

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РТУТИ
В РТУТЬОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

А. А. АБРАМЯН и М. А. ГЕВОРКЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР,
Армянский педагогический институт им. Х. Абовяна

Поступило 14 II 1968

Разработан новый, простой и быстрый метод количественного определения ртути в органических соединениях. Соединения подвергают разложению в запаянной стеклянной трубке при температуре 400—500° в течение часа, в присутствии перманганата калия. Содержимое трубки обрабатывают азотной кислотой, ион ртути в присутствии крахмала титруют 0,01 н раствором йодистого калия. Точность определения $\pm 0,30\%$.

Табл. 1, библиограф. ссылок 2.

Для определения ртути в ртутьорганических соединениях вещество подвергают разложению мокрым или сухим способом. Широкое применение получило разложение ртутьорганических соединений сухим способом.

При применении сухого способа ртутьсодержащие органические соединения разлагают в кварцевой трубке в токе кислорода, воздуха, двуокиси углерода или азота, выделяющиеся пары ртути поглощают металлическим золотом, губчатым серебром, пемзой, покрытой серебром и количество ее определяют главным образом весовым способом.

Ртуть поглощают золотом и серебром и в случае совместного определения углерода, водорода и ртути в органических соединениях.

Для определения ртути в органических соединениях многие исследователи в последнее время сжигают соединения по способу Шенигера и ион ртути определяют объемным, весовым или амперометрическим способом.

Ртутьорганические соединения разлагают также мокрым способом при помощи концентрированной азотной кислоты, HClO_4 , смесью HCl и HClO_4 , H_2SO_4 и HNO_3 ; H_2SO_4 , HNO_3 и HClO_4 ; HNO_3 и HClO_4 . Ион ртути определяют объемным, весовым и фотометрическим способом.

Исходя из работ одного из нас с сотрудниками [1], а также из работ Забродиной и Бабуевой [2], нами разработан новый метод определения ртути в органических соединениях.

Органические соединения подвергаются разложению в запаянной стеклянной трубке при температуре 400—500°, в присутствии перманганата калия. После вскрытия трубки содержимое ее обрабатывается азотной кислотой и с помощью дистиллированной воды переносится на бумажный фильтр. Осадок промывается и в фильтрате ион ртути титруется в присутствии крахмала 0,01 н раствором йодистого калия.

Экспериментальная часть

Разложение ртутьсодержащих органических соединений производится в запаянных тугоплавких стеклянных трубках длиной 18—20 см с внутренним диаметром 8—10 мм. Навеска исследуемого вещества (7—9 мг) взвешивается в запаянной с одного конца трубке, в которой затем и производится сжигание. После взвешивания к навеске прибавляется 250—270 мг порошкообразного перманганата калия и открытый конец трубки запаивается. Трубка в течение 1—2 часов нагревается в электрической печи типа Т 6—15/260 при 400—500°.

Таблица

Вещества	Навеска, мг	Hg, ‰		
		вычислено	найдено	разница
$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Hg}$	7,14	63,00	63,02	+0,02
	7,66		62,80	-0,20
	7,50		63,15	+0,15
$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{Hg}$	7,50	77,60	77,45	-0,15
	7,70		77,79	+0,19
	7,22		77,40	-0,20
$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_{11} \\ \\ \text{BrHgCH}_2\text{CHCH}_2\text{CHC}=\text{O} \\ \quad \quad \\ \text{O} \end{array}$	7,60	48,08	48,00	-0,08
	7,91		48,28	-0,20
	7,46		48,22	-0,14
$\begin{array}{c} \text{C}_7\text{H}_{15} \\ \\ \text{BrHgCH}_2\text{CHCH}_2\text{CHC}=\text{O} \\ \quad \quad \\ \text{O} \end{array}$	9,00	42,05	41,99	-0,06
	8,30		42,14	+0,09
	9,00		41,88	-0,17
$\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_{17} \\ \\ \text{ClHgCH}_2\text{CHCH}_2\text{CHC}=\text{O} \\ \quad \quad \\ \text{O} \end{array}$	7,00	44,92	45,08	+0,16
	7,50		44,88	-0,04
	7,30		45,20	+0,28
$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_{11} \\ \\ \text{ClHgCH}_2\text{CHCH}_2\text{CHC}=\text{O} \\ \quad \quad \\ \text{O} \end{array}$	7,60	49,63	49,85	+0,22
	8,30		49,40	-0,23
	9,00		49,88	-0,25

