

ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ КАРБАЗОЛА

53. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛ-АЦЕТИЛ-КАРБАЗОЛА

В. Л. ИВАСЕНКО, В. П. ЛОПАТИНСКИЙ, Е. Е. СИРОТКИНА

(Представлена научно-методическим семинаром органических кафедр
и проблемных лабораторий)

С целью изучения кинетики восстановления 9-метил-3-ацетилкарбазола нами было изучено поляррографическое поведение 9-метил-3-ацетилкарбазола и предложен метод его количественного определения в реакционных смесях. Поляррографическое определение 9-метил-3-ацетилкарбазола ранее не проводилось.

Полученные нами поляррографические волны 9-метил-3-ацетилкарбазола на фоне ацетатных буферных растворов состава $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{CH}_3\text{COOLi}$, содержащих 50% этанола, представлены на рис. 1.

Зависимость величины диффузионного тока от концентрации 9-метил-3-ацетилкарбазола — линейная (рис. 2).

В табл. 1 даны значения потенциалов полу-волн 9-метил-3-ацетилкарбазола при различных значениях pH фона.

Рассмотрение поляррограмм 9-метил-3-ацетилкарбазола, полученных на фоне буферных растворов с различными значениями pH, показывает, что в кислых буферных растворах наблюдается одна поляррографическая волна,

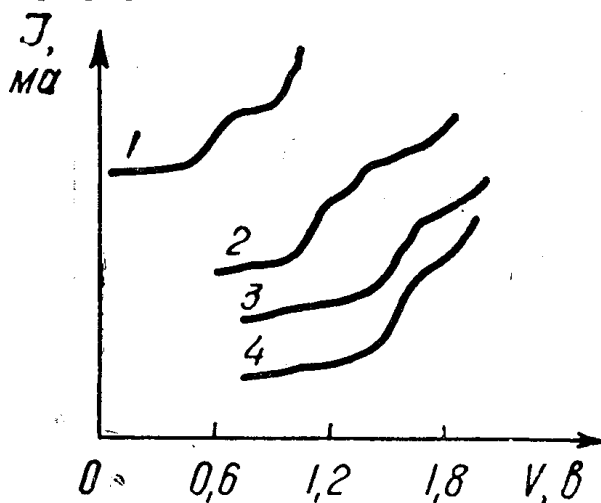


Рис. 1. 1 — pH = 2,8; 2 — pH = 5,2; 3 — pH = 8,4;
4 — pH = 12,2.

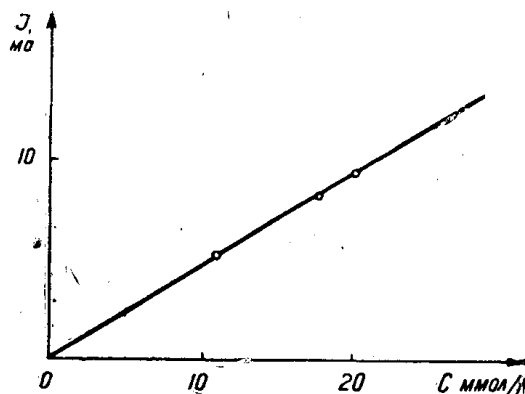


Рис. 2.

характеризующая восстановление 9-метил-3-ацетилкарбазола с присоединением одного электрона, в щелочных буферных растворах одна двухвалентная волна, а в области $\text{pH} \approx 5$ две одноэлектронных волны.

Таблица 1

Потенциалы полуволн 9-метил-3-ацетилкарбазола при различных значениях pH фона

pH	2,8	5,3	8,9	12,2
V	-0,6	-1,08—1,35	-1,6	-1,6

Экспериментальная часть

Применяемая аппаратура: полярोगраф типа 7-77-4/В с чувствительностью порядка 10^{-9} а/мм .

Все измерения проводились в термостатированной ячейке с использованием ртутного капельного электрода.

