

JOANNA KULICKA
RYSZARD BARANOWSKI
ZBIGNIEW GREGOROWICZ
Katedra Chemii Sanitarnej

ZDZISŁAW KULICKI
Katedra Technologii Chem. Organ.

ZASTOSOWANIE METOD OBJĘTOŚCIOWYCH DO BADANIA
CZYSTOŚCI I PRZEBIEGU SULFONACJI NIEKTÓRYCH
WĘGLOWODORÓW AROMATYCZNYCH

Opracowano nowe metody objętościowe oznaczania siarczanów obok związków arylosulfonowych. Metody te polegają na wytrącaniu siarczanów nadmiarem azotanu ołowiawego, który odmiareczkuje się przy pomocy mianowanego roztworu żelazocyjanku potasowego, w obecności błękitu wariaminowego jako indykatora redoksowego.

Stosowano środowiska alkoholowo-wodne i acetonowo-wodne, przy czym prowadzenie oznaczeń w środowisku acetonowo-wodnym okazało się szczególnie korzystne.

Siarczany oznaczano w obecności prostych związków arylosulfonowych, takich jak kwas benzenosulfonowy, kwas toluenosulfonowy, kwas beta-naftalenosulfonowy [1,2], jak również obok związków typu detergentów alkiloarylosulfonowych [3] o długim łańcuchu węgla. Aniony te oznaczano tak że obok kwasów polialkiloarylosulfonowych, takich jak kwas mezytyleno- i pseudokumenosulfonowy [4].

Metody odznaczają się dużą łatwością wykonania i stosują proste, łatwo dostępne odczynniki. Przy zachowaniu odpowiednich warunków uzyskuje się dokładne i powtarzalne wyniki.

Metody te nadają się bardzo dobrze do badania przebiegu procesów sulfonowania związków arylowych, na przykład benzenu, toluenu i związków alkiloarylowych.

Tablica 1

Kontrola przebiegu sulfonowania benzenu

Nr próby	Czas sulfonowania min	Kwasowość całkowita w mg H ₂ SO ₄	Oznaczenie kwasu siarkowego mg H ₂ SO ₄		Błąd w stosunku do oznaczeń wagowych %
			objętościowo	wagowo	
1	30	600,8	461,1	468,7	-1,6
2	45	579,2	429,8	434,4	-1,0
3	60	572,6	414,7	420,1	-1,3
4	75	568,2	408,9	409,7	-0,2
5	90	565,0	404,8	408,3	-0,8
6	105	563,1	401,6	406,3	-1,1
7	120	562,8	398,8	400,4	-0,4
8	135	561,7	398,7	403,6	-1,2
9	150	563,2	400,1	396,1	+1,0
10	165	563,4	398,0	400,3	-0,6
11	180	564,1	398,9	407,9	-2,2
12	195	564,3	402,1	405,1	-0,7

Tablica 2

Oznaczenie siarczanów obok alkiloarylosulfonionów

Wprowadzono		Oznaczone Na ₂ SO ₄				Błąd %
Na ₂ SO ₄ mg	Sulfonian mg	mg			średnio	
Cetylonaftalenosulfonian amonu						
0	57,4	0	0	0	0	0
7,24	57,4	7,27	7,20	7,25	7,24	0
14,55	57,4	14,45	14,55	14,65	14,55	0
36,35	57,4	35,46	35,50	35,54	35,50	-2,3
Tetradecylobenzenosulfonian sodu						
8,71	90,0	8,81	8,84	8,78	8,81	+1,1
15,95	90,0	15,65	15,70	15,75	15,70	-1,5
23,26	90,0	22,93	23,00	23,07	23,00	-1,1
Dodecylobenzenosulfonian sodu						
1,94	90,0	1,90	1,94	1,98	1,94	0
9,18	90,0	8,99	9,00	9,02	9,00	-1,9
16,49	90,0	16,49	16,50	16,49	16,49	0

Dla zilustrowania przebiegu prowadzonych doświadczeń służyć mogą tablice 1 i 2.

LITERATURA

- [1] Gregorowicz Z., Kulicka J.: Z.anal.Chem., 188(1962), 263.
- [2] Gregorowicz Z., Kulicka J., Baranowski R., Kulicki Z.: Z.anal.Chem., 195 (1963), 348.
- [3] Gregorowicz Z., Kulicka J., Baranowski R., Kulicki Z.: Z.anal.Chem., 199 (1964), 207.
- [4] Gregorowicz Z., Kulicka J., Kulicki Z.: w przygotowaniu do druku.