КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 543.8

А. А. Абрамян и С. М. Аташян

Одновременное микроопределение углерода, водорода и серы и углерода, водорода, серы и галогенов в органических соединениях

Принимая за основу работу Климовой и Мухиной [1] и наши предыдущие работы [2], мы разработали новый вариант метода Климовой и Мухиной — одновременное весовое определение углерода, водорода, серы и галогенов в органических соединениях. Анализ производится в аппаратуре, применяемой для одновременного определения углерода, водорода, серы и галогенов [1], и отличается от методов указанных авторов тем, что они определяли серу объемным способом, что требует длительного времени, а мы определяем серу весовым способом. Климова и Мухина для поглощения галогенов употребляли металлическое серебро, а мы поглощали галогены при комнатной температуре металлической сурьмой.

Одновременное определение углерода, водорода и серы. Навеску 3—6 мг вещества в кварцевой пробирке помещают в трубку сожжения, в которой находится контакт из платиновой сетки, нагреваемой при 900—950°. Окислы серы поглощаются при 400—500° окисью кобальта, которая находится в поглотительном аппарате, пришлифованном к носовой части трубки сожжения. Вес окиси кобальта в поглотительном аппарате 4,5—5 г. Одного наполнения аппарата достаточно до 70—80 микроопределений. Вода и двуокись углерода улавливаются в поглотительных аппаратах ангидроном и аскаритом. Скорость тока кислорода за все время анализа 25 мл/мин.

По окончании сожжения, которое длится 20—25 минут, отделяют поглотительные аппараты для воды и двуокиси углерода, а через 10 минут после продувания — аппарат для окислов серы. Аппараты взвешивают; отсчет весов поглотительного аппарата для воды берут на 10 минуте, для двуокиси углерода — на 13 минуте и для окислов серы на 16 минуте. Окись кобальта готовилась по способу Климовой и Мухиной [1]. Продолжительность анализа 45 минут. Точность определения углерода, водорода и серы $\pm 0,30\%$. Полученные результаты приведены в таблице 2.

Вещества	Навеска в мг	С в %			Н в %			Галоген в %			S в %			
		вычис- лено	найде- но	разни- ца										
Бутен-2-дисульфохлорид (=CHCH ₂ SO ₂ Cl) ₂	4,629	18,97	18,88	-0,09	2,37	2,06	-0,31	23,06	27,91	-0,15	25,29	25,00	-0,29	
	4,060		19,07	+0,10		2,49	+0,12		27,74	-0,32		25,61	+0,32	
	4,134		19,33	+0,36		2,54	+0,17		27,82	-0,24		25,49	+0,20	
	4,307		19,05	+0,08		2,22	-0,15		28,10	+0,04		25,40	+0,11	
				±0,16		±0,18		±0,19		±0,23				
Дихлоргидрат этандиизотиомочевины [-CH ₂ SC(=NH)NH ₂] ₂ ·2HCl	4,099	19,12	19,46	+0,34	4,78	5,02	+0,24	28,28	28,42	+0,14	25,49	25,28	-0,21	
	3,835		19,34	+0,22		4,94	+0,16		27,90	-0,38		25,89	+0,40	
	4,560		19,13	+0,01		4,58	-0,20		28,44	+0,16		25,17	-0,32	
	2,850		19,27	+0,15		4,60	-0,18		28,59	+0,31		25,39	-0,10	
				±0,18		±0,20		±0,25		±0,23				
Дибромгидрат бутен-2-диизотиомо- чевины [=CHCH ₂ SC(=NH)NH ₂] ₂ ·2HBr	3,000	19,68	19,48	-0,20	3,82	3,76	-0,06	43,72	44,00	+0,28	17,46	17,63	+0,17	
	3,620		19,99	+0,31		4,02	+0,20		43,42	-0,30		17,73	+0,27	
	4,205		19,96	+0,28		4,12	+0,30		44,03	+0,31		17,51	+0,05	
	3,940		19,34	-0,34		3,81	-0,01		43,56	-0,16		17,43	-0,03	
3,702	20,00	+0,32	4,05	+0,23	44,03	+0,31	17,80	+0,34						
				±0,20		±0,16		±0,27		±0,17				
I.* H ₂ NC ₆ H ₄ SO ₃ H	2,665}	6,034	36,62	36,93	+0,31	3,79	4,09	+0,30	31,34	31,11	-0,23	7,98	7,92	-0,06
II (CH ₃) ₂ NCH ₂ CCl=C(CH ₃) ₂	3,369}													
I.	3,585}	7,556	36,92	37,22	+0,30	4,89	5,18	+0,29	29,50	29,49	-0,01	8,79	9,05	+0,26
II.	3,971}													
I.	2,568}	6,318	36,40	36,47	+0,07	4,94	4,69	-0,25	33,36	33,46	+0,10	7,53	7,48	-0,05
II.	3,750}													
I.	3,018}	6,335	36,94	37,03	+0,09	4,89	5,18	+0,29	29,38	29,55	+0,17	8,82	8,73	-0,09
II.	3,317}													
					±0,19		±0,28		±0,14		±0,11			

