

Maria ŁUGOWSKA, Jarosław FLIGIER, Piotr CZICHON

Katedra Technologii Wielkiego Przemysłu Nieorganicznego  
Zakład Analizy Technicznej

PRZYSTOSOWANIE METODY FISCHERA DO OZNACZANIA WODY W KWASACH  
ALKILOARYLOSULFONOWYCH ZAWIERAJĄCYCH WOLNY KWAS SIARKOWY

Oznaczenie wody polegające według polskiej normy C-04523 na azeotropowym oddestylowaniu wody z ksylenem, w przypadku układu: kwas alkiloarylosulfonowy - woda - kwas siarkowy zawodzi całkowicie.

W niniejszej pracy zbadano możliwość zastosowania dla powyższego układu metody Fischera, wyznaczono precyzję tej metody, a także wykazano, że na dokładność oznaczeń nie mają wpływu zmienne zawartości wody (2-15%) i wolnego kwasu siarkowego (3-14%).

Odczynnik Fischera sporządzono wg danych literaturowych [1]. Do analizy użyto kwasu dodecylobenzenosulfonowego pochodzenia krajowego. Do 5-gramowych naważek surowego kwasu dodecylobenzenosulfonowego dodawano odpowiednio zmienne ilości wody lub kwasu siarkowego. Ujednorodnione próbki roztworzano w bezwodnej pirydynie.

W tak przygotowanych roztworach oznaczano wodę odmiareczkując nadmiar odczynnika Fischera wzorcowym roztworem wody w metanolu. Oznaczenie to przeprowadzono metodą "martwego punktu" w typowym zestawie do miareczkowania odczynnikami Fischera [2] stosując zmodyfikowany układ pomiarowy wg Foulka Bowdena [1].

Na podstawie 10 pomiarów przeprowadzono obliczenia precyzji metod [3]: dla wartości średniej  $\bar{x} = 12,06$  (mg), odchylenie standardowe średniej  $\bar{s} = 0,064$ , stąd przedział ufności dla prawdopodobieństwa 95%  $\mu = 12,06 \pm 0,15$  (mg). Precyzja metody = 2,5%.

Otrzymane wyniki wskazują, że metoda Fischera nadaje się do oznaczania wody nie tylko w kwasach alkiloarylosulfonowych otrzymywanych przez sulfonowanie przy pomocy  $\text{SO}_3$ , ale także przy pomocy oleum (tablica 1).

Tablica 1

Wyniki oznaczania wody metodą Fischera  
w surowym kwasie dodecylobenzenosulfonowym  
przy zmiennej zawartości kwasu siarkowego

Lp.	Zawartość dodanego $\text{H}_2\text{SO}_4$ %	Dodano wody mg	Oznaczono mg	Błąd %
1	3,07	10,29	10,25	- 0,39
2	5,29	11,21	11,28	+ 0,62
3	7,75	12,41	12,37	- 0,32
4	11,50	13,11	13,03	- 0,61
5	14,03	14,19	14,12	- 0,47

#### LITERATURA

- [1] Minczewski J., Łada Z.: Miareczkowanie potencjometryczne PWN-Warszawa (1957).
- [2] Minczewski J.: Przem.Chem 31, 83 (1952).
- [3] Minczewski J., Marczenko Z.: Chemia Analityczna PWN, Warszawa (1955).

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ФИШЕРА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ  
ВОДЫ АЛКИЛ-АРЫЛСУЛЬФОНОВЫХ КИСЛОТАХ СОДЕРЖАЩИХ  
СВОБОДНУЮ СЕРНУЮ КИСЛОТУ**

**APPLICATION OF FISCHER'S METHOD TO THE DETERMINATION OF  
WATER IN ALKYLARYLSULPHATE ACIDS WITH FREE SULFURIC ACID**