

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БОРА В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

А. А. АБРАМЯН, М. А. ГЕВОРКЯН и Р. С. САРКИСЯН

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

Поступило 19 VI 1968

Разработан простой и быстрый способ определения бора в органических соединениях. Органические соединения нагревают при $400-500^{\circ}$ в течение часа в присутствии перманганата калия в запаянных стеклянных трубках. Выделившаяся при количественном окислении органического соединения борная кислота с маннитом образует маннитоборную кислоту, которую титруют 0,1 н раствором гидроокиси натрия. Абсолютная точность определения бора $\pm 0,2\%$.

Табл. 1, библи. ссылок 1.

Борсодержащее органическое соединение подвергают минерализации как мокрым, так и сухим способом. Полученную борную кислоту в присутствии маннита титруют водным раствором щелочи (в качестве индикатора применяют фенолфталеин). Маннитоборную кислоту можно определить потенциометрическим титрованием, колориметрическим, а также фотометрическим способами.

На основе прежних наших работ [1] мы разработали новый, простой и быстрый способ определения бора в органических соединениях. Борсодержащее органическое соединение нагревают в присутствии перманганата калия в стеклянных запаянных трубках при $400-500^{\circ}$ в течение часа. Содержимое трубки обрабатывают азотной кислотой и образующую борную кислоту в присутствии маннита титруют водным раствором гидроокиси натрия.

Экспериментальная часть

Навеску (7—10 мг) борорганического соединения взвешивают в запаянной с одного конца трубке длиной 18—20 см с внутренним диаметром 8—10 мм, прибавляют 130—150 мг сухого порошкообразного перманганата калия и открытый конец трубки запаивают. Трубку помещают в электропечь типа Т6—15/260 и в течение часа нагревают при $400-500^{\circ}$. Органическое соединение количественно окисляется, бор превращается в B_2O_3 , основное количество которого собирается в заостренной части трубки, находящейся вне печи. Во избежание потерь B_2O_3 , вскрытие трубки производят иначе, чем при микрокариусе. Трубку придерживают полотенцем, на 1,5—2 см ниже ее заостренной части напильником осторожно делают срез, нагревают спиртовкой эту часть и с помощью смоченной ваты, приставляемой к срезу, вскрывают трубку. Заостренную часть трубки и ее содержимое

помещают в коническую колбу емкостью 100—150 мл. Трубку несколько раз промывают смесью 7—8 мл 0,5 н раствора азотной кислоты и 15—20 капель пергидроля. В заключение трубку промывают дистиллированной водой. Содержимое колбы кипятят до растворения MnO_2 и полного разложения H_2O_2 , объем раствора доводят до 20 мл. После охлаждения раствор нейтрализуют 0,1 н раствором NaOH до получения исчезающего грязно-желтого цвета (в начале образуется белый осадок $Mn(OH)_2$, на воздухе очень быстро окисляющийся в $Mn(OH)_4$, имеющий бурый цвет). Затем прибавляют немного маннита (на кончике ланцета). Цвет раствора исчезает. Образовавшуюся маннитоборную кислоту титруют 0,1 н раствором NaOH. При этом непрерывно добавляют маннит и смешивают раствор до появления желтого цвета, который при дальнейшем добавлении маннита не исчезает. Общее количество расхода маннита составляет 1,5—2 г. Израсходованный при титровании 1 мл 0,1 н NaOH соответствует 1,082 мг бора. При массовом анализе, не считая времени, расходуемого для разложения органического вещества, на одно определение тратится 20—25 минут.

