

УДК 543-1.063 + 543.272.5

Р. А. Мегроян и С. Н. Томаканян

Микроопределение серы в органических соединениях

I. Вариант количественного метода микроопределения серы в галогенсодержащих сероорганических соединениях

Наиболее распространенным методом определения серы в органических соединениях является метод Кариуса. Описаны и другие методы [1]. Однако эти методы определения серы длительны. Ранее [2] мы дали подробную методику количественного микроопределения серы в органических соединениях, содержащих С, Н, О, N, S. Изменив некоторые детали в проведении анализа, мы распространили этот метод и на соединения, содержащие галоид в сероорганических соединениях. Определение серы в соединениях, принадлежащих к различным классам органических веществ, показало, что вариант описанного нами ранее метода дает вполне удовлетворительные результаты.

Аппаратура и техника выполнения анализа подробно описаны ранее [2]. В присутствии иода в приемник наливают кроме раствора H_2O_2 1 мл 1,0 н. раствора едкого натра. После сожжения навески анализируемого вещества и поглощения продуктов горения содержимое приемника осторожно сливают в коническую колбу, приемник промывают несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды (всего 25 мл), прибавляют 2 капли раствора фенолфталеина и раствор нейтрализуют 1 н. раствором едкого натра до слабо-фиолетового цвета. Смесь упаривают до объема в 10 мл и охлаждают. К охлажденному раствору приливают 20 мл этилового спирта и 2—3 мл разбавленной (1:2) уксусной кислоты и раствор титруют 0,01 н. раствором $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ в присутствии смешанного индикатора, приготовленного по видоизмененным прописям Вагнера [3] и Инглиса [4] (2 капли 0,2%-ного раствора торона и 2 капли 0,0125%-ного раствора метилового синего), до перехода окраски от светло-зеленоватой к светло-розовой. Некоторые анализы приведены в таблице. Точность определения $\pm 0,35\%$ *

Институт тонкой органической химии
 АН АрмССР

Поступило 10 VII 1964

* Не имея органических веществ, содержащих одновременно серу и иод, мы искусственно готовили смеси органических веществ, содержащих в отдельности серу и иод.

Таблица

Определение серы в органических соединениях, содержащих С, Н, О,
N, S, Cl, Br, J, Na

Вещества	Навеска в мг	% серы		Разница в %	
		найдено	вычислено		
$C_{17}H_{18}O_8N_2Cl_2SNa$ натриевая соль этилмеркаптосукцината левомецитина	3,870	6,33	6,26	-0,07	
	4,760		6,17	-0,16	
$C_{22}M_{11}O_8N_2Cl_2SNa$ натриевая соль бензилмеркаптосукцината левомецитина	7,230	5,64	5,86	+0,22	
	4,960		5,94	+0,30	
$C_{15}H_{16}O_8N_2Cl_2SNa$ натриевая соль моноэфира тиодиксусной кислоты левомецитина	3,250	6,71	6,83	+0,12	
	4,950		6,72	+0,08	
$C_{14}H_{20}O_2N_2S \cdot HCl$ хлоргидрат S-(3-карбметокси-4-бутокси- бензил)-тиомочевины	5,760	9,63	9,50	-0,13	
	9,420		9,61	-0,02	
$C_{10}H_{14}ON_2S \cdot HCl$ хлоргидрат S-(4-этоксibenзил)-тиомочевины	4,650	12,95	12,74	-0,21	
	4,570		13,11	+0,26	
$C_8H_{12}N_2S \cdot 2HCl$ дихлоргидрат γ -диметиламинопропил- β -ди- метиламиноэтил сульфида	4,570	12,17	12,35	+0,18	
	6,480		12,20	+0,03	
$C_8H_{12}O_2N_2ClS$ тиосемикарбазон этилового эфира хлор- ацетоуксусной кислоты	4,200	13,48	13,30	-0,18	
	4,270		13,40	-0,08	
$C_8H_{12}O_2NBrS$ этилолуолсульфонат 2-бромбензилдими- тиламина	4,730	7,73	7,83	+0,10	
	4,360		7,72	-0,01	
$C_{11}H_{14}O_2BrS$ 3-бром-4-этоксibenзилмеркаптоуксусная кислота	4,000	10,50	10,17	-0,33	
	4,210		10,37	-0,13	
I. сульфаниловая кислота $C_6H_7O_2N$	6,560	9,60	3,440	9,60	—
			3,120		
II. йодистый триметил-(2-хлор-3-метилбу- тен-2-ил)-аммоний $C_8H_{17}NClI$	5,340	9,37	2,690	9,38	+0,01
			2,650		
I. хлористоводородная соль этадизо- тиомочевины $C_8H_{16}N_4S_2 \cdot 2HCl$	5,060	11,73	2,330	11,65	-0,08
			2,730		
II. йодистый триметил-(2-хлор-3-метилбу- тен-2-ил)-аммоний $C_8H_{17}NClI$	4,530	12,49	2,220	12,66	+0,17
			2,310		

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. Фридрих, Практика количественного органического микроанализа. ГНТИ, Москва—Ленинград, 1939, 142; J. Lysys, J. Zarembo, Anal. Chem. **30**, 428 (1958); М. О. Коршун, Н. Э. Гельман, Новые методы элементарного микроанализа. Госхимиздат, Москва—Ленинград, 1949; А. Н. Лебедева, И. В. Новожилова, ЖАХ **14**, 223 (1961).
2. Р. А. Мегроян, С. Н. Тонакян, Изв. АН АрмССР, ХИ **15**, 33 (1962).
3. Н. Wagner, Mikrochim. Acta **1957**, 19.
4. A. S. Inglis, Mikrochim. Acta **1958**, 1834.