

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ КИСЛОРОД

Е. Е. СИРОТКИНА, Р. Г. ТОРОПОВА

(Представлена научным семинаром секции органической химии)

В практике работы с органическими веществами широко используется метод обнаружения азота путем сплавления навески вещества с металлическим натрием или калием (проба Лассеня). Этот метод является одним из наиболее общих, практически пригоден для любых соединений, содержащих азот, но обычно не использовался для получения количественных результатов [1]. Замена щелочных металлов магнием не увеличивает точности метода и все модификации (проба Федосеева и др.) остаются качественными [1].

В данной работе сделана попытка видоизменить технику количественного определения азота путем сплавления пробы вещества с металлическим натрием в закрытой бомбе. Опыт аналитических определений галогенов [2—7] и азота в бомбах был нам известен, однако, количественный анализ на азот проводится в течение нескольких часов [8], т. е. мало сокращает время, требующееся для определения азота методами Дюма или Кьельдаля.

Наши исследования показали, что легко можно добиться количественных результатов определения азота при сплавлении с металлическим натрием органических веществ, не содержащих кислород. Нами внесены некоторые конструктивные изменения в бомбу, предложенную Р. Д. Глуховской и Н. А. Угольниковым [7]. Снабдив бомбу хорошо пришлифованной пробкой, мы избавились от использования медной прокладки, которая через 5—6 определений приходит в негодность.

Сплавление занимает всего 4—5 минут, после чего продукты реакции, содержащие цианистый натрий, оттитровываются раствором азотнокислого серебра [9]. Конец титрования определяют по образованию первой устойчивой мути. Анализ подвергались в основном производные карбазола, дифениламина, некоторые технические продукты, например, сырой или обогащенный антрацен, а также полимеры. Сравнительные результаты анализа некоторых веществ разными методами приведены в таблице.

Описанное выше титрование можно применять при определении азота в неокрашенных растворах. В случае окрашенных растворов удобнее пользоваться потенциометрическим титрованием [10]. Как видно из таблицы, кислородосодержащие органические соединения этим мето-

Таблица

№ п. п.	Вещество	Найдено % азота			Теорети- ческое содержание азота
		по Дюма	по Кьель- далю	исследу- емый метод	
1	Карбазол	8,27 8,3	—	8,27 8,24 8,24	8,37
2	Дифениламин	8,2 8,1	—	8,27 8,05 8,03	8,27
3	Тетрахлоркарбазол	4,5 4,55	—	4,63 4,69 4,55	4,59
4	Сырой карбазол	7,4 7,33	7,52 7,53	7,53 7,81	—
5	Обогащенный антрацен	4,96 4,95	5,11 5,13	5,3 5,34	—
6	Обогащенный антрацен	6,27 6,25	6,23 6,4	6,21 6,52	—
7	9-Поливинилкарбазол	7,3 7,25	—	7,11 7,2	7,25
8	9-Этилкарбазол	—	—	7,00 7,18 7,13	7,18
9	N-Поливинилдифениламин	—	—	7,03 7,06 7,18	7,18
10	Нитробензол	—	—	7,16 7,15 11,76	11,38
11	Хлорнитробензол	—	—	9,54 8,69 10,58	8,9

дом не могут быть проанализированы на содержание азота, так как не дают хорошо воспроизводимых результатов. Сплавление навески вещества с металлическим натрием проводилось в бомбе с пришлифованной пробкой. Бомба представляла собой пробирку с фланцем из нержавеющей стали (длиной 40 мм, внутренним диаметром 8 мм и толщиной стенок 4 мм). Пробирка имела стальную крышку, снабженную конусом с отшлифованной поверхностью (высота конуса 10 мм). Плотное соединение крышки и корпуса бомбы достигалось вставлением конуса крышки в верхнюю конусную часть корпуса, которая также была хорошо отшлифована. В собранном виде между фланцами корпуса и крышки оставался зазор в 3—4 мм, который требовался для облегчения открывания крышки.

Предлагаемый метод удобен тем, что на выполнение анализа требуется не более пятнадцати минут и дает хорошие результаты по сходимости между опытами.

В нашей работе использовалось приспособление, в котором нагревалось одновременно 6 бомб, что является удобным для выполнения серийных анализов. Метод может быть использован в любой лаборатории, так как не требует сложного оборудования. Следует отметить, что в одной навеске может быть одновременно определен азот и галоген, если фильтрат разделить на две части и галоген определять по ранее предложенной методике [11].

Экспериментальная часть

Навеску вещества, содержащего 0,009—0,01 г азота, помещают на дно бомбы и прибавляют металлический натрий, освобожденный от окисленного слоя, в десятикратном количестве по отношению к предполагаемому содержанию азота. Бомбу закрывают пришлифованной пробкой, которую плотно прижимают в специальном приспособлении и нагревают пламенем газовой горелки (с воздушным дутьем) в продолжение 4—5 минут при температуре красного каления. После этого бомбу охлаждают погружением в стакан с холодной водой или снегом, открывают и добавляют 1,5—2 мл этилового спирта (для связывания натрия). Содержимое бомбы многократным смыванием водой количественно переносят в стакан, содержащий 25 мл дистиллированной воды, фильтруют через стеклянный фильтрат № 2, фильтрат сливают в стакан емкостью 250 мл, фильтр и склянку Бунзена споласкивают, промывные воды добавляют к фильтрату (общий объем должен быть 100 мл) и титруют 0,01 N раствором азотнокислого серебра до появления устойчивой мути.

Процентное содержание азота определяют по формуле:

$$\% = \frac{N\text{AgNo}_3 \cdot V\text{AgNo}_3 \cdot 28.100}{a \cdot 1000},$$

где a — навеска вещества, в г.

При необходимости аналитического определения азота в окрашенных продуктах удобнее пользоваться потенциометрическим титрованием [10]. В этом случае средняя относительная ошибка определения азота в карбазоле и его производных достигает 0,5 %.

Выводы

Разработан быстрый метод количественного определения азота в органических соединениях, не содержащих кислород.

ЛИТЕРАТУРА

1. С. Вайбель. Идентификация органических соединений. Издательство, 1957.
 2. М. О. Коршунов, Н. Э. Гельман. Новые методы элементарного микроанализа. Госхимиздат, 1949.
 3. Дж. Нидерль, В. Нидерль. Микрометоды количественного органического анализа. Госхимиздат, 1949.
 4. R. Kimball, Z. Gufts. Anal. Chem. **19**, 150, 1947.
 5. B. Wurzhmitt. a Forts. chem. Forsch. **I**, 485, 1950.
 6. B. Wurzhmitt. Mikrochemie. **36/37**, 769, 1951.
 7. Р. Д. Глуховская, Н. А. Угольников. Труды Томского Государственного университета. **145**, 173, 1957.
 8. R. Banks a. a. Anal. Chem. Acta. **13**, 442, 1955; РЖХим. 78512, 1956.
 9. Ф. Тредвелл. Курс аналитической химии. Т. II, ГДНТИ, 1937.
 10. Р. П. Ластовский, Ю. И. Вайнштейн. Технический анализ в производстве промежуточных продуктов и красителей 2-е изд. Госхимиздат, 1958.
 11. Р. Д. Глуховская, Н. А. Угольников. Труды Томского Государственного университета. **145**, 77, 1957.
-