

Растворимость в системе циануровая кислота—хлорид магния—вода при 50°C

Состав жидкой фазы, ¹ масс. %		Состав "остатка", масс. %		Твердая фаза
$C_3N_3O_3H_3$	$MgCl_2$	$C_3N_3O_3H_3$	$MgCl_2$	
—	37,39	—	—	$MgCl_2 \cdot 6H_2O$
0,25	37,36	0,11	46,50	то же
0,33	37,03	0,42	45,40	$MgCl_2 \cdot 6H_2O + C_3N_3O_3H_3$
0,36	37,05	6,48	41,32	то же
0,57	37,12	10,10	33,36	$C_3N_3O_3H_3$
0,48	32,97	70,66	9,07	то же
0,49	33,12	70,32	10,21	.
0,48	33,25	67,18	11,07	.
0,52	26,43	63,17	9,87	.
0,58	19,48	65,74	7,06	.
0,64	14,23	70,58	4,34	.
0,78	3,62	57,80	1,19	.
0,94	—	—	—	.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Авакян С. Н., Исаян Г. А., Есаян Г. Т., Гаспарян Ж. М., Багдасарян Р. О., Бабаян А. А. — Арм. хим. ж., 1975, т. 28, № 11, с. 939.
2. Бергман А. Г., Лужная Н. П. — Физико-химические основы изучения и исследования соляных месторождений хлорид-сульфатного типа. М., АН СССР, 1951, с. 232.

Армянский химический журнал, т. 40, № 4, стр. 255—258 (1987 г.)

УДК 543.846

МОДИФИЦИРОВАННЫЙ ВАРИАНТ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЗОТА
ПО ДЮМА-ПРЕГЛЮ

А. Х. ХАНЗАДЯН, С. М. АТАШЯН и М. Г. ВОСКАНЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван
Армянский государственный педагогический институт, Кировакан

Поступило 29 XI 1984

Ранее нами был разработан новый вариант определения азота в органических соединениях по методу Дюма-Прегля, основанный на окислительном, деструктивном разложении органического вещества перманганатом калия [1]. Образовавшиеся оксиды азота восстанавливаются на металлической меди. Недостатком способа является то, что медь сохраняет свою активность не более чем для 25 анализов, после чего возникает необходимость восстановления оксида меди. Известно также [2] определение азота в присутствии оксида никеля. Во всех случаях сож-

жение органического вещества проводится в кварцевых стаканчиках с наполнением, которые быстро подвергаются коррозии и выходят из строя. С целью упрощения аппаратуры и техники выполнения анализа кварцевая пробирка нами заменена никелевой. В настоящем варианте отпадает необходимость применения меди для восстановления незначительных количеств оксидов азота, которые образуются в результате сжигания азотсодержащих органических веществ, т. к. никелевая пробирка, выполняя роль восстановителя, участвует в процессе восстановления оксидов азота и в поглощении избытка кислорода, заменяя слой металлической меди. Образовавшийся оксид никеля в дальнейшем восстанавливается, выполняя роль окислителя. Нами проделано 130 анализов в присутствии перманганата калия в никелевой пробирке, активность которой сохранилась.

Экспериментальная часть

Схема наполнения трубки для сжигания приведена на рисунке.

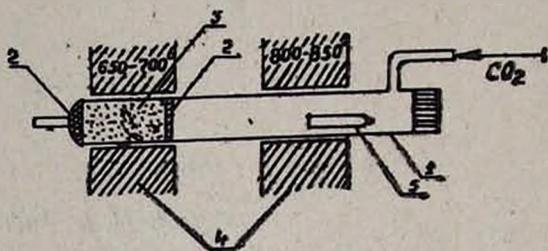


Рис. 1—Кварцевая трубка для сжигания с боковым отводом для ввода углекислого газа, 2—асбестовая пробка длиной 2—3 мм, 3—проволочная SiO длиной 70 мм, 4—электроды разъемные типа МА—Г/бр, 5—никелевая пробирка с навеской вещества и KMnO₄.

Выполнение анализа. Навеска (2—4 мг) исследуемого вещества помещается в никелевую пробирку стандартных размеров, куда добавляется 35—40 мг тонко измельченного перманганата калия. Пробирка с навеской и окислителем помещается в зоне сжигания. Открытым концом пробирка направлена к носовой части трубки. Дальнейшая подготовка установки к сжиганию производится как обычно. Сжигание вещества проводится при 800—850°. Постоянное наполнение трубки нагревается до 650—700°. Разложение вещества проводится с предварительным пиролизом. Для этого электроды передвигаются против направления углекислого газа, начиная от открытого конца пробирки. Скорость передвижения должна быть такой, чтобы в азотомер за 1 с поступало 2—3 пузырька газа. В этих условиях продолжительность сжигания составляет 15—20 мин. Ошибка определения азота +0,15% абс. Точность и надежность метода проверены в широком диапазоне веществ с различным составом и структурой! (табл.).

