

СОВМЕСТНОЕ МИКРООПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И РТУТИ С ПРИМЕНЕНИЕМ СУРЬМЫ В КАЧЕСТВЕ ПОГЛОТИТЕЛЯ РТУТИ

Р. А. МЕГРОЯН и А. А. КОЧАРЯН

Армянский филиал ВНИИ «ИРЕА», Ереван

Поступило 7 I 1983

Разработан метод микроопределения углерода, водорода и ртути в органических соединениях с использованием в качестве поглотителя ртути мелкозернистой сурьмы. Абсолютная точность определения углерода, водорода и ртути $\pm 0,1-0,25\%$.

Табл. 3, библиографические ссылки 6.

При элементном анализе ртутьорганических соединений в качестве поглотителя ртути до последних лет применялись золото [1, 2], серебро [3] и металлический висмут [4].

Учитывая, что сурьма находится в той же группе периодической системы, что и висмут, можно было предположить, что этот более дешевый и доступный металл может быть использован в качестве поглотителя ртути. Известно, что металлическая сурьма при обычной температуре как на воздухе, так и в кислородной среде не окисляется и не реагирует с водяными парами [5].

В настоящей работе разработан метод совместного микроопределения углерода, водорода и ртути в органических соединениях с применением сурьмы. Как видно из табл. 1, металлическая сурьма, действительно, поглощает ртуть при комнатной температуре. Результаты микроопределения углерода, водорода и ртути с применением сурьмы приведены в табл. 2.

Таблица 1
Результаты определения ртути в ртутьсодержащих веществах

Вещество	Навеска, мг	Ртуть, %		
		вычислено	найден	разница
HgO	4,240	92,61	92,67	+0,06
	4,380		92,47	-0,14
Hg(NO ₃) ₂	4,160	58,55	58,65	+0,10
	4,450		58,56	+0,01

Преимущество предложенного метода заключается в замене дорогостоящих металлов золота и серебра металлической сурьмой. Значительно упрощена техника выполнения анализа. Увеличен срок службы одного наполнения поглотителя ртути по сравнению с золотом и висмутом. Увеличена точность анализа в связи с быстрым приведением кварцевого аппарата с сурьмой к постоянному весу.

Результаты одновременного определения углерода, водорода и ртути в органических веществах (навеска 3—5 мг)

Вещество	С, %		Н, %		Hg, %	
	вычислено	найдено	вычислено	найдено	вычислено	найдено
$(C_2H_6)_2Hg$	40,60	40,50 40,42	2,82	3,00 2,70	56,54	56,72 56,37
$(CH_3COO)_2Hg$	15,06	14,89 14,95	1,88	1,84 2,08	62,99	62,94 63,20
$(C_6H_5C \equiv C)_2Hg$	47,71	47,54 47,52	2,52	2,70 2,60	49,50	49,78 49,65
$C_6H_5O_2Hg$	23,18	23,05 23,00	1,93	1,82 1,77	64,58	64,42 64,46

Экспериментальная часть

В качестве поглотителя ртути использована металлическая сурьма в виде зерен величиной 0,5—1,0 мм.

Выполнение анализа. Определение углерода, водорода и ртути проводилось на шлифованной стандартной установке [6].

В носовую часть кварцевого поглотительного аппарата вставляют тампон стеклянной ваты толщиной 2—3 мм, затем помещают 5—6 г измельченной металлической сурьмы, которую протирают на 40—50 мм, она вставляют тампон стеклянной ваты и поглотительный аппарат присоединяют шлифом к носовой части трубки для сжигания (носик трубки для сжигания должен находиться в 10 мм от слоя сурьмы). К поглотительному аппарату для ртути присоединяют поглотительный аппарат для воды и двуокиси углерода. Зону окисления нагревают до 800—850° и при быстром токе кислорода (30—35 мл/мин) проводят продувку системы. После этого снимают поглотительные аппараты, взвешивают и снова присоединяют к системе. Навеску исследуемого вещества (3—5 мг) берут в кварцевой пробирке. Вещество сжигают при 900—950° в токе кислорода со скоростью 20—25 мл/мин. По окончании сжигания нагревают шлифовальную часть трубки для сжигания, чтобы ртуть, находящаяся в этой части, была поглощена поглотительным аппаратом. Затем снимают печь из зоны окисления и продолжают пропускание кислорода еще 7 мин. Отделяют поглотительные аппараты для двуокиси углерода, воды и ртути. Отсчет весов поглотительных аппаратов берут для воды на 7-ой, двуокиси углерода—10-ой и для ртути 15-ой минутах.

Продолжительность анализа 30—35 мин. Одно наполнение поглотительного аппарата для ртути достаточно для 50 микроопределений, т. е. для поглощения 100 мг Hg. После этого рекомендуется регенерировать сурьму в струе гелия при 450—500° [6].

