունը
(մոխրացված օբյեկտ)

№	Կշռամասում ազոտ մգ.	Օքսիդացնող լուծույթ մլ.	Օքսիդացնող լուծույթ : մգ. ազոտ	Հայտնաբեր- վել է մգ. ազոտ 1 գր. նմուշում	Միակի տո- կոս պլյուս մինուս
1	0,8	5	6,2 : 1	9,3	-42
2	0,8	10	12, : 1	15,8	+2
3	0,8	25	31 : 1	16,5	-2

Ներկայումս, որոշ աշխատանքների շնորհիվ պարզվել է, որ թաց մոխրացման ժամանակ որպես կատալիզատոր միայն անդիկը և նրանց աղերն են, որ իրենց ներկայությամբ շեն խանգարում ամիակի բուն որոշմանը: Մյուս կողմից օքսիդացնող լուծույթների անկայունությունը վերացնելու համար ոմանք կալցիում հիպոքլորիդի և քլորամին T-ի կայուն լուծույթների շնորհիվ ազդում են համապատասխան նյութերի վրա և միջավայրում առաջացնում թարմ հիպոբրոմիդ, որը օքսիդացնում է ամիակը (2,3): Ուրիշները՝ օքսիդացնող լուծույթներում նատրիում բրոմիդի մեծ ավելացուկ են տալիս, նրանց կայունությունը ավելացնելու և անդիկի աղերի միջամտությունը վերացնելու համար (4): Ոմանք էլ կայուն օքսիդացնող լուծույթ են պատրաստում նատրիում հիդրոքսիդի և բրոմի շնորհիվ (5): Առհասարակ վերը հիշատակված այս նոր եղանակներում, օքսիդացնող լուծույթի մեծ ավելցուկներ են օգտագործվում:

Այսպիսով, տիտրացիոն եղանակով ազոտի մակրո և միկրո որոշման մի շարք մեթոդներ են հրապարակ եկել, որոնք իրենց առավելությունների հետ ունեն նաև բացասական կողմեր:

Նպատակ ունենալով տիտրացիոն եղանակով ազոտի միկրո որոշումներ կատարել մեր աշխատանքների համար ուսումնասիրեցինք տարբեր մակրո և միկրո մեթոդներ, միավորելով նրանց դրական կողմերը՝ մի առանձին միկրո եղանակ կազմելու համար: Այդ կապակցությամբ որոշ հետազոտություններ տարվեցին օրյեկտի մոխրացման եղանակը ճշտելու, ինչպես նաև նմուշի ազոտի քանակի և օքսիդացնող լուծույթի օպտիմում հրաբերությունը որոշելու ուղղությամբ:

Օրյեկտի թաց մոխրացումը կատարել ենք սնդիկի ներկայությամբ: Մեր կողմից կատարված մակրո և միկրո մոխրացման փորձերով պարզվել է, որ երկու դեպքերում էլ սխալի տոկոսը նույնանման է:

Ամիակի միկրո քանակները օքսիդացնելու համար բրոմի և նատրիումի հիդրոքսիդից պատրաստել ենք հատուկ լուծույթ, որը ուրիշ հեղինակներ օգտագործել են մակրո որոշումների ժամանակ (5): Նկատելով, որ ավյալ հեղինակները իրենց որոշումների համար օքսիդացնող լուծույթի մեծ ավելցուկ են օգտագործում, որը անխուսափելիորեն մեծ քանակությամբ տխտրած լուծույթ է ծախսում, անհրաժեշտ եղավ ճշտելու ազոտի տարբեր միկրո քանակների համար օքսիդացնող լուծույթի օպտիմալ ծավալը:

Այսպես, մաքուր հանքային աղի մեջ ամիակը օքսիդացնելու համար, նկատվել է, որ մինչև 3,5 մգ, ազոտի առկայության ժամանակ հարկավոր է 10 մլ օքսիդացնող լուծույթ օգտագործել: Ազոտի ավելի մեծ քանակների համար օքսիդացնող լուծույթի ծավալը նույնպես պետք է ավելացնել (նկ. 1): Ընդհակառակը, բուսական օրջեկտի մոխրացումով ստացված նմուշների մեջ ազոտի նույն քանակների համար, օքսիդացնող լուծույթի ավելի մեծ ծավալներ են հարկավոր (աղ.1): Այսպես, առաջին դեպքում, եթե 1 մգ ազոտի համար առավելագույնը անհրաժեշտ է մոտ 3 մլ օքսիդացնող լուծույթի, երկրորդի ժամանակ անհրաժեշտ է 10—12 մլ:

Այսպիսով, հենվելով մեր աշխատանքների վրա, բուսական օրջեկտների մեջ տիտրացիոն եղանակով ազոտի միկրո որոշում հնարավոր է կատարել հետևյալ ձևով:

Մինչև 1 մգ ազոտ պարունակող կշռամասը միկրո մոխրացման է ենթարկվում 50 կամ 100 մլ կելդալի կոլբայում, մոտ 0,1 գր սնդիկ, 2—3 գր K_2SO_4 -ի և 5 մլ H_2SO_4 ($d=1,84$) ներկայությամբ: Մոխրացումից հետո կոլբայի պարունակությունը զգուշությամբ, թորած ջրի օգնությամբ տեղափոխվում է ապակյա խցանով օժտոված 250 մլ կոլբայի մեջ, որտեղ 30 տոկոս $NaOH$ -ի լուծույթի միջոցով, մեկից երկու կաթիլ մեթիլ-րոտի (0,5 % լուծույթ) ներկայությամբ շեղոբացվում է:

