

НОВЫЙ МЕТОД СОВМЕСТНОГО МИКРООПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И СЕРЫ В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

А. А. АБРАМЯН, А. А. КОЧАРЯН и Р. А. МЕГРОЯН

Разработан новый, простой метод совместного микроопределения углерода, водорода и серы. Окислы серы поглощают вне трубки для сжигания продуктом термического разложения перманганата калия при 400—450°. Углерод и водород определяют обычным — весовым способом, а серу — объемным способом, в присутствии смешанного индикатора (торона и метилового синего), титруют водным раствором $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Абсолютная точность определения углерода, водорода и серы $\pm 0,3\%$.

В предыдущих работах [1] по определению хлора, брома, йода, фтора, фосфора, серы и кремния в органических соединениях вещества в запаянных стеклянных трубках количественно окисляли в присутствии перманганата калия при 300—500° в течение одного часа. Содержимое трубки количественно переносили в конические колбы емкостью 150 мл. При дальнейшей обработке в растворе получали вышеуказанные элементы (за исключением кремния) в ионном состоянии, которые определяли объемным или весовым способом.

Наши дальнейшие исследования [2] показали, что продукт термического разложения перманганата калия является не только катализатором сжигания, но и универсальным поглотителем. Продукт термического разложения перманганата калия при 400—450° количественно поглощает галогены и кислотные окислы. Это дало нам возможность при определении углерода и водорода в органических соединениях поглощать в трубке сжигания вышеуказанные элементы и их соединения.

Целью настоящей работы являлось использование продукта термического разложения перманганата калия, как поглотителя окислов серы, при совместном определении углерода, водорода и серы в органических соединениях. Для этого органические соединения в кварцевой пробирке, в кварцевой „пустой“ трубке сжигают в токе кислорода. Носовая часть трубки со шлифом соединена с аппаратом для поглощения окислов серы, наполненным продуктом термического разложения перманганата калия. К этому аппарату последовательно присоединены аппараты для поглощения воды и двуокиси углерода. Углерод и водород определяют обычным — весовым способом. Серу определяют объемным способом,

Вещество	Навеска в мг	вычис- лено
$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$	3,888 3,600	41,57
$\text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_2\text{NH}_2$	3,210 3,663	45,79
$\text{C}_6\text{H}_5\text{OSO}_2-\text{C}_6\text{H}_{10}-\text{SO}_2\text{OC}_6\text{H}_5$	3,340 3,670	54,54
$(\text{CH}_2)_2\left(\text{SC} \begin{array}{l} \nearrow \text{NH} \\ \searrow \text{NH}_2 \end{array}\right)_2 \cdot 2\text{HCl}$	3,040 3,930	19,12
$\text{CS}(\text{NH}_2)_2$	2,430 2,710	15,80
$\begin{array}{c} \text{CH}-\text{CH}_2\text{SO}_2\text{Cl} \\ \parallel \\ \text{CH}-\text{CH}_2\text{SO}_2\text{Cl} \end{array}$	3,260 2,682	18,97
$\begin{array}{ccccc} \text{CH}_3 & -\text{CH} & =\text{C} & -\text{CH}_3 \\ & & & \\ \text{SO}_2\text{Cl} & & \text{CH}_3 & \text{SO}_2\text{Cl} \end{array}$	3,320 3,610	22,47

Таблица

С в %		Н в %			S в %		
найдено	разница	вычис- лено	найдено	разница	вычис- лено	найдено	разница
41,67 41,60	+0,10 +0,03	4,04	4,30 4,19	+0,26 +0,15	18,53	18,33 18,44	-0,15 -0,03
45,78 45,81	-0,01 +0,02	4,45	4,42 4,71	-0,03 +0,26	20,36	20,30 20,09	-0,08 -0,29
54,70 54,76	+0,16 +0,22	5,02	5,09 5,26	+0,07 +0,24	16,18	16,35 15,91	+0,17 -0,27
19,37 19,07	+0,25 -0,05	4,76	4,74 4,58	-0,02 -0,18	25,48	25,30 25,19	-0,19 -0,29
16,06 16,10	+0,26 +0,30	5,33	5,47 5,60	+0,14 +0,27	42,10	41,86 41,97	-0,24 -0,13
18,84 18,99	-0,13 +0,02	2,37	2,65 2,46	+0,28 +0,09	25,29	25,12 25,39	-0,17 +0,10
22,66 22,43	+0,19 -0,04	2,99	3,05 3,10	+0,06 -0,11	23,97	23,69 23,85	-0,28 -0,12

Экспериментальная часть

Приготовление поглотителя серы. Поглотитель серы готовят как описано ранее [3]. Аппарат для поглощения наполняют продуктом термического разложения перманганата калия, осажденного на кварце (длина слоя 60 мм, вес 3—4,5 г).