В случае наличия N, Hal и S в ртутьорганических соединениях в конце трубки сжигания необходимо помещать продукт термического разложения $KMnO_4$ (l = 10 см, t = 500—600°) [4].

Абсолютная точность анализа углерода, водорода и ртути $\pm 0,1—0,25\%$.

Таблица 3

Статистическая обработка результатов определения углерода, водорода и ртути в органических соединениях $n=5$, $\alpha=0,95$, $t_{\alpha}=2,78$

Соединение	C, %				H, %				Hg, %			
	вычислено	\bar{x}	s	ϵ	вычислено	\bar{x}	s	ϵ	вычислено	\bar{x}	s	ϵ
$(C_6H_5)_2Hg$	40,60	40,58	0,1208	$\pm 0,22$	2,82	2,93	0,1967	$\pm 0,24$	56,54	56,50	0,1856	$\pm 0,23$
$(CH_3COO)_2Hg$	15,06	14,99	0,1389	$\pm 0,17$	1,88	1,95	0,0911	$\pm 0,11$	62,99	63,11	0,1611	$\pm 0,20$
$(C_6H_5C \equiv C)_2Hg$	47,71	47,62	0,2476	$\pm 0,3$	2,52	2,58	0,1360	$\pm 0,15$	49,80	49,72	0,1561	$\pm 0,18$
$(HOCH_2C \equiv C)_2Hg$	23,18	23,06	0,0884	$\pm 0,10$	1,93	1,91	0,1248	$\pm 0,15$	64,58	64,56	0,1037	$\pm 0,13$

\bar{x} — среднее арифметическое значение, s — стандартное отклонение, ϵ — абсолютная ошибка арифметического результата.

Результаты статистической обработки полученных данных приведены в табл. 3.

ԱՆՏԻՄՈՆԻ ՕԳՏԱԿՈՐԾՈՒՄԸ ՈՐՊԵՍ ՍԵՒԻԿԻ ԿԼԱՆԻԶ ԱԾԽԱԾՆԻ,
ԶՐԱԾՆԻ ԵՎ ՍԵՒԻԿԻ ՀԱՄԱՏԵՂ ՄԻԿՐՈՐՈՇՄԱՆ ԺԱՄԱՆԱԿ

Հ. Ա. ՄԵՂՐՈՅԱՆ Ե Ա. Ա. ԳՈՋԱՐՅԱՆ

Մշակված է օրգանական միացություններում ածխածնի, ջրածնի և սնդիկի համատեղ միկրոորոշման նոր եղանակ: Որպես սնդիկի կլանիչ օգտագործվել է մետաղական մանր հատիկավորված անտիմոնը:

Ածխածնի, ջրածնի և սնդիկի որոշման բացարձակ ճշտությունը կազմում է $\pm 0,1-0,25\%$:

A SIMULTANEOUS MIKRODETERMINATION OF CARBON,
HYDROGEN AND MERCURY USING ANTIMONY
AS THE MERCURY ABSORBENT

R. A. MEGROYAN and A. A. KOCHARIAN

A new method for the microdetermination of carbon, hydrogen and mercury in organic compounds using microgranular metallic antimony as the absorbent of mercury has been elaborated. The absolute precision of the determination of carbon, hydrogen and mercury lies in the range of $\pm 0,1-0,25\%$.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. М. О. Коршун, Е. В. Лавровская, ЖАХ, 3, 322 (1948).
2. М. О. Коршун, Н. С. Шевелева, ЖАХ, 15, 99 (1960).
3. А. И. Лебедева, К. Ш. Крамер, Изв. АН СССР, ОХН, 1962, 1305.
4. А. А. Абрамян, Р. А. Мегроян, Арм. хим. ж., 21, 115 (1968).
5. А. А. Абрамян, Р. А. Мегроян, А. А. Қочарян, Арм. хим. ж., 19, 849 (1966).
6. Г. Реми, Учебник неорг. химии, 1934, т. 2, стр. 422.
7. М. О. Коршун, Н. С. Шевелева, ЖАХ, 7, 109 (1952).

Армянский химический журнал, т. 37, № 2, стр. 95—101 (1984 г.)

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 547.322

ХИМИЯ ДИЕНОВ И ИХ ПРОИЗВОДНЫХ

XXI. СИНТЕЗ ХЛОРПРОИЗВОДНЫХ БУТАДИЕНА
НА ОСНОВЕ 1,3-ДИХЛОР-1-БУТЕНА

Э. Е. ҚАПЛАНЯН, А. П. АДАМЯН, Н. Ц. ТАТЕВОСЯН,
А. М. МКРТЧЯН и Г. М. МКРЯН

Научно-производственное объединение «Наирит», Ереван

Поступило 16 II 1983

Осуществлен синтез 1,1-, 1,2-дихлор-, 1,1,2-трихлор-1,3-бутадиенов через продукт хлорирования 1,3-дихлор-1-бутена—1,1,2,3-тетрахлорбутан.

Библ. ссылок 6.