

СОВМЕСТНОЕ МИКРООПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕРОДА,
 ВОДОРОДА, ГАЛОГЕНОВ И СЕРЫ
 В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

А. А. АБРАМЯН и Р. А. МЕГРОЯН

Разработан метод совместного микроопределения углерода, водорода, галогенов и серы в серу- и галогеносодержащих органических соединениях, сжиганием их в „пустой“ кварцевой трубке, в токе кислорода.

Абсолютная точность определения всех четырех элементов $\pm 0,3\%$.

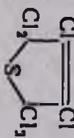
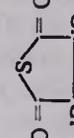
Основываясь на наших предыдущих работах [1], мы разработали новый метод совместного микроопределения углерода, водорода, галогена, серы в серу- и галогеносодержащих органических соединениях. Углерод и водород определяют обычным—весовым способом. После сжигания содержимое кварцевого поглотительного аппарата обрабатывают дистиллированной водой и в аликвотных дозах определяют галогены и серу. Хлор и бром определяют меркуриметрическим способом в присутствии дифенилкарбазона. Йод определяют аргентометрическим способом в присутствии эозина, а серу—в водноспиртовом растворе в присутствии смешанных индикаторов торона и метилового синего титруют 0,01 н раствором $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Абсолютная точность определения всех четырех элементов $\pm 0,3\%$

Экспериментальная часть

Аппаратура стандартная с пришлифованным поглотительным аппаратом для одновременного определения углерода, водорода и галогена.

Выполнение анализа. Галогены- и серусодержащие органические соединения сжигают так, как описано в наших предыдущих работах [1]. К носовой части трубки для сжиганий при помощи шлифа последовательно присоединяют поглотительные аппараты для поглощения галогенов и серы, воды и двуокиси углерода. Галогены и их соединения, а также окислы серы поглощают в первом кварцевом поглотительном аппарате продуктом термического разложения перманганата калия, осажденного на кварце, длиной 60 мм (4—4,5 г), с обеих сторон ограниченном асбестовым тампоном. Поглотитель для галогенов и серы готовят так, как описано ранее [2]. Навеску вещества (3—5 мг) в кварцевой пробирке помещают в трубку для сжигания, и сжигают в токе кислорода со скоростью 10—15 мл/мин. при 850—900°. Зону окисления нагревают до 800—850°, а поглотитель га-

Таблица

Вещества	Навеска в г	% Cl			% H			% галогенна			% S					
		вычислено	найдено	разность	вычислено	найдено	разность	вычислено	найдено	разность	вычислено	найдено	разность			
	4,320	21,70	21,60	-0,10	-	-	-	64,07	64,07	+0,17	14,40	14,68	+0,28			
	3,770	21,70	21,35	-0,35	-	63,90	63,90	0,00	14,57	14,57	+0,17	14,57	+0,17			
	4,000	16,49	16,37	-0,12	-	72,69	72,64	-0,05	10,92	10,54	-0,38	10,54	-0,38			
	4,290	16,49	16,54	+0,05	-	72,69	72,60	-0,09	10,92	10,76	-0,16	10,76	-0,16			
	3,780	13,18	13,21	+0,03	-	78,02	77,90	-0,12	8,79	9,01	+0,22	9,01	+0,22			
	3,190	13,18	13,09	-0,09	-	78,02	78,23	+0,21	8,79	8,74	-0,05	8,74	-0,05			
	3,440	26,22	26,17	-0,05	-	38,79	38,86	+0,07	17,48	17,52	+0,04	17,52	+0,04			
	3,450	26,22	26,29	+0,07	-	38,79	38,86	+0,07	17,48	17,52	+0,04	17,52	+0,04			
$[-\text{CH}_2\text{SC}(\text{=NH})(\text{NH}_2)_2 \cdot 2\text{HCl}]$	3,350	19,12	19,06	-0,06	4,86	4,86	+0,10	28,41	28,41	+0,12	25,49	25,55	+0,06			
	3,110	19,12	19,31	+0,19	4,82	4,82	+0,06	28,29	28,60	+0,31	25,49	26,41	+0,08			
$(-\text{CHCH}_2\text{SO}_2\text{Cl})_2$	3,800	18,97	18,74	-0,23	2,30	2,30	-0,07	28,06	28,15	+0,09	25,29	25,19	-0,10			
	3,760	18,97	18,87	-0,10	2,11	2,11	-0,26	28,06	27,95	-0,11	25,29	25,02	-0,27			
$[\text{=CHCH}_2\text{SC}(\text{=NH})(\text{NH}_2)_2 \cdot 2\text{HBr}]$	3,970	19,67	19,86	+0,19	3,97	3,97	+0,15	43,71	43,91	+0,20	17,48	17,59	+0,11			
	3,820	19,67	19,72	+0,05	3,98	3,98	+0,16	43,71	43,75	+0,04	17,48	17,38	-0,10			
$\text{CH}_2\text{CH}=\text{C} \begin{array}{l} \text{CH}_2 \\ \\ \text{SO}_2\text{Cl} \end{array} \text{CH}_2 \text{SO}_2\text{Cl}$	3,980	22,47	22,54	+0,07	3,26	3,26	+0,27	26,59	26,45	-0,14	23,97	23,77	-0,20			
	4,260	22,47	22,76	+0,29	2,99	2,94	-0,05	26,59	26,60	-0,01	23,97	23,95	-0,02			
$\text{I. C}_6\text{H}_4(\text{SO}_2\text{OC}_6\text{H}_5)_2$	7,080	46,61	46,90	+0,29	6,21	6,54	+0,33	22,47	22,80	+0,33	8,75	8,60	-0,15			
														II. $(\text{C}_2\text{H}_5)_4\text{I}$	4,150	4,150

