

TADEUSZ GARBULIŃSKI

UPROSZCZONE OZNACZANIE CAŁKOWITEGO AZOTU
W OPARCIU O GAZOMETRYCZNĄ METODĘ KLISIECKIEGO

Z Zakładu Chemii Fizjologicznej W. S. R. we Wrocławiu
Kierownik: z-ca prof. dr Fr. Wandokanty

Sposób oznaczeń gazów krwi opracowany przez Klisieckiego, a zastosowany również do oznaczenia azotu mocznika (*Garbuliński*) jest przydatny także do badań azotu całkowitego w oparciu o reakcję amoniaku z podbrominem. Posiada on walory, których brakuje metodom typu Kowarskiego i góruje nad dotychczas stosowanymi objętościowymi metodami badania gazów, często większą dokładnością wyników, a nade wszystko prostotą i szybkością dokonywania oznaczeń.

Dane metodyczne i opis naczynka, w którym oznaczamy azot, podano w poprzedniej pracy, poświęconej badaniu zawartości mocznika w moczu [1].

WYKONANIE OZNACZENIA

Odczynniki: a) do spalania badanych substancji: stężony H_2SO_4 , K_2SO_4 w substancji, selen w proszku, H_2O_2 .

U w a g a: nie stosować $CuSO_4$ ani innych katalizatorów wypierających brom z podbrominu,

b) do wyparcia azotu z siarczanu amonu: 1) podbromin (30% NaOH + brom w stos. 10 : 1), 2) 30% NaOH.

Spalań dokonywać w kolbkach Kjeldahla. Do 1 ml krwi lub innych badanych ciał, dodać 2 ml stężonego H_2SO_4 , kilka kryształów K_2SO_4 celem podwyższenia punktu wrzenia oraz małą szczyptę selenu. Po zwęgleniu (szernieniu) mieszaniny na małym płomieniu, dodać 2 krople H_2O_2 i płomień maksymalnie zwiększyć. Pod koniec spalania tj. po zupełnym przejaśnieniu płynu, dodać ponownie 2 krople H_2O_2 . Siarczan amonu powstały podczas spalania w kwasie siarkowym 10-krotnie rozcieńczyć. Zawartość kolby po spaleniu przenieść ilościowo do miarowej kolbki 10 ml i uzupełnić wodą dest. do kreski. Dopiero z tego roztworu pobrać 0,5 ml do oznaczenia azotu za pomocą podbrominu.

Oznaczenia — jak już wspomniano — przeprowadza się w naczynku opisanym poprzednio [1]. Do większego pojemnika wprowadza się za pomocą pipety z wydłużonym końcem 0,5 ml podbrominu, a następnie na podbromin nawarstwa się 1,5 ml 30% NaOH. Do pojemnika mniejszego daje się 0,5 ml badanego roztworu.

Reakcja podbrominu z siarczanem amonu pomieszany z kwasem siarkowym, musi odbywać się w nadmiarze stężonego ługu, gdyż w przeciwnym razie podbromin pod wpływem kwasu siarkowego ulega rozkładowi z wydzieleniem wolnego bromu. Z tego powodu po wprowadzeniu podbrominu do naczynka świeżo przemytego wodą destylowaną, należy znajdujące się w większym pojemniku ślady wody dokładnie zmieszać z podbrominem, gdyż w przeciwnym razie na powierzchnię stężonego ługu — po nawarstwieniu go na podbromin — wypłynie lżejsza warstewka pewnej części podbrominu rozcieńczonego wodą. Ta ilość, w chwili zetknięcia z roztworem kwasu siarkowego, może stać się źródłem wolnego bromu. Normalnie, dolna warstwa żółtego podbrominu jaskrawo się oddziela od górnej warstwy bezbarwnego ługu. Zmieszanie zawartości naczynka winno się odbyć szybko. Trzymając za koniec pipety miarowej, najpierw należy przelać badany roztwór do ługu nawarstwowanego na podbromin, a następnie przechylając naczynko raz w jedną to znów w przeciwną stronę, zmieszać dokładnie całą zawartość. W wyniku winno się uwzględnić współczynnik redukcji objętości gazu dla 0°C, 760 mm Hg i suchości, który wynosi około 0,9. Tabelę dokładnych współczynników podają różne źródła metodyczne [2].

1 g azotu zajmuje objętość 800 ml, tak więc znaną objętość łatwo można przeliczyć na jednostki wagowe.

Przykład: oznaczenie zawartości azotu w 1 ml osocza krwi. — W miarowej pipecie kropla przesunęła się o 0,65 ml. Wynik ten mnożymy przez 20, ponieważ do badania pobrano 0,5 ml roztworu siarczanu amonu 10-krotnie rozcieńczonego po spaleniu 1 ml osocza, a następnie przez współczynnik, który dla 16°C i 756 mm Hg wynosi 0,9228, oraz dzielimy przez 800.

$$X = \frac{0,65 \cdot 20 \cdot 0,92}{800} = 0,01495 \text{ g azotu.}$$

PIŚMIENNICTWO

1. Garbuliński T.: Acta Physiol. Pol. 1960, 2, 335.
2. Hoppe-Seyler/Thierfelder: Handbuch der physiologisch- und pathologisch-chemischen Analyse — Allgemeine Untersuchungsmethoden, II Teil, 1955, 2, 304.
3. Klisiewicz A.: Acta Physiol. Pol., 1956, 2, 229.

Otrzymano: 30. 7. 1960.

Adres autora: Wrocław, W. S. R., ul. Norwida 25.

