

## СОВМЕСТНОЕ МИКРООПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА, ФТОРА И ГАЛОГЕНОВ (Cl, Br, I) В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

А. Х. ХАНЗАДЯН и А. А. АБРАМЯН

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

Поступило 10 VIII 1977

В литературе известно мало работ, посвященных совместному определению азота, фтора и галогенов [1—3]. Нами предложено для совместного определения азота, фтора и галогенов (Cl, Br, I) органическое соединение подвергать пиролизу в атмосфере углекислого газа в присутствии осажденного на корунде перманганата калия [4—10].

## Экспериментальная часть

Установка для совместного определения азота, фтора и галогенов та же, что и для совместного определения азота и фтора [10], с той разницей, что вместо аппарата Киппа применяют сосуд Дьюара с сухим льдом [8]. Взятие навески в медную пробирку, добавление осажденного на корунде  $KMnO_4$ , техника сожжения, дальнейшая обработка содержимого медной пробирки, осаждение гидроокисей алюминия, меди и марганца, а также разрушение аммиачного комплекса меди проводят как описано в [10]. После фильтрации полученный раствор количественно переводят в 100 мл мерную колбу и добавляют дистиллированной воды до метки. Определение азота проводят волкометрически, фтора — в двух аликвотных частях раствора по 20 мл по [10].

**Определение Cl, Br и I.** Для определения хлора или брома берут две аликвотные части по 20 мл, добавляют 1—1,5 мл 0,5 н  $HNO_3$ , 5—8 капель 1% спиртового раствора дифенилкарбазона и титруют 0,01 н раствором  $Hg(NO_3)_2$  до перехода светло-желтой окраски в розово-фиолетовую. Для определения иода берут две аликвотные части по 20 мл, к каждой из них добавляют по 20 мл этанола и титруют раствором  $Hg(NO_3)_2$  в присутствии дифенилкарбазона. Результаты анализа некоторых веществ приведены в табл. 1, а результаты статистической обработки полученных данных — в табл. 2.

Ошибки определения азота, фтора и галогенов (Cl, Br, I)  $\pm 0,20$  абс. %.

## Микроопределение азота и галогенов в органических веществах, %

Вещества	Навеска, мг	N			F			Галогены			
		вычис- лено	найдено	ошибка абс. %	вычис- лено	найдено	ошибка абс. %	вычис- лено	найдено	ошибка абс. %	
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CF}_3)_2\text{CClC}(\text{NH}_2)\text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	3,730		4,62	+0,04		37,41	+0,10		11,73	+0,11	
	4,032	4,58	4,55	-0,03	37,31	37,39	+0,08	11,62	11,55	-0,07	
	3,295		4,61	+0,03		37,37	+0,06		11,68	+0,06	
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> HF <sub>4</sub> *	4,080		6,39	+0,04		34,58	+0,07		8,12	+0,04	
	3,142	6,35	6,41	+0,06	34,51	34,55	+0,04	8,06	8,08	+0,02	
	3,860		6,34	-0,01		34,61	+0,10		8,11	+0,05	
I. (C <sub>2</sub> F <sub>4</sub> ) <sub>n</sub>	2,440	4,978	2,77	2,82	+0,05	37,25	37,40	+0,15	25,19	25,34	+0,15
	2,538										
II. (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub> NJ	2,388	4,878	2,78	2,86	+0,08	37,21	37,38	+0,17	25,22	25,36	+0,14
	2,490										
I. C <sub>6</sub> FBr <sub>3</sub>	2,366	4,814	2,77	2,81	+0,04	37,35	37,40	+0,05	25,13	25,26	+0,13
	2,448										
I. C <sub>6</sub> FBr <sub>3</sub>	2,180	4,520	5,21	5,22	+0,01	13,64	13,68	+0,04	39,28	39,42	+0,14
	2,340										
II. $\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\ \diagdown \\ \text{C}(\text{NHCO}_2\text{C}_6\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{O}_2\text{NCF}_2 \end{array}$	2,280	4,690	5,17	5,13	-0,04	13,51	13,66	+0,07	39,60	39,46	-0,14
	2,410										
II. $\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\ \diagdown \\ \text{C}(\text{NHCO}_2\text{C}_6\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{O}_2\text{NCF}_2 \end{array}$	2,482	5,072	5,14	5,11	-0,03	13,52	13,66	+0,14	39,66	39,48	-0,18
	2,590										
I. C <sub>6</sub> F <sub>2</sub> Br <sub>4</sub> *	2,365	4,885	5,19	5,21	+0,02	16,03	16,22	+0,19	34,80	34,65	-0,15
II. $\begin{array}{c} \text{CF}_2 \\ \diagdown \\ \text{C}(\text{NHCO}_2\text{C}_6\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{O}_2\text{NCF}_2 \end{array}$	2,180	4,840	5,53	5,56	+0,03	16,49	16,63	+0,14	33,06	33,26	+0,20
	2,660										
II. $\begin{array}{c} \text{CF}_2 \\ \diagdown \\ \text{C}(\text{NHCO}_2\text{C}_6\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{O}_2\text{NCF}_2 \end{array}$	2,230	4,680	5,27	5,31	+0,04	16,13	16,28	+0,15	35,41	35,51	+0,10
	2,450										

