

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

А. А. АБРАМЯН и А. А. КОЧАРЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 5 VII 1976

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

Табл. 2, библиограф. ссылок 9.

В литературе имеется очень мало работ по совместному определению углерода, водорода и селена в селеноорганических соединениях, причем часть их посвящена только определению углерода и водорода [1, 2], другая же часть—совместному весовому определению углерода, водорода и селена [3, 4].

В опыте Безалицкой [1] селен удерживается в трубке для сжигания магнием и медью при 400°, у Шахова же с соотр. [2] окись селена удерживается посеребряной пемзой при 200°, галогены—при 600°. Углерод и водород определяют весовым методом. У Терятева с соотр. [3, 4] селен поглощался при низких температурах в трубки для сжигания в поглотительных аппаратах кварцевыми гранулами, а у Полонской [5] окись селена поглощается при 480° электролитически осажденным серебром. Углерод, водород и селен определяют гравиметрически. В работах [3—5] в качестве катализатора используется платина.

Ранее нами было показано, что ПТРПК является не только катализатором сжигания, но и хорошим поглотителем галогенов и их соединений, а также ряда кислотных окислов [6—8].

Данная работа посвящена определению углерода и водорода в селеноорганических соединениях, а также совместному весовому определению углерода, водорода и селена в органических соединениях, имеющих в составе С, Н, Se и С, Н, О, Se, с использованием ПТРПК.

Экспериментальная часть

Определение углерода и водорода проводилось на стандартной установке. Носовая часть трубки для сжигания закрывалась 5-миллиметровым слоем асбеста, насыпался слой ПТРПК длиной в 15 см, завер-

Таблица 2

Статистическая обработка анализов двух веществ

Вещество	n			S			S _x			ε		
	C	H	Se	C	H	Se	C	H	Se	C	H	Se
C ₂ H ₉ Cl ₁₂ SeCH ₂ C ₆ H ₅	9	9	9	2440·10 ⁻⁴	1880·10 ⁻⁴	2630·10 ⁻⁴	813·10 ⁻⁴	626·10 ⁻⁴	877·10 ⁻⁴	±0,18	±0,14	±0,20
C ₆ H ₅ SeSeC ₆ H ₅	9	9	9	1845·10 ⁻⁴	1712·10 ⁻⁴	2778·10 ⁻⁴	615·10 ⁻⁴	571·10 ⁻⁴	926·10 ⁻⁴	±0,14	±0,13	±0,21

n — число определений, S — стандартное отклонение, S_x — средняя квадратичная погрешность среднего арифметического результата, α — доверительная вероятность, для C, H, Se — 0,95, t — коэффициент Стьюдента, для тех же элементов — 2,262, ε — абсолютная ошибка среднего арифметического результата.

Пропускание кислорода продолжают 5 мин. и еще 5—8 мин. после отделения поглотительных аппаратов для H_2O , CO_2 . Затем удаляют электропечь с поглотительного аппарата для окислов селена. Поглотительные аппараты взвешивают и показания весов берут для воды на 10-ой, двуокиси углерода на 13-ой и окислов селена на 20-ой минутах.

Одно наполнение поглотительного аппарата для окислов селена достаточно для 60—65 микроопределений, продолжительность анализа 45 мин. Ошибка определений углерода, водорода и селена $\pm 0,30$ абс.%. Результаты анализа некоторых веществ приведены в табл. 1, а статистической обработки полученных данных—в табл. 2.

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 селена, что позволяет использовать его как для количественного определения Se, так и для определения углерода и водорода в селенорганических соединениях, а также для совместного количественного определения C, H и Se.

Исследования показали, что SeO_2 , поглощаясь ПТРПК, в основном переходит в K_2SeO_4 и частично в $MnSeO_4$, которые при 400—450° устойчивы. Следовательно, при гравиметрическом определении селена коэффициент пересчета

$$\frac{Se}{SeO_2} = 0,622.$$

Преимущества предлагаемого весового метода совместного определения C, H и Se заключаются в облегчении техники выполнения и сокращении времени анализа; его применение ограничено.

Галогены (в том числе фтор, азот, сера) мешают определению селена, т. к. они или их соединения поглощаются ПТРПК.

ԿԱԼԻՈՒՄԻ ՊԵՐՄԱՆԳԱՆԱՏԻ ԶԵՐՄԱՅԻՆ ՔԱՅՔԱՅՄԱՆ
ՊՐՈԳՆՈՒԿՏԻ ՕԳՏԱԳՈՐԾՈՒՄԸ ՕՐԳԱՆԱԿԱՆ ՄԻԱՑՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐՈՒՄ
ԱԾԽԱԾՆԻ, ԶՐԱԾՆԻ ԵՎ ՍԵԼԵՆԻ ՀԱՄԱՏԵՂ ՈՐՈՇՄԱՆ ՀԱՄԱՐ

Ա. Ա. ԱՐՐԱՀԱՄՅԱՆ և Ա. Ա. ՔՈՉԱՐՅԱՆ

Մշակված է սելեն պարունակող օրգանական միացություններում ածխածնի և ջրածնի, ինչպես նաև C, H, O, Se բաղադրություն ունեցող միացություններում ածխածնի, ջրածնի և սելենի համատեղ կշռային միկրոորոշման պարզեցված եղանակ: Որպես այրման կատալիզատոր և սելենի օքսիդների կլանիչ օգտագործվել է ասրեստի վրա նստեցված կալիումի պերմանգանատի շերտային քայքայման պրոդուկտը: Ածխածնի, ջրածնի և սելենի որոշման բացարձակ սխալը $\pm 0,30\%$ է:

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

A. A. ABRAHAMIAN and A. A. KOCHARIAN

A simplified and rapid method has been worked out for the combined microdetermination of C, H and Se in organic compounds containing C, H, O and Se. The thermal decomposition product of potassium permanganate obtained at 900—1000° has been used as a catalyst precipitated on asbestos.

The decomposition product of $KMnO_4$ acts as a combustion catalyst under 400—450° and absorbs quantitatively the selenium oxide. The absolute precision of the determination is $\pm 0,30\%$. Halogens, nitrogen and sulfur interfere with the gravimetric determination of selenium.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. В. С. Безалицкая, Изв. АН Каз. ССР, 1969, 86.
2. Н. И. Шахов, И. А. Завалкина, Р. С. Шиш, ЖАХ, 24, 282 (1969).
3. А. П. Терентьев, М. А. Володина, Э. Г. Фурсова, Г. А. Мартинова, ЖАХ, 23, 407 (1968).
4. А. П. Терентьев, М. А. Володина, Э. Г. Фурсова, Г. А. Мартинова, ЖАХ, 23, 953 (1968).
5. М. М. Полонская, Изв. АН СССР, ХС, 1971, 1121.
6. А. А. Абрамян, Р. А. Мегроян, А. А. Кочарян, Арм. хим. ж., 19, 849 (1966); 20, 25 (1967).
7. А. А. Абрамян, Совместное количественное микроопределение элементов в органических соединениях, Ереван, 1974.
8. А. А. Абрамян, А. А. Кочарян, Арм. хим. ж., 27, 745 (1974).
9. М. О. Коршун, Н. С. Шевелева, ЖАХ, 7, 104 (1952).