Таблица

Вещества	Навеска, мг	В, %		
		вычис- лено	найдено	разница
$C_8H_{18}B_{10}O_2$	8,55	47,0	47,18	+0,18
	7,28		47,05	+0,05
	9,00		47,20	+0,20
	8,60		47,15	+0,15
	7,78		46,96	-0,04
$C_8H_{16}B_{10}$	8,20	49,09	49,09	0,00
	7,90		49,03	-0,06
	8,00		49,23	+0,14
	8,00		49,10	+0,01
	7,00		49,00	-0,09
$C_3H_{14}B_{10}O_2$	8,10	50,47	50,49	+0,02
	7,60		50,68	+0,21
	8,35		50,58	+0,11
	10,20		50,39	-0,08
	8,80		50,53	+0,06
$C_2H_2B_{10}Cl_{10}$	10,50	22,40	22,49	+0,09
	10,90		22,53	+0,13
	10,50		22,36	-0,04
	9,25		22,54	+0,14
	9,30		22,45	+0,15
$C_4H_{14}B_{10}O_2$	9,50	53,46	53,53	+0,07
	9,00		53,62	+0,16
	8,90		53,37	-0,09
	8,36		53,45	-0,01
	8,20		53,57	+0,11
$C_4H_{16}B_{10}O_2$	7,78	50,00	50,06	+0,06
	8,20		50,14	+0,14
	9,36		49,77	-0,23
	9,00		50,21	+0,21
	8,10		50,09	+0,09

Результаты анализов некоторых борорганических соединений приведены в таблице. Абсолютная точность определения бора $\pm 0,2\%$.

ԲՈՐԻ ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՕՐԳԱՆԱԿԱՆ ՄԻԱՑՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐՈՒՄ

Ա. Ա. ԱՐԲԱՆՄՅԱՆ, Մ. Ա. ԳԵՎՈՐԳՅԱՆ Լ Ռ. Ս. ՍԱՐԳՍՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

Մշակված է օրգանական միացություններում բորի որոշման պարզեցրած և արագ եղանակ: Օրգանական միացությունը կալիումի պերմանգանատի ներկայությամբ ապակե զոդված խողովակում $400-500^\circ$ -ում մեկ ժամ տեղադրված տաքացնելիս քանակապես ենթարկվում է օքսիդացման: Խողովակը բաց անելուց հետո մի քանի անգամ լվանում են $7-8$ մլ $0,5$ Ն ազոտական թթվի և $15-20$ փաթիլ պերհիդրոլի խառնուրդով: Լուծույթը եռացնում են մինչև MnO_2 -ի և H_2O_2 -ի չրիվ քայքայումը, ապա ավելացնում են թորած ջուր և ժավալը հասցնում մինչև 20 մլ: Լուծույթը $0,1$ Ն NaOH -ով չեզոքացնելուց հետո ստացված բորաթթուն մանիտի ներկայությամբ տիտրում են NaOH -ի $0,1$ Ն չլուծույթով մինչև չանհետացող դեղին գույնի երանգավորում (NaOH -ի ազդեցությամբ առաջանում է $\text{Mn}(\text{OH})_2$, որը օդում աղագ օքսիդանում է և փոխարկվում թուխ գույնի $\text{Mn}(\text{OH})_3$ -ի): NaOH -ի $0,1$ Ն լուծույթի մեկ միլիլիտրին համապատասխանում է $1,082$ մգ բոր: Բորի որոշման քաջարձակ ճշտությունը $\pm 0,20\%$ է:

Л И Т Е Р А Т У Р А

- Ղ. Ա. Ա. Абрамян, Р. С. Саркисян, Изв. АН АрмССР, ХН, 12, 341 (1959); 14, 35 (1961); 15, 127 (1962); А. А. Абрамян, С. М. Аташян, М. А. Балян, Изв. АН АрмССР, ХН, 13, 343 (1960); А. А. Абрамян, Р. С. Саркисян, М. А. Балян, Изв. АН АрмССР, ХН, 14, 561 (1961); А. А. Абрамян, С. М. Аташян, Изв. АН АрмССР, ХН, 14, 441 (1961); А. А. Абрамян, М. А. Геворкян, Арм. хим. ж., 22, 128 (1969).