

НОВЫЙ ВАРИАНТ МИКРООПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА И ВОДОРОДА В РТУТЬСОДЕРЖАЩИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

А. А. АБРАМЯН и А. А. КОЧАРЯН

Разработан новый вариант микроопределения углерода и водорода в ртутьорганических соединениях, сжигаемых в кварцевой трубке для сжигания в токе кислорода. Катализатор сжигания — продукт термического разложения перманганата калия, осажденный на асбесте, который нагревают при 400—450°C. В этих условиях ртуть превращается в окись ртути, которая задерживается в слоях катализатора. Катализатор сжигания поглощает галогены и их соединения, а также кислотные окислы. Углерод и водород определяют обычным, весовым способом. Точность определения углерода и водорода $\pm 0,25\%$.

Обычно для совместного микроопределения углерода и водорода или углерода, водорода и ртути в ртутьсодержащих органических соединениях последние сжигают в кварцевой трубке в токе кислорода, в присутствии или отсутствии катализатора. Ртуть в трубке сжигания или вне трубки поглощают металлическим золотом или серебром [1]. В качестве катализатора употребляют Co_2O_4 [2a], продукт термического разложения перманганата серебра [2б].

На основании нашей работы [3] мы разработали новый вариант микроопределения углерода и водорода в ртутьорганических соединениях.

Экспериментальная часть

Кварцевая трубка для сжигания заполняется следующим образом. В носовую часть вставляют асбестовый тампон толщиной 2—3 мм, потом слой серебряной ваты длиной 20 мм, асбестовый тампон, толщиной 2—3 мм, слой продукта термического разложения перманганата калия, осажденного на асбесте, длиной 100 мм и наконец асбестовый тампон толщиной 2—3 мм. Навеску вещества (3—5 мг) берут в кварцевой пробирке, которую помещают в трубку для сжигания и при быстром токе кислорода (30—35 мл/мин) проводят продувку системы так, как описано в [3]. Отделяют от системы поглотительные аппараты для двуокиси углерода и воды, взвешивают и снова присоединяют к системе.

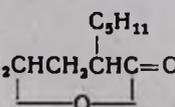
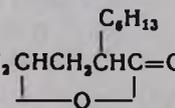
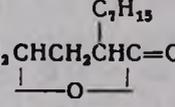
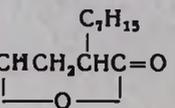
Сжигание производят при 850—900°. Продукты пиролиза проходят через зону окисления, которую нагревают до 800—850°. Здесь происходит полное окисление органических соединений. Далее про-

дукты сжигания проходят через катализатор, который нагревают до 400—450°. Последний поглощает галогены и их соединения, кислотные окислы, а также образовавшуюся окись ртути. Двуокись углерода и воду поглощают и определяют обычным — весовым способом.

Сжигание вещества и последнюю продувку проводят в токе кислорода со скоростью 12—15 мл/мин. Продолжительность сжигания 8—10 минут. Одно наполнение трубки сжигания катализатором достаточно для проведения более чем 60 микроопределений, после чего катализатор можно восстановить, нагревая его до 800—900°. При этом окись ртути разлагается — выделяется металлическая ртуть, которая собирается в капилляре носовой части трубки для сжигания, откуда ее можно извлечь. Если в зоне катализатора сжигания не вся ртуть превратилась в окись ртути, то остатки ртути поглощает серебряная вата. Опыт показал, что можно работать без слоев серебряной ваты.

Результаты анализа некоторых органических соединений приведены в таблице.