Температура и продолжительность разложения зависят от характера взятых веществ и от количества навески. При разложении ртути в основном выделяется в свободном виде и осаждается в части трубки, находящейся вне печи. После разложения вещества остывшая трубка помещается в электрическую печь, так, чтобы незаостренный конец трубки находился вне печи. Печь нагревается до 300—400° 15—20 минут. За это время ртуть полностью собирается в этой части трубки. После охлаждения трубка вскрывается так, как при микрокариусе, к ее содержимому прибавляется 1,5 мл разбавленной (1 : 1) азотной кислоты и точно через 10 минут содержимое трубки с помощью дистиллированной воды количественно переносится на фильтровальную бумагу.

Фильтрат собирается в коническую колбу емкостью 100 мл. Осадок несколько раз промывается дистиллированной водой, также стекающей в коническую колбу. Для промывания трубки и осадка расходуется такое количество дистиллированной воды, чтобы объем фильтрата не превышал 30—40 мл. Заостренная часть вскрытой трубки помещается в коническую колбу с целью растворения ртути, возможно не полностью перешедшую в другой конец трубки. Фильтрат всегда получается розового цвета. К ней прибавляется одна маленькая капля 6%-ного раствора перекиси водорода, так, чтобы обесцвечивание протекало медленно. К фильтрату добавляется 2 мл 0,5%-ного водного раствора крахмала, затем раствор титруется 0,01 н раствором йодистого калия. 1 мл 0,01 н раствора йодистого калия соответствует 1,005 мг ртути. Продолжительность определения (не считая времени сжигания) 25—30 минут. Точность определения ртути $\pm 0,30\%$.

Результаты анализов некоторых веществ приведены в таблице.

ՍՆԴԻԿԻ ՈՐՈՇՈՒՄ ՍՆԴԻԿՈՐԳԱՆԱԿԱՆ ՄԻԱՅՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐՈՒՄ

Ա. Ա. ԱՐԱՆՍՄՅԱՆ և Մ. Հ. ԳԵՎՈՐԳՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ո մ

Մշակված է սնդիկորգանական միացություններում սնդիկի որոշման նոր, պարզ և արագ եղանակ: Սնդիկորգանական միացությունն ապակյա զոդված խողովակում կալիումի պերմանգանատի ներկայությամբ 1—2 ժամվա ընթացքում տարալուծվում է 400—500°-ում: Սնդիկը հիմնականում անջատվում է էլեմենտար ձևով: Խողովակի պարունակությունը մշակումը 1,5 մլ նոսրացրած (1 : 1) ազոտական թթվով, 10 րոպեից հետո փորձանոթի պարունակությունը թորած ջրի օգնությամբ տեղափոխում են ֆիլտրի թղթի վրա, խողովակը և նստվածքը մի քանի անգամ լվանում են թորած ջրով, ֆիլտրատը հավաքում 100 մլ տարողություն ունեցող կոլբայի մեջ, լվացման համար թորած ջուրը ծախսելով այն հաշվով, որ ֆիլտրատի ծավալը լինի 30—40 մլ: Ավելացնում են 2 մլ օսլայի 0,5%-ոց ջրային լուծույթ և տիտրում KJ-ի 0,01 Ն լուծույթով: Չհաշված օրգանական միացության քայքայումը, անալիզի տևողությունը 25—30 րոպե է: 1 մլ KJ-ի 0,01 Ն լուծույթին համապատասխանում է 1,005 մգ սնդիկ: Սնդիկի որոշման բացարձակ ճշտությունը հավասար է $\pm 0,30\%$ -ի:

ЛИТЕРАТУРА

1. А. А. Абрамян, Р. С. Саркисян, Изв. АН АрмССР, ХН, 12, 34, 341 (1959); 14, 35 (1961); 15, 127 (1962); 16, 131 (1963); А. А. Абрамян, С. М. Аташян, Изв. АН АрмССР, ХН, 14, 441 (1961); А. А. Абрамян, С. М. Аташян, М. А. Балаян, Изв. АН АрмССР, ХН, 13, 343 (1960); А. А. Абрамян, Р. С. Саркисян, М. А. Балаян, Изв. АН АрмССР, ХН, 14, 561 (1961); А. А. Абрамян, Хим. и техн., № 4, 38 (1961).
2. А. С. Забродина, Ц. М. Бабуева, Труды Бурятск. компл. научн. иссл. инст. АН СССР, Сибирское отд., № 2, 1960, 73.