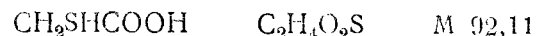


76. ТИОГЛИКОЛЕВАЯ КИСЛОТА



Klason, Carlson, B. 39, 733 (1906).

Получение

Раствор 25 г монохлоруксусной кислоты в 125 мл воды при помешивании постепенно прибавляют к 240 мл 15%-ного водного раствора KHS (приготовление см. стр. 64), 15 мин. нагревают на водяной бане до 70—80° и прибавляют к раствору конц. водный раствор, содержащий 61 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и 23 мл 25%-ного NH_3 . Если в течение нескольких часов кристаллизация не наступает, то потиранием палочкой стенок сосуда и встряхиванием вызывают ее. Выпавшую соль тиогликолевой кислоты отсасывают, промывают водой и обрабатывают тройным по весу соли количеством 12%-ной H_2SO_4 . Выделившуюся тиогликоловую кислоту в делительной воронке трижды экстрагируют эфиром, беря каждый раз по 30 мл. Эфирный слой фильтруют, отгоняют эфир на водяной бане, остаток перегоняют в вакууме при 16 мм, собирая фракцию, кипящую при 107—108°.

Свойства. Тиогликолевая кислота — маслообразная жидкость, смешивающаяся с водой, спиртом, эфиром. Легко окисляется на воздухе с образованием тиодигликолевой кислоты.

Реактив

1. Раствор 8 мл тиогликолевой кислоты и 16 мл 25%-ного NH_3 в 100 мл воды.

Аналитическое применение тиогликолевой кислоты

Качественные реакции

I. Fe 1. E. Lyons, J. Am. Ch. Soc. 49, 1916 (1927).

Количественные определения

- II. Fe 1. G. Leavell, E. Ellis (в крови и молоке), Ind. 6, 46 (1934).
 2. S. Tompsett (в биологическом материале), Bioch. J. 28, 1536 (1934).
 3. H. Swank, M. Mellon, Ind. 10, 7 (1938).
 4. J. Dubský, V. Sindelár (изучение макро- и микрометодов), Mikroch. Acta 3, 258 (1938).
 5. C. Mayr, A. Gebauer (изучение макро- и микрометодов), Z. anal. Ch. 116, 225 (1939).
 6. R. Chirnside, C. Pritchard (в стекле), J. Soc. Glass Technol. 23, 26 (1939).
 7. R. Koenig, C. Johnson, J. biol. Ch. 142, 233 (1942).

III. Обзоры

1. C. Mayr, A. Gebauer (отделение Fe от Al, Ca, Mg, Ti), Z. anal. Ch. 113, 189 (1938).

77. ТИОМОЧЕВИНА



Claus, B. 6, 727 (1873).

Получение

30 г NH_4CNS плавят в эмалированной чаше на голом огне, пока не появится мелко пузыристая желтая пена и не начнется бурное выделение NH_3 , CS_2 и H_2S . Температура при этом должна быть в пределах 165—170°. Через некоторое время реакционную массу охлаждают и к ней постепенно прибавляют холодную воду, избегая ее избытка. Массу тщательно растирают и не вступивший в реакцию NH_4CNS извлекают встряхиванием с теплым спиртом. Остаток дважды перекристаллизуют из воды, промывая ледяной дистиллированной водой; сушат на воздухе.

Свойства. Тиомочевина — белое кристаллическое вещество; т. п. 180°.

Почти нерастворима в холодном спирте и эфире; при комнатной температуре растворима в воде 1:11. Стабильность растворов тиомочевины зависит от чистоты препарата.

Реактив

1. Раствор 5 г тиомочевины в 100 мл воды.
2. Раствор 14 г нитрата тиомочевины в 100 мл воды.
3. Сухой препарат тиомочевины.

Аналитическое применение тиомочевины

Качественные реакции

- I. Bi 1. C. Miller, Ch. Analyst 23, № 2, 8 (1934).
 2. J. Dubský, A. Okáč, B. Okáč, Z. anorg. Ch. 216, 386 (1934).
 3. J. Dubský, A. Okáč, B. Okáč, J. Trtílek, Z. anal. Ch. 98, 184 (1934).
 4. J. Dubský, J. Trtílek, Ch. obzor 9, 142 (1934).
 5. A. Jilek, Ch. Listy, 14, 165 (1935).
 6. F. Martillotti (в моче), Pediatria 44, 341 (1936).
- II. Cd 1. G. Denigès, Bull. Soc. pharm. Bordeaux 76, 13 (1938).
- III. Os 1. Л. Чугаев, С. г. 167, 225 (1918).
 2. См. IV, 1.
 3. H. Fraser (микрометод), Am. Mineralogist 22, 1016 (1937).
- IV. Ru 1. L. Wöhler, L. Metz, Z. anorg. Ch. 138, 368 (1924).
 2. B. Steiger, Mikroch. 16, 193 (1935).
- V. Se 1. P. Falicola, Annali ch. appl. 17, 357 (1927).
 2. M. Evans (микрометод), Am. Mineralogist 22, 1128 (1937).
- VI. Te 1. P. Falicola, Annali ch. appl. 17, 359 (1927).