

# НОВЫЙ ВАРИАНТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ПРОДУКТА ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ПЕРМАНГАНАТА КАЛИЯ ПРИ СОВМЕСТНОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ УГЛЕРОДА, ВОДОРОДА И ГАЛОГЕНОВ (С), Вг и J)

А. А. АБРАМЯН и Р. А. МЕГРОЯН

Продукт термического разложения перманганата калия используется как поглотитель галогенов в кварцевой гильзе для совместного микроопределения углерода, водорода и галогенов. Упрощена аппаратура и техника выполнения анализа. Сера, фосфор, азот и фтор не мешают определению углерода, водорода и галогенов. Точность определения углерода, водорода и галогенов колеблется в пределах 0,01—0,35%.

Продукт термического разложения перманганата калия, приготовленный особым способом [1], количественно поглощает галогены, что дает возможность определить углерод и водород весовым способом, а галогены — объемным. В предыдущей работе [2] мы использовали стандартную аппаратуру для совместного определения углерода, водорода и галогенов [3]. Поглотитель галогенов помещали в особый кварцевый поглотительный аппарат, пришлифованный к носовой части трубки для сжигания. В новом варианте упрощена аппаратура и техника выполнения анализа и уменьшен расход поглотителя. Использована аппаратура для совместного определения углерода, водорода и галогенов по Коршун, Гельман и Шевелевой [4], в которой поглотитель галогенов (металлическое серебро) помещают в кварцевую гильзу. Размеры трубки сжигания и гильзы те же, что и у названных авторов.

## Экспериментальная часть

Поглотитель галогенов (продукт термического разложения перманганата калия, осажденный на кварце или стекле) приготовлен как описано ранее [1]. В конец узкой части кварцевой гильзы помещают предварительно прокаленный асбестовый тампон, толщиной 2—3 мм, затем вся узкая часть гильзы (70 мм) наполняется поглотителем, вес которого 3—3,5 г и снова ставится асбестовый тампон. Гильза помещается в трубку для сжигания. Зону окисления, которая начинается в носовой части трубки для сжигания, нагревают до 800—850°. Узкую часть гильзы, где помещается поглотитель галогенов, нагревают до 400—450°. Вещество в кварцевой пробирке сжигается при 850—950°. При анализе азотсодержащих галогенорганических соединений для

| Вещества                                                                | Навеска<br>в мг | С в %          |                |
|-------------------------------------------------------------------------|-----------------|----------------|----------------|
|                                                                         |                 | вычис-<br>лено | найдено        |
| $\text{ClCH}_2\text{COOH}$                                              | 4,670<br>4,000  | 25,39          | 25,65<br>25,75 |
| $(\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2)_2 \cdot 2\text{HCl}$                 | 5,160<br>6,130  | 56,03          | 56,20<br>56,30 |
| $\text{C}_6\text{Cl}_6$                                                 | 2,800<br>2,600  | 25,26          | 25,51<br>25,48 |
| $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHNH}_2 \cdot \text{HCl}$                    | 2,950<br>2,940  | 49,82          | 49,90<br>49,70 |
| $\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_3$                                       | 3,980<br>3,020  | 49,00          | 49,05<br>48,80 |
| $[\text{CH}_2\text{SC}(=\text{NH})\text{NH}_2]_2 \cdot 2\text{HCl}$     | 3,630<br>3,046  | 19,12          | 19,30<br>19,00 |
| $(\text{CH}_2)_4(\text{SO}_2\text{Cl})_2$                               | 2,680<br>2,570  | 18,82          | 18,52<br>18,57 |
| $\text{CH}_2\text{ClCFClCOOH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$    | 3,030<br>3,070  | 42,52          | 42,51<br>42,70 |
| $(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{C}=\text{CHCl}$<br> <br>$\text{CH}_3$ | 3,550<br>2,840  | 53,85          | 53,65<br>53,60 |
| $\text{CH}_2=\text{CHPOCl}_2$                                           | 2,920<br>3,500  | 16,55          | 16,70<br>16,90 |
| $\text{BrC}_6\text{H}_4\text{COOH}$                                     | 5,760<br>5,210  | 41,79          | 41,61<br>41,55 |
| $\text{BrC}_6\text{H}_5$                                                | 3,400<br>3,760  | 45,86          | 46,00<br>46,20 |
| $(\text{C}_2\text{H}_5)_4\text{Nl}$                                     | 2,880<br>3,160  | 37,35          | 37,15<br>37,25 |
| $(\text{CH}_3)_3\text{NCH}_2\text{C}\equiv\text{CCH}_3$<br>             | 3,420<br>2,870  | 35,14          | 34,95<br>34,97 |