Таблица
Статистическая обработка результатов микроопределения азота в различных соединениях ($n=7-10$, навеска 2-4 мг)

Вещество	Вычислено	\bar{X}	S	ϵ
$H_2NC_6H_4SO_3H$	8,08	8,10	0,16	0,08
NH_2CONH_2	46,66	46,70	0,175	0,05
CH_3CONH_2	23,72	23,75	0,132	0,09
$CH_3N \begin{cases} CH_2C_6H_5 \\ CH_2C \equiv C(CH_2)_2N(CH_3)_2 \end{cases}$	12,16	12,20	0,087	0,07
	7,54	7,58	0,159	0,11
	7,65	7,68	0,118	0,13
	17,94	18,01	0,138	0,14

n — число определений, \bar{X} — среднее арифметическое значение, S — стандартное отклонение, ϵ — абсолютная ошибка среднего арифметического результата.

1. Абрамян А. А., Ханзадян А. Х., Тевосян А. С. — Арм. хим. ж., 1977, т. 30, № 3, с. 228.
 2. Абрамян А. А., Кочарян А. А., Карапетян А. Г. — Изв. АН АрмССР, ХН, 1962, т. 15, с. 225.

Армянский химический журнал, т. 40, № 4, стр. 258—260 (1987 г.)

УДК 547.735

ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ ХЛОРИРОВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ И ПРЕВРАЩЕНИЙ ХЛОРПРОИЗВОДНЫХ

ХХII. ИЗУЧЕНИЕ РЕАКЦИИ И ПРОДУКТА КРОТОНОВОЙ КОНДЕНСАЦИИ 2-АЦЕТИЛ-3,4,5-ТРИХЛОРТИОФЕНА

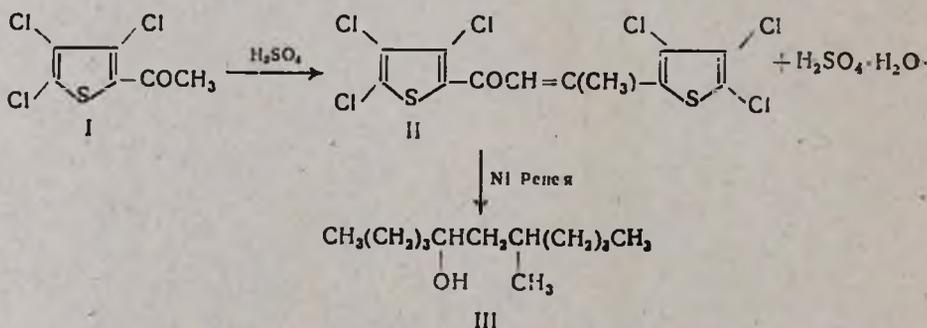
С. Г. КОНЬКОВА, А. А. САФАРЯН, Р. Т. ГРИГОРЯН и А. Н. АКОПЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван
 Институт тонкой органической химии им. А. Л. Мнджояна
 АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 22 VII 1985

К многообразным соединениям, полученным нами в последние годы реакцией 3,4,5-трихлортиофена [1—3] с электрофильными агентами, принадлежат его ацильные производные, в частности, 2-ацетил-3,4,5-трихлортиофен, на основе которого путем аминометилирования был синтезирован ряд гидрохлоридов оснований Манниха [4].

В настоящей работе показано, что в присутствии конц. серной кислоты при нагревании до 80° 2-ацетил-3,4,5-трихлортиофен подвергается кротоновой конденсации с образованием тиофенового аналога дипнона или мезитилоксида по следующей схеме:



Образующийся продукт—1,3-ди(3,4,5-трихлортиенил)-1-оксо-2-бутен (II)—как многофункциональное соединение с α,ω -трихлортиенильными кольцами, несомненно, представит интерес в органическом синтезе, и, кроме того, известно, что α,β -непредельные кетоны тиофенового ряда обладают физиологической активностью [5].

Строение продукта установлено характерными реакциями: получением динитрофенилгидразона и соответствующего спирта при восста-