

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 543-8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕРОДА И ВОДОРОДА МЕТОДОМ
БЫСТРОГО СОЖЖЕНИЯ НАВЕСКИ ОРГАНИЧЕСКОГО
ВЕЩЕСТВА В АТМОСФЕРЕ КИСЛОРОДА
В ЗАКРЫТОЙ СИСТЕМЕ. II

А. А. АБРАМЯН, Э. Г. ШАМАМЯН и С. М. АТАШЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 16 IX 1976

В предыдущих сообщениях [1] была описана методика определения С и Н в С, Н и О содержащих органических соединениях способом быстрого сожжения навески в специально приготовленных реакторах (колбовом или цилиндрическом) в закрытой системе.

В настоящей работе показано, что после введения в установку определенных изменений метод можно применить для определения углерода и водорода в органических соединениях любого состава.

Экспериментальная часть

Установка собирается как в [1]. Единственным отличием является то, что между реактором и поглотительным аппаратом для воды помещается нагреваемый до 400—450° кварцевый аппарат с осажденным на асбесте продуктом термического разложения перманганата калия (ПТРПК), являющимся катализатором сожжения, а также поглотителем гетероэлементов и их соединений [2]. Внутренний диаметр поглотительного аппарата 10 мм, наружный 12—13 мм, длина 90 мм. Поглотительный аппарат наполняется следующим образом. В носовой части трубки помещается асбестовая пробка толщиной в 2—3 мм. Подготовку к анализу, сожжение и вытеснение его продуктов из реактора проводят по [2]. Одного наполнения ПТРПК достаточно для нескольких сот сожжений.

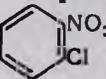
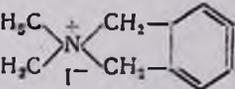
Необходимо отметить, что подсодержащие органические соединения трудно анализируются. Причиной этого является частичное разложение образующегося КI. Поэтому при сожжении подсодержащих органических соединений следует строго соблюдать температурный режим и следить за скоростью подачи кислорода (35 мл/мин), при мед-

ленном токе которого практически невозможно количественно вытеснить иод из реактора.

Ошибка определений углерода и водорода $\pm 0,25\%$ абс.

Результаты анализа некоторых веществ приведены в таблице.

Таблица
Определение углерода и водорода, % (навеска 2,5—5 мг)

Вещество	Число анализов	С			Н		
		вычислено	\bar{x}	S	вычислено	\bar{x}	S
NHCOCH_3 	8	71,11	71,04	0,25	6,66	6,72	0,23
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$	9	12,90	13,08	0,22	1,07	1,18	0,13
$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$	8	41,57	41,77	0,23	4,04	4,24	0,10
$(\text{F}_2\text{CCF}_2)_n$	8	24,00	23,99	0,17	—	—	—
$(\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2)_2 \cdot 2\text{HCl}$	9	55,99	56,04	0,24	5,44	5,50	0,14
NH_2 	9	41,86	41,90	0,16	4,65	4,72	0,16
SO_2NH_2							
NO_2 	7	35,55	35,60	0,26	1,48	1,57	0,15
H_3C H_3C 	7	45,67	45,62	0,17	5,53	5,59	0,11
Диаддукт 6-метил-3,4-дихлорпирона-2 с маленовой кислотой $\text{C}_{13}\text{H}_9\text{Cl}_2\text{O}_6$	9	47,13	47,15	0,25	2,41	2,57	0,13

\bar{x} — среднее арифметическое значение
S — стандартное отклонение.

ЛИТЕРАТУРА

1. А. А. Абрамян, Э. Г. Шамалян, С. М. Аташян, Арм. хим. ж., 30, 39 (1977).
2. А. А. Абрамян, Совместное количественное определение элементов в органических соединениях, АН Арм. ССР, г. Ереван, 1974, стр. 32—42.