

ПИСЬМО В РЕДАКЦИЮ

Новый поглотитель галогенов при совместном микроопределении углерода, водорода и галогена

Как известно, при совместном микроопределении углерода, водорода и галогена в органических соединениях сожжением их в токе кислорода в качестве поглотителя для галогена обычно применяют металлическое серебро, которое нагревают в пределах 410—600°. При такой температуре образовавшееся галоидное серебро плавится. Это вызывает коррозию кварцевой аппаратуры, которая через некоторое время перестает сохранять постоянство веса, что приводит к неправильным результатам определения.

Инграм [1] предложил для поглощения галогенов перекись марганца при комнатной температуре. Однако этот поглотитель неприменим при анализе бром- и хлорорганических соединений, содержащих также азот.

Забродина и Егорова [2] при совместном микроопределении углерода, водорода и галогена применяли металлическую медь, которая при температуре 10—15° количественно поглощает хлор и бром. Недостатки этого метода заключаются в том, что металлическая медь не поглощает йода и, кроме того, необходимо еще охлаждать медь током водопроводной воды.

При совместном микроопределении углерода, водорода и галогена в качестве поглотителя галогенов мы применили металлическую сурьму, которая при комнатной температуре количественно поглощает хлор, бром и йод. Привес аппарата с сурьмой дает вес галогена или суммы галогенов, содержащихся в анализируемом веществе.

Органическое вещество подвергается термическому разложению в пустой кварцевой трубке для сожжения в токе кислорода, в которой помещен платиновый контакт. Продукты сожжения улавливают в поглотительных аппаратах, присоединенных к трубке сожжения в следующей последовательности: непосредственно к трубке для сожжения присоединяют аппарат Прегля для поглощения воды, затем аппарат для поглощения галогена (аппарат наполняют мелкозернистой сурьмой), наконец аппарат для поглощения двуокиси углерода.

Навеску (4—6 мг) сжигают в течение 20—25 минут при скорости тока кислорода 20—25 мл/мин поглотительные аппараты взвешивают: аппарат для поглощения воды—через 13 минут, аппарат для поглощения двуокиси углерода—через 16 минут и аппарат для поглощения галогена—через 19 минут. Одно наполнение аппарата для поглощения гало-

гена служит для 20—25 определений, после чего содержимое аппарата можно восстановить и снова использовать.

Этим методом мы подвергли анализу 11 веществ, содержащих хлор, бром и йод.

Точность определения углерода $\pm 0,30\%$, водорода $\pm 0,20\%$, галогена $\pm 0,40\%$.

А. А. Абрамян, С. М. Аташян

Институт органической химии
АН АРСР

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. G. Ingram, *Mikrochimica acta* **71**, 1953.
2. А. Забродина, Н. Ф. Егорова, *Вестник моск. унив.* **4**, 66 (1960).