

Лабораторная работа

Мокрое озоление растительного материала по Гинзбург в модификации Мещерякова

Цель занятия: изучить методику мокрого озоления растительного материала по Гинзбург в модификации Мещерякова.

Значение метода. В основу метода положены реакции гидролиза и окисления органических веществ растений смесью серной и хлорной кислот в соотношении 10:1 при нагревании. Основным окислителем является хлорная кислота (HClO_4).

Безазотистые органические вещества окисляются до воды и углекислоты, высвобождая зольные элементы в виде оксидов. Азотсодержащие органические соединения гидролизуются и, в конечном счёте, окисляются до воды и углекислоты, освобождают азот в виде аммиака, который немедленно связывается серной кислотой.

Таким образом, в растворе находятся зольные элементы в виде оксидов и азот в форме сернокислого аммония и аммонийной соли хлорной кислоты.

Метод мокрого озоления исключает потери азота, фосфора и калия в виде их оксидов, так как растительное вещество озоляется при температуре 332°C . Это температура кипения серной кислоты, у хлорной кислоты значительно меньшая температура кипения (121°C).

Необходимо помнить, что при добавлении избытка хлорной кислоты в процессе озоления происходят значительные потери азота (до 50%).

Ход анализа. Навеску размолотого воздушно-сухого растительного материала 0,2-0,5 г, взятую на аналитических весах с точностью до $\pm 0,0001$ г, помещают в колбу Кьельдаля.

Навески в колбах Кьельдаля заливают смесью серной и хлорной кислот в объёме 5,0-10,0 cm^3 (соотношение 10:1) и тщательно перемешивают круговым вращением колбы, осторожно встряхивая и не допуская оседания навески на стенках колбы. Оставляют колбы в лотке на 1,5-2 часа (можно на ночь) для первичного озоления растительного материала при комнатной температуре.

После этого колбы устанавливают на нагревательные приборы для дальнейшего озоления и нагревают на слабом огне до образования однородной коричнево-бурой массы.

Температуру озоления повышают до слабого кипения раствора и продолжают озоление до полного его обесцвечивания.

Если раствор продолжает оставаться окрашенным в жёлтый или тёмно-бурый цвет, колбы охлаждают, добавляют 2-3 капли хлорной кислоты и продолжают нагревание. Количество хлорной кислоты, добавленное сверх указанной нормы, ускоряет процесс озоления, но приводит к существенным потерям азота в пробе.

Параллельно проводят контрольное озоление исходных реактивов без растительной пробы в аналогичном режиме.

После окончания озоления колбы Кьельдаля охлаждают на воздухе, затем в них приливают 10 см^3 дистиллированной воды и после перемешивания содержимого вновь охлаждают, доливают около 60 см^3 горячей дистиллированной воды.

Раствор из колбы Кьельдаля количественно переносят в мерную колбу на 100 см^3 . При этом колбу Кьельдаля многократно промывают небольшими (около 5 см^3) порциями горячей дистиллированной воды, сливая промывные воды в мерную колбу. После охлаждения объём в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой и после этого, закрыв пробкой, перемешивают.

В растворе определяют общий азот, фосфор и калий по соответствующим методикам.