

НОВЫЙ ВАРИАНТ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА ПО ДЮМА-ПРЕГЛЮ

А. А. АБРАМЯН, А. Х. ХАНЗАДЯН и А. С. ТЕВОСЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван
 Армянский педагогический институт им. Х. Абовяна, Ереван

Поступило 9 X 1975

Предложен новый вариант метода Дюма-Прегля для определения азота в органических соединениях, по которому навеску вещества сжигают в маленькой кварцевой пробирке в присутствии перманганата калия. Продолжительность анализа 25—30 мин. Ошибка определения ± 0.15 абс. %.

Рис. 1, табл. 2, библиографические ссылки 2.

Наши исследования [1, 2] в области определения азота в органических соединениях по методу Дюма-Прегля привели к разработке нового варианта, по которому к навеске добавляется 25—30 мг порошка перманганата калия, являющегося источником кислорода и окислителем. Этим устраняется необходимость создания переменного наполнения в трубке для сжигания, упрощается техника выполнения анализа, сокращается продолжительность анализа, а самое главное, обеспечивается количественное окисление соединений, имеющих сложное строение, что не всегда возможно при применении метода Дюма-Прегля.

Настоящее исследование также имеет целью сокращение продолжительности и упрощение техники выполнения анализа по методу Дюма-Прегля.

Известно, что в методе Дюма-Прегля роль слоя окиси меди переменного наполнения трубки, а также следующего за ней слоя постоянного наполнения заключается в основном в окислении органического соединения, слой же CuO постоянного наполнения, помещенный в носовой части трубки для сжигания, окисляет оставшиеся в продуктах окисления следы органического соединения или образовавшиеся продукты пиролиза.

Исходя из того, что перманганат калия является источником кислорода, а продукт его термического распада—эффективным катализатором-окислителем, мы пришли к заключению, что добавление к навеске определенного количества перманганата калия сможет обеспечить количественное окисление даже трудно окисляющихся веществ. Наши исследования показали, что добавление к навеске 40 мг тонко измельченного порошка перманганата калия обеспечивает полноту деструкции органического вещества при отсутствии слоя окиси меди

переменного наполнения, а также 7-сантиметрового слоя постоянного наполнения. Таким образом, применение перманганата калия упрощает постоянное наполнение трубки для сжигания, ускоряет процесс окисления и сокращает продолжительность анализа.

Экспериментальная часть

Установка для определения азота по предложенному способу отличается от установки Дюма-Прегля лишь тем, что трубка для сжигания имеет боковую отводную трубку, соединенную с выходной трубкой аппарата Киппа, что делает прибор для определения азота более эластичным. Схема наполнения трубки для сжигания приведена на рисунке.

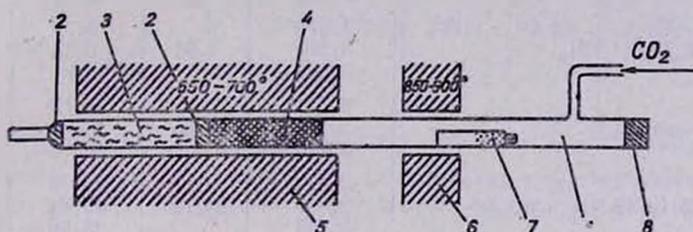


Рис. 1 — кварцевая трубка для сжигания с боковой отводной трубкой для ввода углекислого газа; 2 — асбестовая пробка длиной в 2—3 мм; 3 — проволочная SiO длиной в 100 мм; 4 — коллаба из восстановленной медной сетки длиной в 80 мм; 5 — электродпечь разъемная, типа МА-2/20; 6 — электродпечь разъемная, типа МА-Г/бр; 7 — кварцевая пробирка с навеской и $KMnO_4$; 8 — резиновая пробка.

Выполнение анализа. Навеску (2—4 мг) исследуемого вещества помещают в маленькую кварцевую пробирку, куда добавляют ~40 мг тонко измельченного порошка перманганата калия. Образующиеся при разложении анализируемых веществ окислы азота восстанавливаются металлической медью, излишек же кислорода, не вступивший в реакцию окисления, поглощается медью.

Пробирка с навеской и перманганатом калия помещается в ту часть трубки для сжигания, где обычно помещается сменяемое наполнение. Открытым концом пробирка направлена к носовой части трубки. Дальнейшая подготовка установки к сжиганию производится как обычно.

Сжигание проводится электродпечью 6 при 800—850°. Постоянное наполнение нагревается до 650—700° электродпечью 5. Разложение вещества проводят с предварительным пиролизом. Для этого передвигают электродпечь 6 против направления углекислого газа, начиная от открытого конца пробирки. Скорость передвижения должна быть такой, чтобы в азстомер за 1 сек. поступало 2—3 пузырька газа. В эти условиях продолжительность сжигания составляет 10—15 мин. в за-

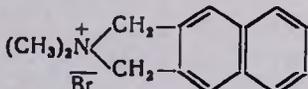
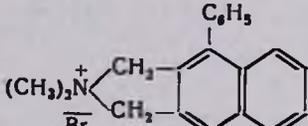
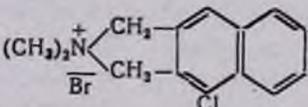
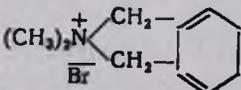
зависимости от состава и структуры вещества, а также от величины взятой навески. Анализ на азот проводят как обычно. Продолжительность анализа 25—30 мин. Ошибка определения $\pm 0,15$ абс. %.

