

Линда ПОБУЛЬ

ДОПОЛНЕНИЯ К КОЛБОВОМУ МЕТОДУ ШЁНИГЕРА И ЕГО ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

Linda POBUL. TÄIENDUSI SCHÖNIGERI KOLVIMEETODILE NING SELLE KASUTAMINE VAAVLI MAARAMISEKS ORGAANILISTES ÜHENDITES

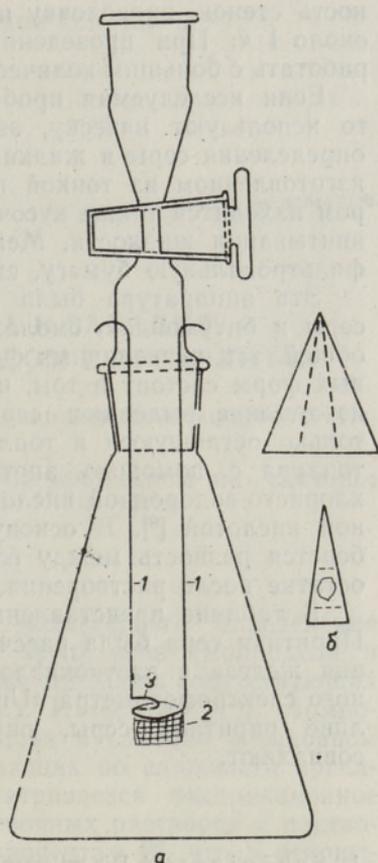
Linda POBUL. THE USE OF MODIFIED OXYGEN FLASK (SCHÖNIGER) METHOD FOR SULPHUR DETERMINATION IN ORGANIC COMPOUNDS

(Представил О. Эйзен)

Наиболее простой метод определения галогенов и серы в органических соединениях — т. н. колбовый метод Шёнигера [1], который состоит в том, что навеска исследуемого вещества в кусочке беззольной фильтровальной бумаги сжигается в находящейся в колбе корзинке из платиновой сетки в атмосфере кислорода. В образовавшемся при горении продукте определяется содержание нужного элемента [2]. Различными исследователями для этой цели употребляется аппаратура различной конструкции [3–6]. Недостатком всей применяемой аппаратуры является то обстоятельство, что бумага с исследуемой пробой поджигается вне колбы.

Используемая аппаратура (рисунок, а) состоит из 600-миллилитровой или большей по объему колбы Эрленмейера со шлифованным горлом (шлиф 29) и стеклянной пробкой с краном. В пробку впаяны две платиновые проволочки диаметром 0,8–1,0 мм. Длина проволочки 150–200 мм в зависимости от объема употребляемой колбы. Концы проволочек выступают приблизительно на 10 мм от поверхности пробки, с помощью прикрепляемых к ним «крокодилов» они присоединяются к источнику электрического тока низкого напряжения. К внутренним концам проволочек в колбе монтируется корзинка из платиновой сетки размером 10×15 мм. В данном случае использовалась платиновая сетка из проволочек диаметром 0,1 мм, имевшая 1024 отверстия на квадратный сантиметр. Конец одной проволоки соединяется с корзинкой более тонкой (диаметром 0,3–0,4 мм) платиновой проволокой, которая используется для зажигания. Она сгибается в виде дуги над корзинкой. Мешочек, свернутый из треугольной фильтровальной бумаги (рисунок, б), вместе с навеской исследуемого вещества помещают в корзинку таким образом, чтобы острый конец бумаги касался зажигающей проволоки. Так как зажигающая проволока в процессе работы время от времени перегорает, то ее концы присоединяют таким образом, чтобы ее можно было заменять. Чтобы зажечь фильтровальную бумагу, нужно лишь на мгновение пропустить через систему ток

a — Аппаратура для сжигания пробы. 1 — платиновая проволоочка диаметром 0,8—1,0 мм; 2 — корзинка из платиновой сетки; 3 — зажигательная проволоочка диаметром 0,3—0,4 мм. *b* — Бумага для сжигания пробы.



выбранного низкого напряжения. В данном случае ток напряжением около 6—7 В получают соответствующим трансформированием тока городской сети с использованием выключателя типа МП-230.

