

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 543.8

СОВМЕСТНОЕ МИКРООПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА, СЕРЫ И
ГАЛОГЕНОВ В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

А. А. АБРАМЯН, А. С. ТЕВОСЯН и Р. А. МЕГРОЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 14 I 1976

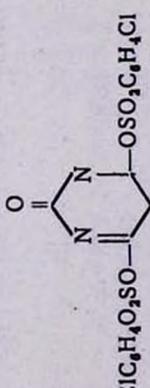
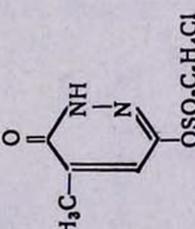
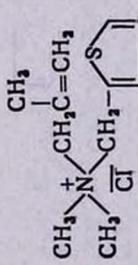
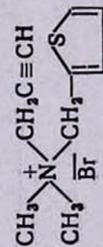
Известные в настоящее время немногочисленные методы совместного микроопределения азота, серы и галогенов в органических соединениях основываются на имеющихся методах совместного микроопределения азота и серы, а также азота и галогенов [1—6].

В основе предлагаемого способа совместного микроопределения азота, серы и галогенов (Cl, Br, J) лежат разработанные нами методы совместного микроопределения азота и галогенов [7], а также азота и серы [8] в органических соединениях с использованием в качестве источника кислорода порошка перманганата калия, продукт термического разложения которого, образующийся при сжигании, служит катализатором сжигания и поглотителем окислов серы, галогенов и их соединений.

Экспериментальная часть

Установкой для совместного микроопределения азота, серы и галогенов (Cl, Br, J) в органических соединениях служит обычная установка для микроопределения азота по методу Дюма-Прегля с той лишь разницей, что длина слоя восстановленной металлической меди берется почти вдвое больше (70—80 мм) и отсутствует переменное наполнение. Источником углекислого газа является сухой лед, помещенный в сосуд Дьюара, т. к. следы HCl из аппарата Киппа мешают определению содержания галогенов. Наполнение кварцевой трубки для сжигания, введение навески, подготовка установки и сам процесс сжигания осуществляются по [8]. Температура сжигания поддерживается в пределах 750—820° для получения воспроизводимых данных для серы, скорость и продолжительность такие же, как при совместном микроопределении азота и серы [8].

Таблица

Вещество	Навеска, мг	N, %				S, %				Hl, %	
		вычислено	найдено	погрешность, абс. %	найдено	вычислено	найдено	погрешность, абс. %	вычислено	найдено	погрешность, абс. %
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
 <chem>ClC1=CC=C(C=C1)N2C(=O)N=C(S(=O)(=O)O)N2</chem>	4,085	5,87	5,69	-0,18	13,39	13,28	-0,11	14,83	14,68	-0,15	
	4,170		5,98	+0,11		13,52	+0,13		14,73	-0,10	
 <chem>ClC1=CC=C(C=C1)N2C(=O)NC=C2</chem>	4,295	9,31	9,50	+0,19	10,64	10,83	+0,19	11,81	11,95	+0,14	
	3,890		9,35	+0,04		10,62	-0,02		11,78	-0,03	
 <chem>CN(C)C(Cl)C1CCN1</chem>	4,920	6,05	6,15	+0,10	13,86	13,99	+0,13	11,01	11,19	-0,18	
	4,185		6,03	-0,02		14,05	+0,19		11,05	+0,04	
 <chem>CN(C)C(Br)C1CCN1</chem>	5,120	5,38	5,49	+0,11	12,30	12,15	-0,15	30,76	30,59	-0,17	
	4,230		5,53	+0,15		12,10	-0,20		30,88	-0,12	

1	2
	<p>4,295 4,830</p>
	<p>4,865 4,040</p>
<p>I. $(C_2H_5)_4Ni^{+-}$ % N=5,44; % I=49,44</p>	<p>3,190 3,620 } 6,810</p>
<p>II. $H_2NC_6H_4SO_3H$ % N=8,08; % S=18,53</p>	
<p>I. II.</p>	<p>3,520 2,980 } 6,500</p>
<p>I. $(CH_3)_2N^+CH_2CH=C(CH_3)CH=C(CH_3)_2$ I CH₃</p>	<p>3,220 3,080 } 6,300</p>
<p>II. $H_2NC_6H_4SO_3H$ % N=8,08; % S=18,53</p>	<p>3,570 3,120 } 6,690</p>

