

Н. Ф. КОМШИЛОВ

### НЕКОТОРЫЕ УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ СПОСОБА КЪЕЛЬДАЛЯ

При выполнении элементарного анализа органических соединений для определения количества азота классическим считается способ французского химика Ж. Дюма, предложенный в 1830 г.

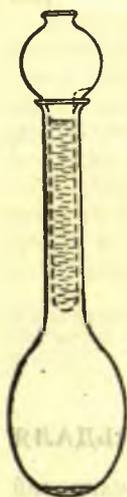
Способ Дюма заключается в том, что отвешенное на аналитических весах вещество сжигается в струе углекислого газа в трубке, наполненной окисью меди. При этом над раскаленной окисью меди углерод окисляется до углекислого газа, водород — до воды, а азот выделяется в виде газа, собираясь над крепким раствором едкого калия и определяется по объему. Некоторое количество окислов азота, которое образуется при выходе из раскаленной зоны, полностью восстанавливается в азот, проходя через специальную раскаленную спираль из восстановленной медной проволоки.

При анализе на азот пищевых продуктов и кормов широкое применение получил способ датского химика Къельдаля, предложенный в 1883 г. Этот способ состоит в том, что действием кипящей концентрированной серной кислоты органическое вещество разрушается, углерод окисляется в углекислый газ, а азот при этом переходит в аммиак, образующий с серной кислотой аммиачную соль. Серноокислый аммоний разлагается кипячением с избытком щелочи, выделяющийся аммиак поглощается титрованным раствором кислоты, избыток которой определяется титрованием щелочью.

Способ Къельдаля не является столь универсальным, как способ Дюма. Он не пригоден для анализа соединений, в которых азот связан с кислородом, но прост в выполнении и позволяет применять его в массовых анализах. В этом главное преимущество способа Къельдаля.

По точности способ Къельдаля не уступает другим методам. Недостатком его является необходимость производить разрушение вещества под сильной тягой, особенно в том случае, если проводится серия анализов. При этом как бы аккуратно ни велись анализы, образующиеся пары серной кислоты и серного ангидрида воздействуют на людей и портят оборудование. Нередки случаи, когда при интенсивном нагревании малых навесок с малым количеством серной кислоты последняя полностью выкипает.

Мы предлагаем усовершенствование способа Къельдаля, которое в некоторой степени ликвидирует эти недостатки. Речь идет о снабжении колбы Къельдаля специальным холодильником, наполненным концентри-



рованной серной кислотой. Этот холодильник помещается в горловине колбы. Он делается в виде пробирки, имеющей диаметр несколько меньше, чем горловина колбы. В горловине холодильник удерживается шарообразным вздутием, которое он имеет в своей верхней части. Чтобы пробирку-холодильник не подбрасывало внезапно образующимися парами, в основании шарика делается небольшая полусферическая выемка, обеспечивающая неплотное прилегание шарика к краям горловины колбы.

В течение всего времени, которое требуется на обработку вещества серной кислотой, пары серной кислоты, встречая на своем пути более холодные стенки холодильника, возвращаются обратно в колбу и не отравляют окружающий воздух.

Колба Кьельдаля должна помещаться на колбонагревателе в наклонном положении, под углом  $30^\circ$ , для того чтобы конденсат не падал на раскаленное дно, а спокойно стекал по стенке. Для крепления колбы в таком положении можно применять самые разнообразные металлические зажимы с асбестовой прокладкой.

Применение такого простого усовершенствования позволяет обрабатывать очень малые навески. Последнее обстоятельство влечет за собой экономию времени и реактивов.

Мы обрабатывали навески вещества порядка 0,03 г, на что расходовалось 3—4 мл концентрированной серной кислоты.

Лаборатория лесохимии  
Института леса Карельского  
филиала АН СССР

Поступила в редакцию  
25/IX 1957