Реактивы и растворы:

Уксусная кислота, х. ч. или ч. д. а., ГОСТ-61-51.

Гидроокись лития, х. ч. или ч. д. а., ЦМТУ 2062-48.

9-метил-3-ацетилкарбазол, т. пл. 101—102°, полученный по методике (1).

Ацетатный буферный раствор состава $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{CH}_3\text{COOLi}$, содержащий 50% этанола, $\text{pH} = 5 \div 6$.

0,15 молярный раствор гидроокиси лития.

Стандартный раствор в этаноле, содержащий 0,02—0,03 мол./л 9-метил-3-ацетилкарбазола.

Описание определения

Навеску $\approx 0,3$ г анализируемого вещества помещают в мерную колбу емкостью 25 мл и растворяют в 5 мл диоксана. После растворения содержимое колбы доводят до метки этанолом, 0,2—0,5 мл полученного раствора прибавляют к 4—5 мл фона ацетатного буферного раствора с pH 5—6, содержащего 50% этанола, и после пропускания азота в течение 10 мин. производят полярोगрафирование при чувствительности полярोगрафа порядка 10^{-7} а/мм , начиная от напряжения —0,6 в. Затем добавляют стандартный раствор 9-метил-3-ацетилкарбазола в количестве 0,2—0,4 мл и после пропускания азота в течение одной минуты вновь полярोगрафируют.

Содержание 9-метил-3-ацетилкарбазола (в %) в смеси определяют по формуле [3]

$$\frac{C_{\text{ст}} \cdot \Delta V \cdot h_0 \cdot 25}{10 \left[h_1 \cdot \left(\frac{V_0 + \Delta V}{V_0} \right) - h_0 \right] \cdot V \cdot g},$$

где $C_{\text{ст}}$ — концентрация стандартного раствора, г/л ;

V_0 — первоначальный общий объем жидкости в электролизере, мл ;

ΔV — объем прибавленного стандартного раствора, мл ;

h_0 — первоначальная высота волны 9-метил-3-ацетилкарбазола, в мм ;

h_1 — высота волны после прибавления стандартного раствора, в мм ;

- V — объем анализируемого раствора, прибавленный в электролизер к фону перед полярографированием;
 h — навеска анализируемого вещества, в г.

Результаты определения 9-метил-3-ацетилкарбазола в одной и той же смеси

Концентрация в г/л: 3,75; 3,66; 3,72; 3,70; 3,66.

Данные анализов обработаны методом математической статистики и представлены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты обработки анализов 9-метил-3-ацетилкарбазола

n	\bar{x} г/л	S	α	t_α	ε	$\varepsilon_{\text{отн}}, \%$
5	3,7	$\pm 0,0559$	0,95	2,571	$\pm 0,06939$	$\pm 1,87$

В табл. 2 приняты следующие обозначения:

n — число определений,

\bar{x} — среднее арифметическое из n определений,

S — средняя квадратичная ошибка отдельного определения

$$S = \pm \sqrt{\frac{\sum (\bar{x} - x_i)^2}{n - 1}},$$

α — надежность,

t — множитель, зависящий от n и α , находят по таблице [3],

ε — точность определения

$$\varepsilon = \pm \frac{t_\alpha \cdot S}{\sqrt{n}},$$

$\varepsilon_{\text{отн}}$ — относительная погрешность метода

$$\varepsilon_{\text{отн}} = \pm \frac{\varepsilon \cdot 100}{\bar{x}} \%,$$

Выводы

1. Разработанный метод можно применить для исследования кинетики восстановления 9-метил-3-ацетилкарбазола. Надежность метода анализа 0,95; относительная ошибка $\pm 1,87\%$.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. П. Лопатинский, Е. Е. Сироткина. Изв. ТПИ, 126, 62, 1964.
2. Методы анализа химических реактивов и препаратов. ИРЕА, в. 3, 1962.
3. Г. А. Лайтинен. Химический анализ. Химия, 1966.