Таблица

| разница        | Н в ‰     |         |         | Гал. в ‰  |         |         |
|----------------|-----------|---------|---------|-----------|---------|---------|
|                | вычислено | найдено | разница | вычислено | найдено | разница |
| +0,26<br>+0,36 | 3,08      | 2,97    | -0,11   | 37,56     | 37,25   | -0,31   |
|                |           | 3,24    | +0,16   |           | 37,51   | -0,05   |
| +0,17<br>+0,27 | 5,44      | 5,42    | -0,02   | 27,62     | 27,34   | -0,28   |
|                |           | 5,40    | -0,04   |           | 27,36   | -0,26   |
| +0,25<br>+0,22 | —         | —       | —       | 74,73     | 74,40   | -0,34   |
|                |           | —       | —       |           | 74,38   | -0,36   |
| +0,08<br>-0,12 | 6,23      | 5,91    | -0,32   | 24,56     | 24,75   | +0,19   |
|                |           | 5,90    | -0,33   |           | 24,76   | +0,20   |
| +0,05<br>-0,20 | 2,72      | 2,81    | +0,09   | 48,28     | 48,38   | +0,10   |
|                |           | 2,96    | +0,24   |           | 48,09   | -0,19   |
| +0,18<br>-0,12 | 4,76      | 5,05    | +0,29   | 28,29     | 28,58   | +0,29   |
|                |           | 4,96    | +0,26   |           | 28,39   | +0,10   |
| -0,30<br>-0,27 | 3,13      | 3,33    | +0,20   | 27,84     | 27,87   | +0,03   |
|                |           | 3,38    | +0,25   |           | 27,77   | -0,07   |
| -0,01<br>+0,18 | 3,93      | 4,06    | +0,13   | 27,95     | 27,94   | -0,01   |
|                |           | 4,12    | +0,19   |           | 27,84   | -0,11   |
| -0,20<br>-0,25 | 8,98      | 8,62    | -0,36   | 26,59     | 26,42   | -0,17   |
|                |           | 8,94    | -0,04   |           | 26,30   | -0,29   |
| +0,15<br>+0,35 | 2,07      | 2,03    | -0,04   | 48,96     | 48,60   | -0,36   |
|                |           | 2,33    | +0,26   |           | 48,85   | -0,11   |
| -0,18<br>-0,24 | 2,48      | 2,28    | -0,20   | 39,75     | 40,00   | +0,25   |
|                |           | 2,57    | +0,09   |           | 39,89   | +0,14   |
| +0,14<br>+0,34 | 3,18      | 3,03    | -0,15   | 50,95     | 51,00   | +0,05   |
|                |           | 3,13    | -0,05   |           | 51,15   | +0,20   |
| -0,20<br>-0,10 | 7,78      | 8,04    | +0,26   | 49,41     | 49,40   | -0,01   |
|                |           | 7,68    | -0,10   |           | 49,10   | -0,31   |
| -0,19<br>-0,17 | 5,85      | 5,92    | +0,07   | 53,13     | 53,33   | +0,20   |
|                |           | 6,08    | +0,23   |           | 53,41   | +0,28   |