Восстановленная медь достаточна для более чем 25 анализов. Восстановление меди и ее введение в трубку для сжигания не представляют трудности.

Точность и правильность метода проверены на ряде органических веществ (табл. 1).

Микроопределение азота в органических веществах, %

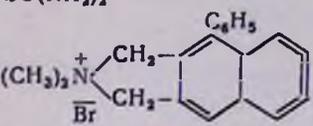
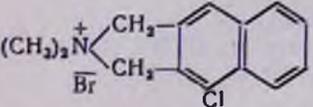
Таблица 1

Вещество	Навеска, мг	N, %		Ошибка, абс. %
		вычислено	найдено	
$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$	4,080	8,08	8,01	-0,07
	3,920		8,10	+0,02
	3,940		8,19	+0,11
$\text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_2\text{NH}_2$	3,915	8,91	8,79	-0,12
	3,370		8,89	-0,02
	3,598		8,92	+0,01
$\text{CO}(\text{NH}_2)_2$	2,774	46,66	46,72	+0,06
	2,598		46,40	-0,26
	2,210		46,70	+0,04
$\text{CH}_3\text{CO}_2\text{NH}_2$	2,430	23,72	23,75	+0,03
	2,598		23,84	+0,12
	2,745		23,66	-0,06
	1,922	5,03	5,01	-0,02
	2,670		5,17	+0,14
	2,204		5,21	+0,19
	2,934	3,99	3,91	+0,02
	3,250		4,08	+0,09
	3,524		4,05	+0,06
	2,820	3,62	3,72	+0,10
	3,122		3,67	+0,05
	2,776		3,61	-0,01
	2,320	4,81	4,94	+0,13
	2,794		4,80	-0,01
	2,466		4,86	+0,05

Результаты статистической обработки полученных данных представлены в табл. 2.

Таблица 2

Статистическая обработка результатов определения азота в некоторых органических соединениях

Вещество	<i>n</i>	<i>s</i> · 10 ⁻⁴	<i>s_x</i> · 10 ⁻⁴	<i>α</i>	<i>t</i>	<i>ε</i>
H ₂ NC ₆ H ₄ SO ₃ H	10	1430,0	452,2	0,95	2,228	±0,10
CO(NH ₂) ₂	9	2913,7	971,0	0,95	2,262	±0,22
	10	940,0	297,0	0,95	2,228	±0,07
	10	1030,0	325,7	0,95	2,228	±0,07

n — число определений, *s* — стандартное отклонение, *s_x* — средняя квадратичная погрешность среднего арифметического результата, *α* — доверительная вероятность, *t* — коэффициент Стьюдента, *ε* — абсолютная ошибка среднего арифметического результата.

ԱԶՈՏԻ ՈՐՈՇՄԱՆ ԴՅՈՒՄԱ-ՊՐԵԳՐԻ ԵՂԱՆԱԿԻ ՆՈՐ ՏԱՐԲԵՐԱԿ

Ա. Ա. ԱՐՐԱՀԱՄՅԱՆ, Զ. Խ. ԽԱՆՁԱԴՅԱՆ և Ա. Ս. ՔԵՎՈՍՅԱՆ

Առաջարկված է օրգանական միացությունների մեջ ազոտի միկրոորոշման Դյումա-Պրեգլի եղանակի նոր տարբերակ: Հետազոտվող նյութի կշռանքը այրում են այրման խողովակում տեղադրված կվարցե փորձանոթի մեջ մոտ 40 մգ կալիումի պերմանգանատի ներկայությամբ, որը ոչ միայն հանդիսանում է թթվածնի աղբյուր, այլև նրա շերմային քայքայման պրոդուկտը լավազույն կատալիզատոր-օքսիդիչ է: Կալիումի պերմանգանատի վերը նշված բանակը լիարժեք կփոխարինի փոփոխական CuO լցվածքին և հաստատուն լցվածքի CuO-ի առաջին շերտին: Հետևապես հաստատուն լցվածքը կազմված է պղնձի օքսիդի և մետաղական պղնձի շերտերից: Այսպիսով պարզեցված է այրման խողովակի հաստատուն լցվածքը և վերանում են այն բոլոր թերությունները, որոնք կապված են շերտերի թվի և երկարության հետ, արագանում է օքսիդացման պրոցեսը և կրճատվում է անալիզի տևողությունը:

Խողովակում տեղադրված պղնձի ցանցը (80 մմ) վերականգնում է միացության քայքայման ժամանակ առաջացած ազոտի օքսիդները և կլանում է օքսիդացման պրոցեսին չմասնակցած թթվածնի ավելցուկը: Անալիզի տևողությունը 25—30 րոպե է: Որոշման բացարձակ ճշմարտությունն է ±0,15%:

A NEW VARIANT OF THE DYUMA-PREGLE METHOD FOR THE DETERMINATION OF NITROGEN

A. A. ABRAHAMIAN, H. Kh. KHANZADIAN and A. S. TEVOSSIAN

A new variant of the Dyuma-Pregle method for the microdetermination of nitrogen in organic compounds has been proposed in which the sample is burned in a small quartz test-tube in the presence of potassium permanganate.

The duration of the analysis is from 25 to 30 minutes.

The absolute error amounts to $\pm 0,15\%$.

Л И Т Е Р Т У Р А

1. A. A. Абрамян, Л. Е. Погосян, Арм. хим. ж., 19, 188 (1966).
2. A. A. Абрамян, Р. А. Меграян, М. А. Казарян, Арм. хим. ж., 27, 706 (1974).