Таблица 2

Статистическая обработка результатов определения азота, фтора и галогенов в некоторых органических веществах

Вещество	n	N						F						Галогены (Cl, Br, I)					
		$\bar{x}$	$S$ 10 <sup>-4</sup>	$S_{\bar{x}}$ 10 <sup>-4</sup>	$\alpha$	$t_{\alpha}$	$\varepsilon$	$\bar{x}$	$S$ 10 <sup>-4</sup>	$S_{\bar{x}}$ 10 <sup>-4</sup>	$\alpha$	$t_{\alpha}$	$\varepsilon$	$\bar{x}$	$S$ 10 <sup>-4</sup>	$S_{\bar{x}}$ 10 <sup>-4</sup>	$\alpha$	$t_{\alpha}$	$\varepsilon$
$(CF_3)_2CC(=O)NHC_6H_5$	12	4,61	860	248	0,95	2,179	$\pm 0,05$	37,44	580	169	0,95	2,179	$\pm 0,04$	11,65	1308	400	0,95	2,179	$\pm 0,08$
$C_6HF_4$	11	6,37	710	210	0,95	2,201	$\pm 0,05$	34,57	607	180	0,95	2,201	$\pm 0,04$	8,16	516	159	0,95	2,201	$\pm 0,03$
I. $(C_2F_4)_n$	6	2,86	1590	640	0,95	2,447	$\pm 0,15$	37,43	1410	580	0,95	2,447	$\pm 0,14$	25,31	1366	550	0,95	2,447	$\pm 0,13$
II. $(C_2H_5)_4NJ$																			
I. $C_6Br_3F$	5	5,17	1220	540	0,95	2,571	$\pm 0,12$	13,65	1010	450	0,95	2,571	$\pm 0,11$	39,45	725	323	0,95	2,571	$\pm 0,08$
II. $\begin{matrix} CF_2 \\   \\ C(NHCOC_6H_5)_2 \\   \\ O_2NCF_2 \end{matrix}$																			

$n$  — число определений,  $\bar{x}$  — среднее арифметическое значение,  $S$  — стандартное отклонение,  $S_{\bar{x}}$  — средняя квадратичная ошибка среднего арифметического результата,  $\alpha$  — доверительная вероятность,  $t_{\alpha}$  — коэффициент Стьюдента,  $\varepsilon$  — абсолютная ошибка среднего арифметического результата.

\* Вещества синтезированы в Институте органической химии Сибирского отделения АН СССР.

## Л И Т Е Р А Т У Р А

1. F. Brown, W. K. R. Musgrave, Anal. Chim. Acta, 12, 29 (1955).
2. Н. Э. Гельман, Н. И. Ларина, ЖАХ, 19, 593 (1964).
3. H. S. E. Von Leuven, Anal. Chim. Acta, 40, 364 (1970).
4. А. А. Абрамян, Р. С. Саркисян, Изв. АН Арм. ССР, ХН, 15, 127 (1962).
5. А. А. Абрамян, Р. А. Мегроян, Р. С. Саркисян, Р. А. Галстян, Арм. хим. ж., 19, 859 (1966).
6. А. А. Абрамян, А. Х. Ханзадян, А. С. Тевсян, Арм. хим. ж., 30, 228 (1977).
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. А. А. Абрамян, А. С. Тевосян, Р. А. Мегроян, Арм. хим. ж., 29, 1058 (1967).
10. А. А. Абрамян, А. Х. Ханзадян, Арм. хим. ж., 31, 790 (1978).