поглощения окислов азота не используется особый поглотитель, так как продукт термического разложения перманганата калия количественно поглощает окислы азота. До присоединения поглотительных аппаратов для воды и углекислого газа к трубке для сжигания окислительную зону и поглотитель галогенов нагревают до требуемой температуры, далее 2—3 минуты пропускают ток кислорода со скоростью 30—35 мл/мин (для осушения поглотителя галогенов), после чего присоединяют поглотительные аппараты для воды и углекислого газа. Для очистки всей системы 10—15 минут пропускают ток кислорода со скоростью 12—15 мл/мин. Снимают поглотительные аппараты воды и углекислого газа и взвешивают. Навеску вещества (3—5 мг) в кварцевой пробирке помещают в кварцевую гильзу (2/3 пробирки), Поглотительные аппараты снова соединяют с трубкой для сжигания и начинают сжигание. Сжигание вещества длится 8—10 минут, скорость тока кислорода 12—15 мл/мин. Общий расход кислорода—250—300 мл. Продолжительность определения углерода и водорода 30—35 минут.

После окончания сжигания снимают поглотительные аппараты для воды и углекислого газа, извлекают из трубки для сжигания гильзу, и содержимое гильзы количественно переносят на фильтровальную бумагу. Гильзу 2—3 раза промывают малым количеством дистиллированной воды, и эту воду пропускают через фильтр. Затем остаток на фильтре тщательно промывают дистиллированной водой. Фильтрат собирают в коническую колбу емкостью 100 мг. Галогены определяют как описано в наших предыдущих работах [2]. Хлор и бром определяют меркуриметрическим способом, а йод титруют водным раствором азотнокислого серебра в присутствии адсорбционного индикатора эозина. Результаты анализа некоторых веществ приведены в таблице.

Институт органической химии  
АН АрмССР

Поступило 22 III 1966

ՈՐԳԱՆԱԿԱՆ ՄԻԱՅՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐՈՒՄ ԱԾԽԱՅՆԻ, ԶՐԱՄԵՆԻ ԵՎ ՀԱՆՈԳԵՆՆԵՐԻ  
(ՔՐՈՐԻ, ԲՐՈՄԻ ԵՎ ՅՈՒԴ) ՀԱՄԱՏՆԵՂ ՄԻԿՐՈՐՈՇՄԱՆ ԺԱՄԱՆԱԿ ԿԱԼԻՈՒՄԻ  
ՊԵՐԴԱՆԳԱՆԱՏԻ ԶԵՐԴԱՅԻՆ ՔԱՅՔԱՅՄԱՆ ՊՐՈԴՈՒԿՏԻ ԿԻՐԱՌՄԱՆ  
ՆՈՐ ՏԱՐԲԵՐԱԿ

Ա. Ա. ԱՐԱՀԱՄՅԱՆ Ե Զ. Ա. ՄԵՂՐՈՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

(Մեր նախորդ աշխատանքներից մեկում [2] կալիումի պերմանգանատի ջերմային քայքայման պրոդուկտը օդաազոթեղով որպես հալոգենների (քլորի, բրոմի և յոդի) կլանիչ կվարցի հատուկ կլանող ապարատում, որը շլիֆով միանում է պլրման խողովակի քթամասի հետ, մշակել էինք ածխածնի,

ջրածնի և հալոգենների համատեղ միկրոորոշման նոր եղանակ: Սույն աշխատանքում կալիումի պերիանգանատի ջերմային քայքայման պրոդուկտը տեղադրելով կվարցե պարկուճի մեջ, մշակել ենք ածխածնի, ջրածնի և հալոգենների համատեղ միկրոորոշման նոր վարիանտ: Պարզեցված է ապարատության և անալիզի կատարման տեխնիկան: Ածխածնի, ջրածնի և հալոգենների որոշման բացարձակ ճշտությունը տատանվում է  $0,01-0,35\%$ -ի սահմաններում:

## Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. А. Абрамян, Р. А. Мегроян, Р. С. Саркисян, Г. А. Галстян, Арм. хим. ж., 19, 859 (1966).
2. А. А. Абрамян, Р. А. Мегроян, А. А. Кочарян, Арм. хим. ж., 20, 29 (1967).
3. М. О. Коршун, Н. С. Шевелева, ЖАХ 9, 104 (1952).
4. М. О. Коршун, Н. Э. Гельман, Н. С. Шевелева, ЖАХ, 13, 685 (1958).