ՀԱՅԿԱԿԱՆ ՔԻՄԻԱԿԱՆ ԱՄՍԱԳԻՐ
АРМЯНСКИЙ ХИМИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
XXXIII, № 11, 1980

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 543.1063+543.272.5

НОВЫЙ ВАРИАНТ МИКРООПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

Р. А. МЕГРОЯН и А. А. КОЧАРЯН

Армянский филиал ВНИИ «ИРЕА», Ереван

Поступило 10 I 1980

Известно [1], что для микроопределения серы в органических соединениях в качестве окислителя применяют перманганат калия в запаянных стеклянных трубках с сожжением в течение 1 часа при 400—500°. Однако этот метод имеет свои недостатки: длительность сожжения и неточность анализа вследствие неполного сожжения полимеров, гетероциклических соединений и соединений с содержанием серы более 20%.

В настоящей работе разработан новый вариант определения серы в органических соединениях различного строения и элементного состава. В качестве окислителя используется порошок перманганата калия, продукт термического разложения которого служит катализатором сожжения и поглотителем окислов серы. Навески вещества берутся в кварцевой пробирке.

Обнаружено, что использование при анализе серуорганических соединений порошка перманганата калия в качестве окислителя и увеличение температуры сожжения до 750—820° приводит к полному их окислению с образованием сульфата. При этих условиях продолжительность сожжения веществ сокращается до 10—15 мин. Влияние температуры на полноту сожжения было замечено также при совместном микроопределении N, S и N, Гал, S [2, 3]. Опыты показали, что уменьшение размера кварцевых гранул, применяющихся в качестве разбавителя [2], до 0,1—0,3 *мм* приводит к более равномерному сожжению без вспышки.

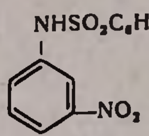
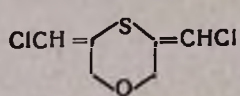
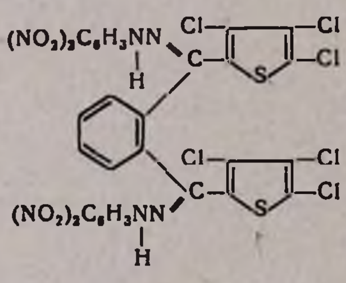
Таким образом, предложенный вариант позволяет устранить вышеуказанные недостатки, уменьшить количество исследуемого вещества и реактивов. Он эффективен, прост, имеет хорошую воспроизводимость, а также позволяет осуществить быстрый серийный анализ.

Экспериментальная часть

Вещества окисляют в кварцевой пробирке (открытой или с притертой пробкой) размером 100×9 *мм*. Навеску (3—6 *мг*) помещают в пробирку, добавляют 25—30 *мг* порошка перманганата калия, 1—1,5 *г* гранулированного кварца (величина гранул 0,1—0,3 *мм*), содержимое пробирки перемешивают осторожным встряхиванием, добавляют еще 0,5 *г* гранулированного кварца. Пробирку помещают в электропечь типа МА-6к или СУОЛ-0,15. 0,6/12МР и сжигают при 750—820° 10—15 мин.

Таблица

Результаты определения серы в органических соединениях

Вещество	n	S, %			
		вычислено	$\bar{x}$	Sr	ε_α
$CH_3SCH_2CH_2\underset{NH_2}{C}COOH$	6	21,49	21,44	0,132	±0,138
	5	10,97	10,90	0,148	±0,18
	5	16,24	16,15	0,139	±0,23
	5	17,63	17,61	0,085	±0,13
$CS(NH_2)_2$	5	42,05	42,10	0,108	±0,14
	5	7,39	7,41	0,086	±0,10

n — число определений; $\bar{x}$ — среднее арифметическое значение результатов; Sr — стандартное отклонение; ε_α — абсолютная ошибка среднего арифметического результата.

Количественное определение содержания серы осуществляют по ранее описанному методу [2], с той лишь разницей, что фильтрат подкисляют 0,5 *н* раствором HNO_3 по фенолфталеину до обесцвечивания, добавляя 2—3 капли избытка (pH 3—4).

Метод был проведен на ряде серусодержащих органических соединений с различной структурой и свойствами. Точность определения серы±0,2 абс.%. Результаты анализов приведены в таблице.

ЛИТЕРАТУРА

1. *А. А. Абрамян, Р. С. Саркисян,* Изв. АН Арм.ССР, XII, 16, 131 (1963).
2. *А. А. Абрамян, А. С. Тевосян, Р. А. Мегроян,* ЖАХ, 30, 817 (1975).
3. *А. А. Абрамян, А. С. Тевосян, Р. А. Мегроян,* Арм. хим. ж., 29, 1059 (1976).