Колба заполняется кислородом лишь после того, как корзинка вместе с навеской уже вложена в колбу, в которой находится соответствующий определяемому элементу реактив [2]. Через отверстие стеклянного крана, диаметр которого равен 6—8 мм, вводится стеклянная трубка, с ее помощью колба заполняется кислородом. Вслед за этим сжигают пробу, после чего взбалтывают находящийся в колбе реагент так, чтобы стенки колбы, корзинка и проволоочки были полностью смочены. Затем колбу оставляют на 30—40 мин в покое. За это время колбу пару раз взбалтывают. Определяемый элемент анализируется далее согласно соответствующей методике [2]. При определении серы в качестве растворителя употребляли изопропиловый спирт, который вводили в колбу через отверстие в кране таким образом, чтобы он обтекал всю поверх-

Содержание серы в различных горючих сланцах

Название топлива, месторождения, свиты	Содержание серы, %					
	общей	элементарной	сульфатной	пиритной	органической	пиритной по железу *
Менилитовый сланец, Верхнее Синевидное	2,1	0,6	0	0,9	0,6	1,0
Битумолит (Боров Дол), Болгария	2,3	следы	0	2,1	0,1	2,3
Оренбургский сланец, Чаганек	8,3	0,3	следы	2,3	5,3	2,0
Кендерлыкский сланец:						
караунгурская свита	0,7	0,3	следы	0,1	0,3	0,2
кендерлыкская свита	0,9	0,3	0	0,1	0,5	0,1
саиканская свита	0,4	0,1	0	0,1	0,2	0,1
Балхашит:						
черный	0,7	0	0	0,1	0,6	следы
бурый	0,9	0	0	0,1	0,8	следы
Диктионемовый сланец, Тоолсе	3,1	0,7	0,1	2,0	0,3	1,9
Диктионемовый сланец, Маарду	2,9	0,5	0,4	1,8	0,2	2,0
Белорусский сланец	1,4	0,1	следы	1,1	0,2	1,1

* Железо в растворе определялось методом атомно-абсорбционной спектроскопии на спектрофотометре «Unikam SP1900».

ность стенок, проволочку и корзинку. Продолжительность всего опыта около 1 ч. При проведении массовых анализов можно одновременно работать с большим количеством колб.

Если исследуемая проба — твердое или сильно вязкое вещество, то используют навеску, завернутую в фильтровальную бумагу. Для определения серы в жидких веществах используют навеску в мешочке, изготовленном из тонкой полиэтиленовой пленки (5×10 мм), в котором находится также кусочек фильтровальной бумаги или поролон для впитывания жидкости. Мешочек с пробой, завернутый в треугольную фильтровальную бумагу, сжигают.

Эта аппаратура была использована для определения содержания серы в битумоидах, смолах и твердом топливе. Определяли серу как общей, так и различных форм. Суть метода определения серы различных форм состоит в том, что с помощью того или иного растворителя из топлива выделяют серу соответствующей формы и определяют только оставшуюся в топливе серу. Элементарную серу выделяют из топлива с помощью ацетона [7], сульфатную — водным раствором хлористо-водородной кислоты [8], а пиритную — путем обработки азотной кислотой [9]. В основу расчета количества серы каждой формы берется разность между ее содержанием в пробе до растворения и в остатке после растворения.

В таблице представлены результаты определения серы всех форм. Пиритная сера была рассчитана также и путем определения содержания железа в азотнокислом растворе с помощью атомно-абсорбционного спектрофотометра «Unikam SP1900». Данные о содержании в топливе пиритной серы, определенные двумя различными методами, совпадают.

ЛИТЕРАТУРА

1. Schöniger, W. Die mikroanalytische Schnellbestimmung von Halogenen und Schwefel in organischen Verbindungen. — *Microchim. Acta*, 1956, S. 869—876.
2. Климова В. А. Основные микрометоды анализа органических соединений. М., 1975, с. 110—121.
3. Соколова Н. В., Орестова В. А., Николаева В. А. Скоростной микрометод определения галогенов в органических соединениях. — *ЖАХ*, 1959, т. 14, вып. 4, с. 472—477.
4. Гельман Н. Э., Кипаренко Л. М. Элементный анализ фторорганических соединений. Микроопределение фтора в высокофторированных летучих соединениях сожжением в колбе с кислородом. — *ЖАХ*, 1965, т. 20, вып. 2, с. 229—237.
5. Терентьева Е. А., Федорова М. В., Смирнова Н. Н., Малолина П. М. Новая конструкция колбы с кислородом для определения элементов, образующихся при сожжении органических соединений твердые остатки. — *ЖАХ*, 1972, т. 27, вып. 8, с. 1598—1601.
6. Ahmed, S. M., Whalley, J. P. Analysis of total sulphur in Canadian coals by a modified oxygen-flask method using Arsenazo III. — *Fuel*, 1972, v. 51, p. 190—193.
7. Богородская Л. И. Элементарная сера, необходимость и возможность ее определения в осадочных породах и при исследовании керогена. — АН СССР, Сибирское отделение. Тр. Ин-та геол. и геофиз. Вып. 334. Новосибирск, 1977, с. 120—125.
8. Погребинская М. Л., Кожевникова О. П. Уточнение и ускорение метода определения минеральной серы (колчеданной и сульфатной в углях). — *Кокс и химия*, 1960, № 6, с. 11—12.
9. ГОСТ 8606—72. Методы определения содержания серы.