* Не имея в нашем распоряжении органических веществ, содержащих одновременно серу и йод, для исследования приготовили смесь сульфаниловой кислоты (I) и йодистого диметил-(β-хлор-γ,γ-диметил)-аллиламмония (II).

Таблица 2

Вещества	Навеска в мг	С в %			Н в %			S в %		
		вычис- лено	найде- но	разни- ца	вычис- лено	найде- но	разни- ца	вычис- лено	найде- но	разни- ца
$H_2NC_6H_4SO_3H$	5,032		41,78	+0,21		4,32	+0,28		18,37	-0,16
	3,900	41,57	41,32	-0,25	4,04	4,08	+0,04	18,53	18,46	-0,07
	5,530		41,47	-0,10		4,29	+0,25		18,43	-0,10
$C_6H_5SO_2NH_2$	5,440		45,74	-0,05		4,52	+0,07		19,93	-0,10
	4,170	45,79	45,73	-0,06	4,45	4,61	+0,16	20,03	19,83	-0,20
	4,845		45,68	-0,11		4,61	+0,16		20,10	+0,07
$CS(NH_2)_2$	2,960		15,76	-0,03		5,53	+0,20		42,37	+0,27
	3,810	15,79	15,97	+0,18	5,33	5,64	+0,31	42,10	41,85	-0,25
	2,335		15,34	-0,35		5,24	-0,09		41,97	-0,13
$C_6H_4(SO_2OC_6H_5)_2$	3,553		54,28	-0,26		5,26	+0,24		16,11	-0,07
	3,955	54,54	54,67	+0,13	5,02	5,02	0,00	16,18	16,49	+0,31
	3,525		54,25	+0,29		5,18	+0,16		16,12	-0,06

Одновременное микроопределение углерода, водорода, серы и галогенов. Навеску (3—6 мг) вещества в кварцевой пробирке помещают в трубку сожжения, описанную в предыдущем опыте. К поглотительному аппарату для окислов серы непосредственно присоединен поглотительный аппарат для воды, затем поглотительный аппарат для галогенов, который наполнен асбестом, покрытым сурьмой, а потом поглотительный аппарат для двуокиси углерода. При анализе соединений, содержащих азот, между аппаратами для поглощения галогенов и двуокиси углерода помещают поглотитель для окислов азота. Скорость тока кислорода за время анализа 25 мл/мин. По окончании сожжения, которое длится 15—20 минут, отделяют поглотительные аппараты, отсчет весов поглотительного аппарата для воды берут через 10 минут, для двуокиси углерода — на 13 минуте, для галогенов — на 16 минуте, для окислов серы — на 22 минуте. Продолжительность анализа 40—45 минут. Точность определения углерода, водорода, серы и галогенов $\pm 0,35\%$. Полученные результаты приведены в таблице 1.

Институт органической химии
АН АрмССР

Поступило 12 V 1964

ЛИТЕРАТУРА

1. В. А. Климова, Г. К. Мухина, Изв. АН СССР, ОХН 1959, 2248.
2. А. А. Абрамян, С. М. Аташян, Изв. АН АрмССР, ХН, 14, 401 (1961), 15, 521 (1962).