

幾種多元醇的半微量分析法

岳國粹

(中國科學院應用化學研究所)

乙醇, 2,3-丁二醇, 乙二醇, 丙三醇, 異戊四醇和己六醇在分子化學工業上是比較重要的原料。作者在研究乙醇和 2,3-丁二醇的發酵, 以及研究簡單酯化反應, 聚酯化反應和三向聚酯化反應的動力學時, 用重鉻酸鉀氧化法分析乙醇, 乙二醇和丙三醇的原理和手續^[1]改為半微量分析法, 並推廣用來分析 2,3-丁二醇, 丙三醇, 異戊四醇和己六醇等等。經過幾年來的應用, 並用其他的經典方法, 如醋酸酐法作對比^[2], 結果頗為滿意, 不僅分析手續簡便, 迅速, 且分析結果的重現性很好, 茲將分析手續介紹如下:

乙醇, 2,3-丁二醇, 乙二醇, 丙三醇, 異戊四醇和己六醇在重鉻酸鉀和純濃硫酸的溶液中完全氧化為醋酸, 或二氧化碳和水, 剩餘的重鉻酸鉀溶液在加入碘化鉀溶液後, 放出碘, 再用硫代硫酸鈉溶液滴定。

試劑: (1) 0.3N $K_2Cr_2O_7$ 溶液——稱 14.8 克化學純的重鉻酸鉀溶於 1000 毫升蒸餾水中; (2) 0.02N $Na_2S_2O_3$ 溶液——先配成 0.1N $Na_2S_2O_3$ 溶液, 使用時再稀釋之; (3) 純濃硫酸; (4) 5% KI 溶液; (5) 澱粉溶液。

樣品的配製: 在分析天秤上用約盛有 10 毫升蒸餾水的 50 毫升容量並稱取約 0.1 至 0.6 克化學純的乙醇, 或 2,3-丁二醇, 乙二醇, 丙三醇, 異戊四醇和己六醇。沖稀至 50 毫升, 每次取 1 或 2 毫升進行分析。

分析手續: 在 200×170 毫米硬質試管中準確地加入 5 毫升 0.3N $K_2Cr_2O_7$ 溶液, 3 毫升純濃硫酸, 1 或 2 毫升樣品, 搖勻, 用上有內徑為 2 毫米的細玻璃管 (下端彎成約 60° 角度, 供通氣用) 的橡皮塞蓋好, 放在沸水浴中煮 30 分鐘, 取出, 冷卻, 倒入 300 毫升磨口三角瓶中, 加入 140 毫升蒸餾水, 5 毫升 5% KI 溶液, 蓋好, 搖勻, 放置 1—3 分鐘後, 以澱粉溶液作指示劑, 用 0.02 或 0.03N $Na_2S_2O_3$ 溶液滴定之, 至溶液透明不再呈藍色時為止。同樣進行幾個空白實驗, 如幾次空白實驗所消耗的硫代硫酸鈉溶液的相差數在 0.1—0.15 毫升以下, 即可進行樣品分析。

結果的計算: 根據上列化學反應方程式計算, 得出 1 毫升 0.02N $Na_2S_2O_3$ 溶液相當 0.2303 毫克乙醇; 0.3004 毫克 2,3-丁二醇; 0.1240 毫克乙二醇; 0.1316 毫克丙三醇; 0.1135 毫克異戊四醇; 0.1401 毫克己六醇。

由於多元醇易吸水, 通常約含有 1—5% 的水分, 很不容易完全除去, 故所得實驗結果, 除無水乙醇外, 均小於 100%, 這也是合理的。

參 考 文 獻

[1] К. Бауер, "Анализ органических соединений", 第四章 (1953).

[2] 岳國粹、金春山, 化學世界, 尚未發表。