

Jerzy SZUBA, Urszula MIKOŁAJSKA  
Stanisław BAL, Roman ŚWIERCZEK  
Katedra Technologii Chemicznej Węgla

#### OZNACZANIE TIOFENU W PRÓBKACH ZAWIERAJĄCYCH DWUSIARCZEK WĘGLA

Oznaczanie siarki całkowitej w benzenie zostało opracowane w zadowalającym stopniu i polecane metody [1, 2] odznaczają się wystarczającą dokładnością. Na szczególną uwagę zasługuje oznaczenie siarki przez redukcję na niklu Raney'a [2].

Handlowe gatunki benzenu zawierają zazwyczaj tylko dwa związki siarki, a mianowicie tiofen i  $CS_2$ . Do oznaczenia siarki zawartej w postaci tiofenu służy metoda kolorymetryczna [3], która jest mało rzetelna. Wyliczanie zawartości tiofenu z oznaczenia siarki całkowitej oraz oznaczenia  $CS_2$  prowadzi do dużych błędów względnych, jeśli stężenie  $CS_2$  znacznie przewyższa stężenie tiofenu.

Proponowana metoda opiera się na spostrzeżeniu, że  $CS_2$  ulega ilościowemu związaniu, o ile próbkę benzenu z dodatkiem odpowiedniej ilości metanolu przechowuje się przez kilka godzin nad wapnem sodowanym. Pozostały w benzenie tiofen można oznaczyć dowolną metodą, przeznaczoną do oznaczania siarki całkowitej, na przykład przez redukcję na niklu Raney'a.

Zazwyczaj zawartość  $CS_2$  w benzenie nie przekracza kilku dziesiątych procentu. Do próbki takiej dodaje się 2% metanolu, po czym wlewa się ją do naczynia zawierającego wapno sodowane w granulach. Lustro cieczy nie powinno przy tym sięgać ponad warstwę granuliek. Po zamknięciu naczynia odstawia się je na 24 godzin, na-

stępnie ciecz zlewa się przez sączek i oznacza w niej siarkę tiofenową. O ile w próbce oznaczono wcześniej siarkę całkowitą, podany tok postępowania pozwala pośrednio obliczyć zawartość  $CS_2$ .

Wartość referowanej metody polega na tym, że można przy jej pomocy oznaczyć siarkę całkowitą, tiofenową i  $CS_2$  przez dwukrotne oznaczenie siarki przez redukcję na niklu Raneya. Ta ostatnia metoda uchodzi za jedną z najlepszych i przyjęta została przez normy wielu krajów.

## LITERATURA

- [1] PN-65/C-97078
- [2] BN-65/0551-02
- [3] ZN-66/MPCh/ZPRN. Grupa katalogowa X 52.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИОФЕНА В ПРОБАХ БЕНЗОЛА  
СОДЕРЖАЩИХ СЕРОУГЛЕРОД

DETERMINATION OF TIOPHENE IN SAMPLES,  
CONTAINING CARBON DISULPHIDE