Եթե նմուշը ավելի շատ ազոտի քանակ է պարունակում, մոխրացումից հետո կոլբայի պարունակությունը տեղափոխվում է չափիչ կոլբայի մեջ, որտեղից համապատասխան ծավալ է վերցվում այն հաշվով, որ մինչև մեկ մգ ազոտ պարունակի: Չեղոբացնելուց հետո, հիմնային միջավայր է ստեղծվում մեկից երկու կաթիլ հիմքի ավելցուկով: Կոլբայի պարունակությունը ջրի հոսանքի տակ սառեցնելուց հետո, միկրոբյուրետից ավելացվում է ուղիղ 10 մլ օքսիդացնող լուծույթ և նմուշը մի երկրորդ կույր նմուշի հետ միասին, որը միայն 10 մլ օքսիդացնող լուծույթ է պարունակում, 10 բույս պահվում է մութ տեղում: Այնուհետև յուրաքանչյուրի մեջ ավելացվում է 20 մլ H_2SO_4 2N և 10 մլ թարմ KI -ի 10 %-անոց լուծույթ: Ազատված յոդը տիտրվում է հիպոսուլֆիտի $N/10$ լուծույթով սկզբում մինչև դեղին գունավորում, այնուհետև օսլայի ներկայությամբ մինչև կապույտ գույնի անհետացումը:

Օքսիդացնող լուծույթը պատրաստվում է հետևյալ ձևով՝ 16 գր բիմ-մաքուր նատրիում հիդրօքսիդը լուծվում է 40 մլ թորած ջրի մեջ: Լուծույթը սառեցնելուց հետո, նրա մեջ բյուրետայինց ավելացվում է ուղիղ 4 մլ բրոմ: Այնուհետև ստացված լուծույթը թո-

բած ջրով հասցվում է մեկ լիտրի: Լուծույթը պահվում է ապակյա
խցանով օժտված մուգ շշում, մութ պահարանի մեջ:

Նմուշի մեջ ազոտի քանակը հաշվվում է հետևյալ ձևով:

$$A = 0,4662 (B_1 - B_2),$$

որտեղ՝ A —մգ ազոտ կշռամասում

B_1 կույր նմուշի վրա ծախսված մլ $N/10$ հիպոսուլֆիտի ծա-
վալը:

B_2 —հետազոտվող նմուշի վրա ծախսված հիպոսուլֆիտի
ծավալը:

Ստացված ազոտի քանակը, հնարավոր է արտահայտել տար-
բեր ձևերով.

Գ Ր Ա Կ Ա Ն ՈՒ Թ Յ ՈՒ Ն

Smith W. T. Jr., Wagner W. F. and Patterson J. *Analyt. Chem.*, v. 34—
№ 5, 1962.

Kolthoff I. M., Stenger W. A. *Ind. Eng. Chem. Analyt. Ed.* 7—1935.

Fric Fridrich *Biologia* XVI № 12, 1961.

Броматометрическое определение. Одесск. Универс., химфак., вып. 2, 1961.

Hashui M. N., Ehsan A. and Umar M. *Analyt. Chem.*, V. 34—№ 8—196

А. Д. ДОГРАМАДЖЯН, Г. С. АРУТЮНЯН

МИКРООПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА МЕТОДОМ ТИТРАЦИИ

(Краткое содержание)

В растительных объектах количественное определение азота производится микро- или макрометодами Кельдаля, затрудненными необходимостью перегонки аммиака. Некоторые авторы получаемый при макросжигании аммиак не перегоняют, а прямо титруют в растворе. Титрование основывается на окислении аммиака с гипохлоридами и гипобромидами. Метод этот по своему принципу простой, но применение его затруднительно:

- 1) неустойчив окислитель аммиака;
- 2) соотношение между количеством азота в объекте и окисляемым раствором не всегда оптимальное;
- 3) присутствие некоторых металлов в титруемом растворе мешает.

Для устранения этих недостатков нами было проведено большое количество опытов с разными вариантами. Выяснилось, что мокрое сжигание объекта необходимо проводить только в присутствии ртути или солей ртути. Употребляя бром и гидроксид натрия, получили устойчивый раствор гипобромида и между этим определяли оптимальное соотношение окисляющих раствором с количеством азота в объекте. Так, например, если в чистых азотсодержащих препаратах для 1 мг азота требуется всего 3 мл окислителя, то для растительных объектов при мокром сжигании для 1 мг азота требуется не менее 10—12 мл окислителя.

Нами предлагается следующий титрационный метод для определения азота: до 1 мг азотсодержащая навеска подвер-

гается мокрому сжиганию в присутствии 0,1 г ртути, 2—3 г K_2SO_4 и 5 мл концентрированной серной кислоты. После сжигания содержимое колбы Кельдаля переносится в эрленмейеровскую колбу с притертой пробкой, где производится нейтрализация 30%-ным едким натрием в присутствии нескольких капель 0,5%-ного метилрота. После нейтрализации раствор охлаждается до комнатной температуры, прибавляется 10 мл окислителя и вместе с контролем ставится на 10 мин. в темное место, после чего добавляется 20 мл 2N серной кислоты, 10 мл 10%-ного йодистого калия. Освобождающийся йод титруется 0,1N гипосульфидом в присутствии 1%-ного крахмала. Разница израсходованных растворов гипосульфита на опыт и на контроль умножается на 0,4662, получается количество миллиграммов азота в навеске.