логенов и серы до 400—450°. После сожжения снимают печи из-под поглотительного аппарата галогенов и серы, отделяют все три поглотительных аппарата. Отсчет весов поглотительного аппарата для воды берут на 10-ой минуте, двуокиси углерода—на 13-ой минуте. Сразу после отделения поглотительных аппаратов к носовой части трубки сожжения присоединяют следующий поглотительный аппарат и в токе кислорода нагревают до начала следующего анализа (для удаления влаги от поглотителя).

Для определения галогенов и серы содержимое поглотительного аппарата (продукт термического разложения перманганата калия, осажженный на кварце) при помощи дистиллированной воды количественно переносят на фильтр, 5—6 раз промывают небольшим количеством дистиллированной воды, фильтрат собирают в измерительные колбы емкостью 100 мл, прибавляют дистиллированной воды до метки. С помощью пипетки берут 4 аликвотных дозы до 20 мл в конические колбы емкостью 100 мл. В первых двух колбах определяют галогены, а в остальных двух колбах—серу.

Для определения хлора или брома в раствор прибавляют 1,5 мл 0,5 н раствора азотной кислоты, 8 капель 1%-ного спиртового раствора дифенилкарбазона и титруют 0,01 н раствором $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$. Для определения йода в раствор прибавляют 30—40 мг кристаллического Na_2SO_4 , раствор кипятят 4—5 минут. После охлаждения прибавляют 1 мл уксусной кислоты (1:2), одну каплю 0,5%-ного водного раствора эозина и титруют 0,01 н раствором AgNO_3 до появления пурпурного оттенка. Для определения серы аликвотную дозу кипятят и доводят объем до 10—5 мл. После охлаждения прибавляют 1,5—2 мл уксусной кислоты (1:2), 20 мл этилового спирта по 2 капли 0,2%-ного водного раствора торона и 0,0125%-ный водный раствор метилового синего. В присутствии иона SO_4 раствор становится светло-зеленого цвета; его затем титруют 0,01 н раствором $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ до появления светло-розового оттенка.

Результаты анализов некоторых органических веществ приведены в таблице.

Институт органической химии
АН АрмССР

Поступило 17 X 1966

ՕՐԳԱՆԱԿԱՆ ՄԻԱՅՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐՈՒՄ ԱԾԽԱԾՆԻ, ՋՐԱԾՆԻ, ՀԱՆՈԳԵՆՆԵՐԻ
ԵՎ ԾԾՈՒՄԲԻ ՀԱՄԱՏԵՂ ՄԻԿՐՈՈՐՈՇՄԱՆ ՆՈՐ ԵՂԱՆԱԿ

Ա. Ա. ԱՐԲԱՀԱՄՅԱՆ Ե Հ. Ա. ՄԵՂՐՈՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

Մշակված է ծծումբ և հալոգեն պարունակող օրգանական միացություններում. ածխածնի, ջրածնի, հալոգենների և ծծումբի համատեղ միկրոորոշման նոր եղանակ: Օրգանական միացությունն ալյում և կվարցի դատարկ
Армянский химический журнал, XXI, 2—3

խողովակում, թթվածնի հոսանքում: Հալոգենները և ծծումբը կլանում են ալրման խողովակի քթամասին միացած կվարցե կլանող ապարատում՝ կվարցի մանրվածքների վրա նստեցրած կալիումի պերմանգանատի ջերմային քայքայման պրոդուկտով 400—450°-ում: Ածխածնի երկօքսիդը և ջուրը կլանում են սովորական եղանակով: Ալյումից հետո կվարցե կլանող ապարատի միջի կալիումի պերմանգանատի ջերմային քայքայման պրոդուկտը թորած ջրով, մշակելով ալիկվոտային բաժիններում ծավալային եղանակով որոշում են հալոգենները և ծծումբը: Գլորը և բրոմը որոշելու համար լուծույթը շիֆենիլկարբազոնի ներկայությամբ տիտրում են $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ -ի 0,01 ն. լուծույթով: Յոդը որոշելու համար լուծույթը քացախաթթվային միջավայրում էոզինի ներկայությամբ տիտրում են AgNO_3 -ի 0,01 ն. լուծույթով: Ծծումբի զեպքում լուծույթը քացախաթթվի միջավայրում տորոնի և մեթիլենային կապուլտի ներկայությամբ տիտրում են $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ -ի 0,01 ն. լուծույթով: Չորս էլեմենտների որոշման բացարձակ ճշտությունը $\pm 0,3\%$ է:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Ա. Ա. Աբրայան, Ա. Ա. Կոչարյան, Ք. Ա. Մեգրոյան, *Արմ. քիմ. թ.*, 20, 29 (1967); Ա. Ա. Աբրայան, Ք. Ա. Մեգրոյան, *Արմ. քիմ. թ.*, 20, 191 (1967).
2. Ա. Ա. Աբրայան, Ք. Ա. Մեգրոյան, Ք. Տ. Տարկեսյան, Ք. Ա. Գալստյան, *Արմ. քիմ. թ.*, 12, 859 (1966).