

УДК 543.842+543.843+543.845

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРОДУКТА ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ  
 ПЕРМАНГАНАТА КАЛИЯ ДЛЯ СОВМЕСТНОГО ВЕСОВОГО  
 ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И СЕРЫ  
 В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

А. А. АБРАМЯН и А. А. КОЧАРЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 16 X 1972

Разработан весовой метод совместного микроопределения углерода, водорода и серы в органических соединениях, содержащих С, Н, О и S с использованием в качестве катализатора сжигания и поглотителя окислов серы, продукта термического разложения перманганата калия (ПТРПК).

Табл. 1, библиограф. ссылок 4.

Ранее нами было показано, что ПТРПК является не только катализатором сжигания, но и хорошим поглотителем галогенов и их соединений, а также ряда кислотных окислов [1—3].

Данная работа посвящена совместному весовому определению углерода, водорода и серы в органических соединениях, имеющих в составе С, Н, S и С, Н, О, S с использованием ПТРПК.

Экспериментальная часть

Совместное микроопределение углерода, водорода и серы проводилось в приборе, описанном Коршун и Шевелевой [4].

Взвешенный кварцевый аппарат с ПТРПК, осажденным на асбесте, (длина слоя 50 мм) при помощи шлифа присоединялся к трубке для сжигания, а затем к поглотительным аппаратам  $H_2O$  и  $CO_2$ .

Сожжение веществ проводилось при 850—900°. Окислительная зона нагревалась до 800—850°, аппарат для поглощения окислов серы до 400—450°. Навески веществ (3—5 мг) брались как обычно в кварцевых пробирках. Сжигание проводилось в токе кислорода (12—15 мл/мин) в течение 15—20 мин. Пропускание кислорода продолжалось 5 мин. и еще 5—8 мин. после отделения поглотительных аппаратов (для воды и двуокиси углерода) и удаления электропечи через поглотительный аппарат для окислов серы. Поглотительные аппараты взвешивались и показания весов брались: для воды на 13 мин., двуокиси углерода на 15 мин. и окислов серы на 20 мин.

Одно наполнение поглотительного аппарата для окислов серы достаточно для 70—75 микроопределений. Продолжительность анализа 45 мин. Ошибка определений С, Н и S  $\pm 0,30\%$  абс. Результаты анализа некоторых веществ приведены в таблице.

Таблица

Вещество	Навеска, мг	А н а л и з, %								
		С			Н			S		
		вычислено	найдено	погрешность (абс. %)	вычислено	найдено	погрешность (абс. %)	вычислено	найдено	погрешность (абс. %)
Дифениловый эфир 1,2-циклогександисульфокислоты	3,992	54,57	54,29	-0,28	5,05	5,32	+0,27	16,18	15,91	-0,27
	3,473		54,73	+0,16		5,27	+0,22		16,41	+0,23
8-Метил-2-нафтиловый эфир бутилсульфокислоты	3,852	57,09	57,17	+0,16	5,40	5,31	-0,09	10,81	10,68	-0,13
	4,690		57,25	-0,19		5,29	-0,11		10,70	-0,11
Гидрат <i>l</i> -толуолсульфокислоты	4,718	44,21	44,02	-0,19	5,26	5,14	-0,12	17,00	17,32	+0,32
	5,092		44,16	-0,05		5,53	+0,27		17,25	+0,25
Ди- $\beta$ -оксиметилсульфид	3,682	39,34	39,09	-0,25	8,20	8,18	-0,02	26,23	25,92	-0,31
	5,092		39,25	-0,09		8,30	+0,10		26,13	-0,10
Тиофен	4,285	57,14	56,88	-0,26	4,76	5,06	+0,30	38,09	37,83	-0,26
	4,588		56,83	-0,31		5,01	+0,25		38,26	+0,17

### Обсуждение результатов

Предложенный нами ПТРПК (полученный при 900—1000° и содержащий в своем составе  $K_2O$ ,  $MnO_2$ ,  $Mn_2O_3$  и  $Mn_3O_4$ ) при 400—450° количественно поглощает окислы серы, что позволяет использовать его как для количественного определения S, так и для совместного количественного определения С, Н и S.

Преимущества предлагаемого весового метода определения С, Н и S перед объемным [2] заключаются в облегчении техники выполнения и сокращении времени анализа.

Следует отметить, что предложенный метод не может быть применен для анализа азот- и галогенсодержащих органических соединений.

ԿԱՒՈՒՄԻ ՊԵՐՄԱՆԳԱՆԱՏԻ ԶԵՐՄԱՅԻՆ ՔԱՅՔԱՅՄԱՆ ՊՐՈԴՈՒԿՏԻ  
ՕԳՏԱԳՈՐԾՈՒՄԸ ՕՐԳԱՆԱԿԱՆ ՄԻԱՑՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐՈՒՄ ԱԾԽԱԾՆԻ, ԶՐԱԾՆԻ  
ԵՎ ԾԾՄԻԻ ՀԱՄԱՏԵՂ ՈՐՈՇՄԱՆ ՀԱՄԱՐ

Ա. Ա. ԱՐԴԱՆՄՅԱՆ Ե Ա. Ա. ՔՈՉԱՐՅԱՆ

Մշակված է օրգանական Ս, Ն, Օ, Տ բաղադրուկյուն ունեցող միացու-  
թյուններում ածխածնի, ջրածնի և ծծումբի համառոտ կշռային միկրոորոշման

սյարգեցված եղանակ: Որպես այրման կատալիզատոր և ծծումբի օքսիդների կլանիչ օդտազործվել է ազրեստի վրա նստեցրած  $KMnO_4$ -ի շերտալին բայրայման սրողուկտր:

COMBINED GRAVIMETRIC MICRODETERMINATION OF  
CARBON HYDROGEN AND SULFUR IN OXYGEN—CONTAINING  
ORGANIC COMPOUNDS BY USING THE THERMAL  
DECOMPOSITION PRODUCT OF POTASSIUM PERMANGANATE  
AS A COMBUSTION CATALYST AND ABSORBENT OF  
SULFUR OXIDES

A. A. ABRAMIAN and A. A. KOCHARIAN

A simplified and rapid method has been worked out for the combined microdetermination of C, H and S in organic compounds containing oxygen. The thermal decomposition product of potassium permanganate obtained at  $900-1000^\circ$  has been used as a catalyst precipitated on asbests. The decomposition product of  $KMnO_4$  acts as a combustion catalyst under  $400-450^\circ$  and absorbs quantitatively the sulfur oxides. The absolute precision of the determination is  $\pm 0,3\%$ . Halogens and nitrogen interfere with the gravimetric determination of sulfur.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. А. Абрамян, Р. А. Мегроян, А. А. Кочарян, Арм. хим. ж., 19, 849 (1966).
2. А. А. Абрамян, А. А. Кочарян, Р. А. Мегроян, Арм. хим. ж., 20, 25 (1967).
3. А. А. Абрамян, Совместное количественное микроопределение элементов в органических соединениях, Ереван, 1974.
4. М. О. Коршун, Н. С. Шевелева, ЖАХ, 7, 104 (1952).