

А. А. Абрамян и М. А. Балян

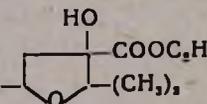
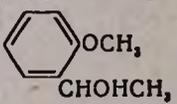
## $\text{Co}_3\text{O}_4$ как катализатор сжигания при определении углерода и водорода в органических соединениях

Оксид кобальта нашла широкое применение в качестве катализатора сжигания. Вечержа и сотрудники сжигают вещество в платиновой лодочке или кварцевой пробирке в кварцевых трубках сжигания в токе кислорода при  $600-700^\circ$  в присутствии окиси кобальта, обычно осажденной на асбесте или корунде [1—6]. Хорошие результаты получаются при смешивании с навеской 30—50 мг  $\text{Co}_3\text{O}_4$ . Окислы азота, образующиеся при сжигании азотсодержащих веществ, поглощаются с помощью  $\text{MnO}_2$ .

В настоящем сообщении описываются видоизменения этого способа, упрощающие технику выполнения анализа и приготовление катализаторов сжигания. Вместо катализатора, используемого Вечержа ( $\text{Co}_3\text{O}_4$ ), осажденного на корунде, нами используются гранулы чистого  $\text{Co}_3\text{O}_4$ . Кроме того, навеска сжигаемого вещества не смешивается с катализатором, что упрощает выполнение анализа. Однако в этих условиях для полного сгорания вещества оказалось необходимым повысить температуру сжигания до  $800-900^\circ$ . Вещество при высокой температуре и невысокой концентрации кислорода подвергается термическому разложению. В результате этого получают активные осколки [7], которые в дальнейшем смешиваются с кислородом и при прохождении через слой катализатора количественно подвергаются окислению. Если органические вещества в своем составе содержат азот, то окислы азота, образующиеся при сжигании, поглощаются вне трубки в особых поглотительных аппаратах силикагелем, пропитанным серноокислым раствором  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  [8]. Применение указанных видоизменений дает хорошие результаты в тех случаях, когда способ Коршун—Климовой [9] не дает удовлетворительных данных.

*Методика проведения анализа.* Навеску вещества (3—5 мг) в кварцевой пробирке помещают в трубку сжигания длиной 500—600 мм с внутренним диаметром 11—12 мм и с боковым отводом для доступа кислорода. Трубка наполняется следующим образом: в носике трубки помещают асбестовую пробку толщиной 2—3 мм, затем колбаску из серебряной сетки длиной 50 мм для поглощения галогенов и окислов серы и снова 2—3 мм асбестовой пробки, затем гранулы  $\text{Co}_3\text{O}_4$  длиной в 100 мм, приготовленные способом Вечержа [2]; слой  $\text{Co}_3\text{O}_4$  оканчивается асбестовой пробкой толщиной 2—3 мм. К носику трубки сжигания непосред-

Таблица

Вещества	Навеска в мг	С в %			Н в %		
		вычис- лено	найде- но	разни- ца	вычис- лено	найде- но	разни- ца
Сахароза	3,452 4,021	42,12	42,18 41,94	+0,06 -0,18	6,48	6,34 6,55	-0,14 +0,07
$\text{ClCH}_2\text{COOH}$	4,249 4,079	25,39	25,31 25,29	-0,08 -0,10	3,03	3,31 3,19	+0,31 +0,16
$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCH}(\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2)\text{C}\equiv\text{CCH}=\text{CH}_2$	4,597 4,612	81,35	81,31 81,60	-0,02 +0,25	10,73	10,55 10,53	-0,18 -0,23
$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCH}(\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5)\text{C}\equiv\text{CCH}=\text{CH}_2$	5,161 4,264	84,58	84,80 84,51	+0,22 -0,07	9,25	9,12 8,95	-0,13 -0,30
	3,924 4,547	59,40	59,64 59,62	+0,24 +0,22	8,91	8,93 8,88	+0,02 -0,03
$(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)\text{ClCH}_2\text{Cl}$	3,009 3,161	36,08	36,02 36,12	-0,06 +0,04	4,03	4,23 4,30	+0,20 +0,27
$(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CClCH}_3, \text{J}^-$	3,459 2,890	33,16	33,22 33,32	+0,06 +0,16	5,87	6,07 5,96	+0,20 +0,09
$\text{S}(\text{CH}_2\text{COOC}_4\text{H}_9)_2$	3,851 4,082	54,90	54,96 54,94	+0,06 +0,04	8,43	8,24 8,38	-0,19 -0,05
$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCH}(\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2)\text{CH}=\text{NCH}=\text{CH}_2$	3,381 3,834	80,45	80,65 80,59	+0,20 +0,14	11,73	11,59 11,52	-0,14 -0,21
	4,540 4,409	46,76	46,89 46,64	+0,13 -0,12	4,76	4,78 5,00	+0,02 +0,24

ственно присоединяется аппарат для поглощения воды и двуокиси углерода. Вода поглощается ангидридом, двуокись углерода—аскари- том, а окислы азота—силикагелем, пропитанным насыщенным серно- кислым раствором  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  [8]. Все поглотительные аппараты—типа Прегля—Коршун. Сожжение ведут при  $800\text{--}900^\circ$ , а катализатор сожжения и серебро нагревают до  $700^\circ$ .

Подготовку к анализу, сожжение и вытеснение продуктов сож- жения из трубки проводят как обычно. Органические соединения сжигают в токе кислорода со скоростью  $25\text{--}30$  мл/мин. Одного на- полного катализатора достаточно для  $150\text{--}160$  сожжений. После от- ключения подготовительного аппарата от трубки сожжения на пятой минуте взвешивают поглотительный аппарат для воды, а на седьмой— для двуокиси углерода. Продолжительность анализа  $35\text{--}40$  минут. Точность определения углерода и водорода  $\pm 0,30\%$ . Полученные дан- ные приведены в таблице.

## Л И Т Е Р А Т У Р А

1. *L. Synek, M. Večeřa*, Chem. Listy 51, 1551 (1957); Coll. Czech. Chem. Communs. 23, 331 (1958); *M. Večeřa, L. Synek*, Coll. Czech. Chem. Communs. 23, 1202 (1958); 24, 3402 (1959); Chem. Listy 51, 2266 (1957).
2. *M. Večeřa, L. Synek*, Mikrochim. Acta 1980, 208.
3. *M. Večeřa*, Coll. Czech. Chem. Communs. 28, 2298, 2308 (1961); Mikrochim. Acta 1982, 891, 896.
4. *M. Večeřa, F. Vojtech, L. Synek*, Coll. Czech. Chem. Communs. 25, 93 (1960).
5. *M. Večeřa, D. Šnobl, L. Synek*, Mikrochim. Acta 1981, 370.
6. *M. Večeřa, J. Lakomy, L. Lechar*, Coll. Czech. Chem. Communs. 27, 1033 (1962).
7. *В. А. Климова, Т. А. Антипова*, ЖАХ 16, 343 (1961).
8. *М. О. Коршун, Н. Э. Гельман*, Новые методы элементарного анализа. АН СССР, Москва—Ленинград, 1949.
9. *М. О. Коршун, В. А. Климова*, ЖАХ 4, 292 (1949).