**Определение азота методом Дюма ОФС**

**Вводится впервые**

Настоящая фармакопейная статья распространяется на способ определения азота в лекарственных средствах, как органического, так и неорганического происхождения, методом Дюма.

По количеству азота в исследуемом образце может быть рассчитано содержание в нём белка. По сравнению с альтернативным методом Кьельдаля, данный метод обычно даёт более достоверные результаты, так как азот, содержащийся в испытуемом образце, более полно переводится в анализируемую форму.

Метод Дюма заключается в высокотемпературном (от 900 °С) разложении и испарении органического вещества в присутствии катализаторов, с последующим его высокотемпературным окислением кислородом оксидов металлов, главным образом меди (классический метод Дюма), никеля, кобальта и других, или их смесей в токе диоксида углерода или инертного газа. В различных модификациях применяют добавление к току инертного газа особо чистого кислорода (должен отсутствовать азот):

CmHnNoOp... + CuO = CO2 + H2O + N2 + NOx +...+Cu

Оксиды азота восстанавливают, пропуская продукты сгорания над металлической медью. Сопутствующие продукты сгорания (углекислый газ, воду, оксиды серы, галогены и др.) поглощают соответствующими сорбентами и измеряют количество образовавшегося азота подходящим методом (объёмометрическим, по теплопроводности, хроматографическим и т.п.).

Анализ можно проводить как ручным методом, так и с использованием соответствующих автоматических приборов. При проведении анализа следует принимать меры исключающие попадание азота воздуха в прибор.

Для калибровки приборов используют стандартные образцы соединений с содержанием азота, близким к испытуемому.

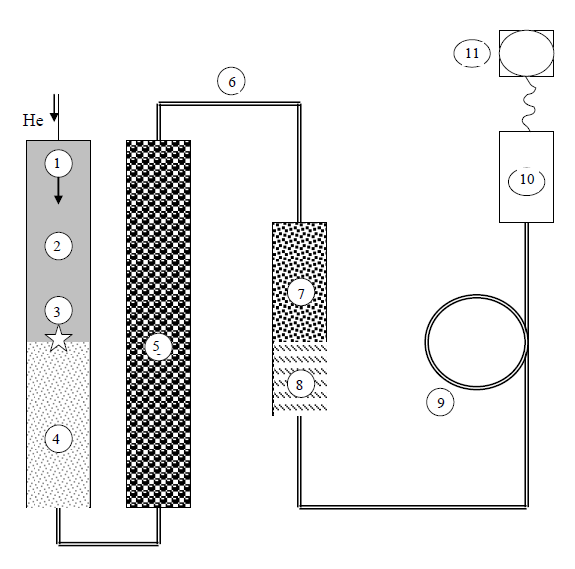


Рисунок 1 – Принципиальная схема прибора, предназначенного для автоматического определения азота по методу Дюма

1. Введение испытуемого образца и кислорода в прибор;

2. Сжигание испытуемого образца;

3. Кратковременное повышение температуры до 1800 ºС;

4. Дополнительное окисление и удаление галогенов на смеси серебро—кобальт—гранулированный оксида хрома(III) (4) ;

5. Восстановление оксидов азота до свободного азота (N2) и удаление соединений серы и избытка кислорода на порошке меди при температуре 700 ºС;

6. Газ-носитель с продуктами сгорания: азот, углекислый газ и вода;

7. Улавливание паров воды с использованием, например, гранулированного безводного перхлората магния;

8. Улавливание диоксида углерода, например, гидроксидом натрия на силикагеле;

9. Хроматографическое разделение свободного азота и метана (присутствие возможно в случае больших количеств испытуемого образца);

10. Детектор;

11. Вывод результатов анализа.



Рисунок 2 - Схема прибора для ручного определения азота по методу Дюма

1. Источник углекислого газа;

2. Кварцевая трубка для сжигания;

3. Зона анализируемого образца;

4. Зона CuO и Cu;

5. Горелки;

6. Микроазотометр;

7. Уравнительный сосуд.

В зону 3 помещают лодочку с анализируемым образцом, в зону 4 – последовательно слои оксида меди и металлической меди (последний слой обязательно оксид меди). Используя систему кранов, прибор несколько раз вакуумируют и заполняют углекислым газом для полного вытеснения воздуха. Затем нагревают зоны 3 и 4 до необходимой температуры. Продукты разложения образца током углекислого газа переносятся в микроазотометр, нижняя часть которого заполнена раствором щёлочи для поглощения углекислого газа, воды и других продуктов сгорания образца, кроме азота.