Продолжение таблицы

3	4	5	6	7	8	9	10	11
4,14	4,29 4,10	+0,15 -0,04	9,46	9,25 9,33	-0,21 -0,13	23,66	23,46 23,50	-0,20 -0,16
16,93	16,92 17,11	-0,01 +0,18	12,90	12,74 12,89	-0,16 -0,01	32,25	32,36 32,05	+0,11 -0,20
6,84	6,99 6,80	+0,15 -0,04	9,85	10,01 10,05	+0,16 +0,20	23,14	23,02 22,94	-0,12 -0,20
6,65	6,80 6,73	+0,15 +0,08	8,49	8,40 8,29	-0,09 -0,20	26,75	26,56 26,88	-0,19 +0,13
6,16	6,05 6,12	-0,11 -0,04	9,05	9,23 9,19	+0,18 +0,14	20,09	19,90 19,98	-0,19 -0,11
6,08	6,19 6,22	+0,11 +0,14	8,94	9,15 8,89	+0,21 -0,05	20,97	20,82 20,76	-0,15 -0,21

По окончании сожжения содержимое пробирки количественно переносится в воронку с фильтром и несколько раз промывается дистиллированной водой в коническую колбу до объема фильтрата не более 30 мл.

Совместное определение серы и галогенов производится по методу Авгушевич с сотр. [9] с использованием индикатора Лукина [9]—хлорфосфоназо III, для избирательного титрования ионов SO_4^{2-} .

В случае совместного микроопределения азота, серы и хлора (или брома) к фильтрату добавляют несколько капель 6—7% раствора H_2O_2 , 1—2 мл 0,5 н раствора HNO_3 и раствор выпаривают до объема 5 мл. По охлаждении к раствору добавляют 2—3 капли 1% спиртового раствора дифенилкарбазона и титруют $\bar{\text{C}}\text{I}$ или Br ионы 0,01 н раствором $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$. Для определения $\bar{\text{J}}$ после выпаривания к раствору добавляют 5 мл этанола в присутствии дифенилкарбазона и титруют 0,005 н раствором $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$. После этого для определения SO_4^{2-} к содержимому колбы добавляют несколько капель 2,0 н раствора HCl до pH 1—3, 4-кратный объем уксусной (~20—25 мл) и титруют 0,01 н раствором $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ в присутствии 2—3 капель 0,2% водного раствора хлорфосфоназо III до перехода окраски от сиреневой до голубовато-синей.

Результаты анализа некоторых веществ приведены в таблице.

ЛИТЕРАТУРА

1. П. Н. Федосеев, Н. П. Ивашова, ЖАХ, 13, 344 (1958).
2. А. П. Терентьев, П. Н. Федосеев, Н. П. Ивашова, ЖАХ, 13, 344 (1958).
3. П. Н. Федосеев, М. Г. Учень, Авт. свид. СССР, Кл. 421 3/01, (G 01 n) № 16804 заявл. 15.06.63.
4. В. Д. Осадчий, П. Н. Федосеев, Изв. вузов, Технолог. легк. промышл., № 5, 76 (1969).
5. В. Д. Осадчий, П. Н. Федосеев, Изв. вузов, Технолог. легк. пром., № 6, 47 (1959).
6. П. Н. Федосеев, В. Д. Осадчий, Авт. свид. СССР, кл. 3/d (G 01 n) № 258706, заявл. 7.10.68.
7. А. А. Абрамян, А. С. Тевосян, Р. А. Мегроян, Арм. хим. ж., 28, 614 (1975).
8. А. А. Абрамян, А. С. Тевосян, Р. А. Мегроян, ЖАХ, 30, 817 (1975).
9. И. В. Авгушевич, Е. С. Куликова, А. А. Захарова, Ю. М. Величко, Зав. лаб., 33, 150 (1972).