Таблица

Вещества	Навеска в мг	С в %			Н в %		
		вычислено	найдено	разница	вычислено	найдено	разница
$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Hg}$	4,577 3,853	15,06	15,23 15,04	+0,17 -0,02	1,88	1,98 2,06	+0,10 +0,18
$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{Hg}$	3,161 3,142	40,60	40,82 40,51	+0,22 -0,09	2,82	3,08 2,96	+0,26 +0,14
$\text{C}_6\text{H}_{11}\text{HgBr}$	2,648 3,630	19,80	20,01 19,68	+0,21 -0,12	3,04	3,10 3,22	+0,06 +0,18
$\text{ClHgCH}_2\text{CH}(\text{C}_5\text{H}_{11})\text{CH}_2\text{CHC}=\text{O}$ 	3,318 3,782	29,62	29,74 29,90	+0,12 +0,28	4,19	4,25 4,21	+0,06 +0,02
$\text{ClHgCH}_2\text{CH}(\text{C}_6\text{H}_{13})\text{CH}_2\text{CHC}=\text{O}$ 	4,483 4,114	31,49	31,40 31,25	-0,09 -0,24	4,50	4,41 4,62	-0,09 +0,12
$\text{BrHgCH}_2\text{CH}(\text{C}_7\text{H}_{15})\text{CH}_2\text{CHC}=\text{O}$ 	4,315 4,865	30,15	30,10 29,97	-0,05 -0,18	4,39	4,38 4,32	-0,01 -0,07
$\text{JHgCH}_2\text{CH}(\text{C}_7\text{H}_{15})\text{CH}_2\text{CHC}=\text{O}$ 	5,230 3,885	27,44	27,42 27,72	-0,02 +0,24	4,00	4,15 3,79	+0,15 -0,21

ՄԵԿԻԿԱԿԱՆ ՊԱՐՈՒՆԱԿՈՂ ՕՐԳԱՆԱԿԱՆ ՄԻԱՑՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐԻ ՄԵՋ ԱՄԵԱՍՆԻ
ԵՎ ԶՐԱՍՆԻ ՄԻԿՐՈՈՐՈՇՄԱՆ ՆՈՐ ՏԱՐԲԵՐԱԿ

Ա. Ա. ԱՐՐԱԷԱՄՅԱՆ և Ա. Ա. ՔՈՉԱՐՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ու լ մ

Մշակված է սնդիկ պարունակող օրգանական միացություններում ածխածնի և ջրածնի միկրոորոշման նոր տարբերակ: Սնդիկ պարունակող օրգանական միացությունն ալրում ենք թթվածնի հոսանքում: Ալրման խողովակում որպես կատալիզատոր-օքսիդիչ օգտագործել ենք կալիումի պերմանգանատի ջերմալին քայքայման պրոդուկտը՝ նստեցրած 100 մմ երկարությամբ ասբեստի վրա, որը տաքացվում է 400—450°: Այս պայմաններում սնդիկը փոխարկվում է սնդիկի օքսիդի և բռնվում է կատալիզատորի կողմից: Կատալիզատորը բռնում է նաև ալրման արդյունքի մեջ եղած հալոգեններն ու թթվալին օքսիդները: Ածխածինը և ջրածինը որոշում ենք սովորական՝ կշռալին եղանակով: Ածխածնի և ջրածնի որոշման բացարձակ ճշտությունը 0,3% է:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. E. Frankland, B. F. Duppa, Lieb., Ann. 130, 107 (1864); A. Abelman, Ber., 47, 2935 (1914); M. Böttius, J. prakt. Chem. N. F., 150, 279 (1938); M. O. Коршун, E. B. Лазровская. ЖАХ 3, 329 (1948); M. O. Коршун, ЖАХ, 7, 101 (1952); M. O. Коршун, H. C. Шевелева, H. Э. Гельман, ЖАХ, 15, 99 (1960); T. F. Holmes, A. Lauder, Analyst 90, 307 (1965).
2. а) А. И. Лебедева, К. Ш. Крамер, Изв. АН СССР, ОХН, 1962, 1305; V. Pechanec, J. Horacek, Coll., 27, 232 (1962). б) А. И. Лебедева, E. Ф. Федорова, ЖАХ, 16, 87 (1961); V. Pechanec, Coll., 27, 2009 (1962).
3. А. А. Абрамян, P. А. Мегроян, А. А. Кочарян, Арм. хим. ж., 19, 849 (1966).