Выполнение анализа. Сожжение органических веществ, содержащих серу, ведут как уже описано [3]. Навеска вещества 2,5—4 мг. Аппарат для поглощения окислов серы нагревают при 400—450°, а окислительную зону трубки сожжения — при 850—900°; скорость тока кислорода 7—9 мл/мин, продолжительность сожжения 10 мин. После окончания сожжения отделяют поглотительные аппараты для воды и двуокиси углерода. Из под аппарата для поглощения окислов серы устраняют электропечь. Углерод и водород определяют весовым способом; продолжительность определения углерода и водорода 35—40 минут.

Аппарат для поглощения окислов серы после охлаждения отделяют от трубки для сожжения, и его содержимое переносят в химические стаканы или в коническую колбу емкостью 100—150 мл. Аппарат два-три раза промывают 2—3 мл дистиллированной воды, потом прибавляют к смеси еще 10—15 мл дистиллированной воды, фильтруют, фильтрат собирают в конические колбы емкостью 100—150 мл, осадок тщательно промывают дистиллированной водой, и промывные воды собирают в ту же коническую колбу. Если фильтрат получается окрашенный, то раствор нагревают и приливают 0,5 мл 30—35%-ной уксусной кислоты и 0,5 мл 30%-ного водного раствора перекиси водорода. Продолжают нагревание до обесцвечивания раствора, упаривают до 5—10 мл. После охлаждения колбы в раствор прибавляют 20 мл 96%-ного этилового спирта, 2—3 мл 30—35%-ной уксусной кислоты, 4 капли 0,2%-ного раствора торона и 4 капли 0,012%-ного раствора метилового синего.

Светло-зеленый раствор титруют 0,02 н. водным раствором $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ до появления розового оттенка.

Результаты анализа некоторых веществ приведены в таблице.

Институт органической химии
АН АрмССР

Поступило 26 VIII 1965

ՕՐԳԱՆԱԿԱՆ ՄԻԱՅՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐՈՒՄ ԱԾԵԱԾՆԻ, ՋՐԱԾՆԻ ԵՎ ԾԾԱԲԻ
ՀԱՄԱՏԵԿ ՄԻԿՐՈՐՈՇՄԱՆ ՆՈՐ ՄԵԹՈԴ

Ա. Ա. ԱՔՐԱՀԱՄՅԱՆ, Ա. Ա. ՔՈՉԱՐՅԱՆ Ե Հ. Ա. ՄԵՂՐՈՅԱՆ

Ա մ փ ն փ ն լ մ

Մշակված է ածխածնի, ջրածնի և ծծմբի համատեղ միկրոորոշման նոր, պարզեցրած եղանակ: Ծծմբի օքսիդները կլանում են ալրման խողովակից

դուրս $400-450^{\circ}$ -ում, կալիումի պերմանգանատի շերտալին քալքալման պրո-
դուկտով: Ածխածինը և ջրածինը որոշում են սովորական՝ կշռալին, իսկ
ծծումբը՝ ծավալալին եղանակով: Ծծումբը SO_4^{2-} իոնի տեսքով խառը ինդի-
կատորի (տորոն-մեթիլենալին կապույտ) ներկայությամբ տիտրվում է
 $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ -ի ջրալին լուծույթով:

Ածխածնի, ջրածնի և ծծմբի որոշման բացարձակ ճշտությունը $\pm 0,3\%$ է:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Ա. Ա. Աբրամյան, Ր. Ս. Տարկսյան, Изв. АН АрмССР, ХН, 12, 341 (1959); 14, 35 (1961); 15, 127 (1962); Ա. Ա. Աբրամյան, Տ. Մ. Ատաշյան, Մ. Ա. Բալյան, Изв. АН АрмССР, ХН, 13, 343 (1960); Ա. Ա. Աբրամյան, Ր. Ս. Տարկսյան, Մ. Ա. Բալյան, Изв. АН АрмССР, ХН, 14, 561 (1961); Ա. Ա. Աբրամյան, Տ. Մ. Ատաշյան, Изв. АН АрмССР, ХН, 14, 441 (1961).
2. Ա. Ա. Աբրամյան, Ր. Ա. Մեգրոյան, Ա. Ա. Կոչարյան, Арм. хим. ж., 19, 849 (1966).
3. Ա. Ա. Աբրամյան, Ր. Ա. Մեգրոյան, Ր. Ս. Տարկսյան, Ր. Ա. Գալստյան, Арм. хим. ж., 19, 859 (1966).