

Міністерство освіти і науки України  
Сумський державний університет  
Шосткинський інститут Сумського державного університету  
Фармацевтична компанія «Фармак»  
Управління освіти Шосткинської міської ради  
Виконавчий комітет Шосткинської міської ради

# ОСВІТА, НАУКА ТА ВИРОБНИЦТВО: РОЗВИТОК ТА ПЕРСПЕКТИВИ

## МАТЕРІАЛИ III Всеукраїнської науково-методичної конференції

(Шостка, 19 квітня 2018 року)



Суми  
Сумський державний університет  
2018

## РОЗРОБКА МЕТОДИКИ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АЗОТУ В НІТРАТІ КРОХМАЛЮ

С.Д.Тищенко , В.К. Лукашов

Шосткинський інститут Сумського державного університету

khtms@ishostka.sumdu.edu.ua

Нітрат крохмалю є похідним полісахаридів крохмалю, аналогічно до нітрату целюлози, який є похідним полісахариду целюлози. Обидва полісахариди мають однакову хімічну формулу, що виражає їх хімічний склад, але різну структуру макромолекул.

За своїми властивостями нітрат крохмалю являє собою полімерну вибухову речовину, яка може використовуватися за тим же призначенням, що й нітрат целюлози. Його властивості залежать від ступеню заміщення гідроксильних груп у ланках молекулярного ланцюга нітратними групами, який виражається вмістом азоту. Однак, якщо для нітратів целюлози методики визначення вмісту азоту добре відпрацьовані, то для нітрату крохмалю відомості про такі методики відсутні.

У зв'язку з цим була визначена мета даної роботи – розробити методику визначення вмісту азоту в нітраті крохмалю використовуючи методи, які застосовують для нітратів целюлози.

Найбільш точним методом визначення вмісту азоту в нітраті целюлози є нітрометричний метод (метод Лунге) [1]. Він заснований на виділенні азотної кислоти при розкладанні нітрату целюлози сірчаною кислотою. Азотна кислота, що утворюється, взаємодіючи з металічною ртуттю, відновлюється до оксиду азоту, об'єм якого пропорційний вмісту азоту в нітраті целюлози. В даний час цей метод практично не використовується через необхідність працювати з великою кількістю ртуті, яка є дуже небезпечною.

Основним методом визначення вмісту азоту у виробництві нітратів целюлози є калориметричний метод, заснований на вимірюванні кількості теплоти вибухового перетворення з наступним розрахунком вмісту азоту за емпіричними залежностями [1]. Однак для його використання необхідне досить складне обладнання (калориметрична установка) і у зв'язку з тим, що це не прямий метод, для визначення вказаної залежності у використанні до нітрату крохмалю, необхідна наявність іншого, достатньо точного калібрувального методу визначення вмісту азоту.

Існують інші методи визначення вмісту азоту в нітратах целюлози: інфрачервоної спектроскопії, титрометричний з омиленням нітрату целюлози у присутності слабких розчинів лугів, феросульфатний. Однак перший з них важкий у використанні через складність обладнання, другий – характеризується довгою тривалістю [2]. Для визначення вмісту азоту в нітраті крохмалю був обраний простий та доступний феросульфатний метод [3]. Він заснований на омиленні нітрату крохмалю концентрованою сірчаною кислотою та відновленні утвореної азотної кислоти розчином сульфату заліза (II) до оксиду азоту, який з надлишком розчину утворює комплексну сполуку,  $\text{Fe}(\text{NO})\text{SO}_4$  яка забарвлює розчин в жовто-рожевий колір.

Зразок нітрату крохмалю для відпрацювання методики визначення вмісту в ньому азоту отримали за допомогою нітрації крохмалю сумішшю азотної та сірчаної кислот з наступною стабілізацією кип'ятінням в кислому та лужному середовищах. Одержаний нітрат крохмалю промивали водою до нейтральної реакції та сушили до постійної маси.

Аналіз нітрату крохмалю проводили наступним чином. Наважку 0.12 г нітрату крохмалю поміщали в колбу, заливали 25 см<sup>3</sup> охолодженої сірчаної кислоти та витримували до повного розчинення нітрату крохмалю. Отриманий розчин титрували

розчином сульфату заліза (II) з постійним охолодженням колби з розчином до зміни кольору з жовтого на жовто-рожевий. Вміст азоту розраховували за формулою

$$N = \frac{V \cdot T}{M} \cdot 100\%$$

де V-об'єм розчину сульфату заліза (II), витраченого на титрування, см<sup>3</sup>; T-титр розчину сульфату заліза (II), визначений за нітратом калію, г/см<sup>3</sup>; M-наважка нітрату крохмалю, г.

В результаті аналізу було встановлено, що отриманий зразок нітрату крохмалю містить N=12.85% азоту. Стандартна похибка (середньоквадратичне відхилення) визначення вмісту азоту складає S=0.4% (при 11 дослідах), відносна похибка

$$S_{\text{відн}} = \frac{\sigma}{N} = 3.1\%$$

Проведені калориметричні дослідження отриманого зразка нітрату крохмалю з визначенням його питомої теплоти згоряння та перерахунком на вміст азоту за формулою, яка використовується для нітрату целюлози, показали достатньо близькі значення вмісту азоту, що дорівнює 13%.

#### Список літературних джерел

1. Гиндич В.И., Забелин Л.В., Марченко Г.Н. Производство нитратов целлюлозы.- М.:ЦНИИНТИ, 1984.-332 с.
2. Сопин В.Ф., Гатина Р.Ф., Хауринов А.И. и др. Методы определения азота в нитратах целлюлозы//Бутлеровские сообщения.-2006.-Т.10, №7.- с 64-69.
3. Галицкая И.М., Дубина В.Ф., Шидяков С.Н. Методы получения, анализа и испытаний нитратов целлюлозы. Лабораторный практикум.-М.: ЦНИИНТИ, 1990.-148 с.