

ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ КАРБАЗОЛА

41. Количественное определение 9-ацилкарбазолов

В. П. ЛОПАТИНСКИЙ, Ю. П. ШЕХИРЕВ

(Рекомендована научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

При изучении реакции карбазола и его производных со сложными виниловыми эфирами возникла необходимость в разработке методики количественного определения 9-ацильных производных карбазола. По литературным данным, для количественного определения *N*-ацильных групп обычно применяется омыление 0,5 *N* спиртовым раствором щелочи [1, 2], однако, указывается, что прочность связи ацильной группы зависит от химической природы соединения, и поэтому методика в каждом случае должна быть приспособлена к анализируемому веществу.

Результаты проведенных нами исследований показали, что наиболее удобным методом количественного определения 9-ацильных производных карбазола является омыление их 0,1 *N* раствором едкого кали в 50%-ном метаноле.

Методика анализа

К навеске 0,2 г 9-ацилкарбазола добавляют 25 мл 0,1 *N* раствора КОН в 50%-ном метаноле и кипятят с обратным холодильником 15 мин. Одновременно проводят холостой опыт. При охлаждении до комнатной температуры содержимое обеих колб титруют 0,1 *N* HCl в присутствии фенолфталеина до обесцвечивания. Содержание 9-ацильного производного карбазола определяют по формуле:

$$x = 0,001 M \cdot N_{\text{HCl}} (V_x - V),$$

где x — количество 9-ацилкарбазола, г;

M — молекулярный вес 9-ацилкарбазола;

N_{HCl} — нормальность раствора HCl;

V_x — объем раствора HCl, пошедший на титрование холостого опыта, мл;

V — то же с навеской, мл.

Результаты анализов некоторых 9-ацильных производных карбазола по этой методике приведены в таблице.

Полученные результаты показывают, что этот метод дает вполне удовлетворительные результаты, абсолютная ошибка определения редко превышает 2%. На примере 9-ацетилкарбазола нами также показано, что таким способом можно анализировать смеси карбазола с 9-ацилкарбазолами, при этом метод дает надежные результаты, если содержание карбазола в смеси не превышает 90%.

Результаты анализов некоторых 9-ацилкарбазолов

| Вещество | Навеска, г | Найдено 9-ацилкарбазола | |
|-------------------------|------------|-------------------------|------|
| | | г | % |
| 9-ацетилкарбазол | 0,1808 | 0,1799 | 99,5 |
| | 0,2016 | 0,2008 | 99,6 |
| | 0,1027 | 0,1025 | 99,8 |
| | 0,2114 | 0,2092 | 99,0 |
| 3-хлор-9-ацетилкарбазол | 0,2240 | 0,2217 | 99,8 |
| | 0,1493 | 0,1486 | 99,4 |
| | 0,1896 | 0,1877 | 98,7 |
| 9-капронилкарбазол | 0,0538 | 0,0530 | 99,5 |
| | 0,0558 | 0,0557 | 99,9 |
| 9-формилкарбазол | 0,0998 | 0,0976 | 97,8 |
| | 0,1097 | 0,1083 | 98,1 |

Выводы

Разработан метод количественного определения 9-ацилкарбазолов и их смесей с карбазолом, который дает удовлетворительные результаты.

ЛИТЕРАТУРА

1. Б. Борбанский. Количественный анализ органических соединений. ГХИ, М., 1961.
2. К. Бауэр. Анализ органических соединений. ИЛ. М., 1953.