

UOT 669.21.8

ELEMENTAR KÜKÜRDÜN ETİLENDİAMİNDƏ HƏLLOLMASI**Ə.M.Qarayev**

AMEA-nın Naxçıvan bölməsi Təbii Ehtiyatlar İnstitutu
AZ 7000, Naxçıvan şəh., H. Əliyev pr.,35; e-mail: ahmedgaraev

Elementar kükürdün etilendiamində həllolma şəraiti tədqiq edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, adi şəraitdə (22⁰C) kükürd etilendiamində həll olur və sistemin mol nisbətləri 1.04-1.25:1 təşkil edir. Kükürdün etilendiamində qatılığı 500-600 q/l həddində olur. Məhlulun qatı və durulaşmış forması iysizdir, çox davamlıdır və qapalı qabda uzun müddət saxlanması mümkündür. Kükürdün etilendiamində həllolması 3-5 dəqiqəyə başa çatır və alınan məhlulun effektiv xassələrindən biri onun qeyri-üzvi və üzvi sintezdə sulfidləşdirici agent kimi istifadə edilə bilməsidir.

Açar sözlər: həllolma, etilendiamin, kükürd, sulfidləşdirici agent.

Yüksək təmizliyə malik elementar kükürd ikili və üçlü yarımkeçirici birləşmələrin sintezində geniş tətbiq edilir. Təmiz kükürd zəhərli deyildir. O, dəri xəstəliklərində istifadə edilən bir sıra məlhəmlərin tərkibinə daxildir. Əridilmiş kükürdlə şüşə lifinin qarışığından yüksək bərkliyə malik olan, nəm

və soyuğu keçirməyən tikinti materialları hazırlanır. Kristallik kükürd həmçinin elektrik xassəli olub, uzun müddət elektrik yükünü saxlayır. Kükürd bir sıra üzvi həlledicilərdə həll olur. Aşağıdakı cədvəldə kükürdün müxtəlif temperaturalarda, karbon sulfid və benzolda həllolması verilmişdir.

Cədvəl 1. Kükürdün karbon-sulfid və benzolda həll olması (q/100q həlledicidə)

Temperatur, ⁰ C	0	20	40	60	80	100
Həlledicilər						
CS ₂	18.0	29.5	50.0	66.0	79.0	92.0
C ₆ H ₆	1.0	1.7	3.2	6.0	10.5	17.5

Kükürd eyni zamanda skipidarda və digər üzvi həlledicilərdə də qismən həll olur [1]. Müəlliflər [2] tərəfindən elementar kükürdün hidrazinhidrat – amin sistemində həllolması üsulu işlənmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, hidrazinhidratın aminə nisbəti 1: 0.05-0.5 olduqda kükürdün həllolması 1200–1344 q/l təşkil edir. Digər bir işdə [3] tutum və borularda yığılan sərbəst kükürdün dialkil disulfidlərlə 5-10 hissə mono, di- və trialifatik

aminlərin qarışığında həllolması öyrənilmişdir. Sərbəst kükürdün 80-90⁰C temperaturda 30-60%-li natrium hidroksid məhlulunda həllolması və nəticədə natrium sulfidin alınması metodu da məlumdur [4, s. 216].

Qeyd olunan məlum işlərlə yanaşı tərəfimizdən elementar kükürdün adi şəraitdə (22⁰C) etilendiamində həllolma şəraiti araşdırılmışdır.

TƏCRÜBİ HİSSƏ

Elementar kükürd adi şəraitdə etilendiamində həll edilmişdir. Həllolma zamanı ilk əvvəl tünd yaşıl, sonra isə qəhvəyi qırmızı rəngli özülü məhlul alınmışdır. Məhlul çox davamlıdır. Su ilə istənilən nisbətdə

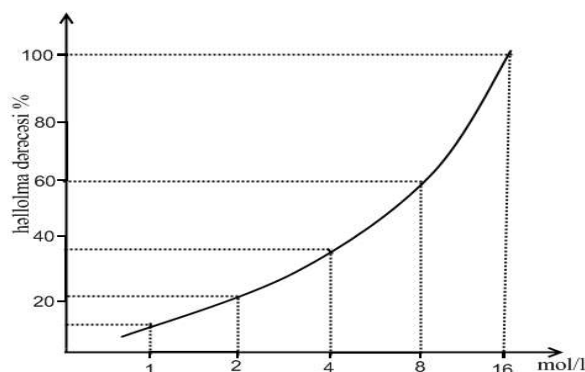
durulaşır və uzun müddət saxlanması mümkündür. Təcrübələr aşağıdakı qaydada aparılmışdır. Həcmi 10 ml olan kolbaya müəyyən miqdar kükürd tozu tökülür və üzərinə yenə müəyyən miqdar etilendiaminin

qatı məhlulu əlavə edilir, kolbanın ağzı kip bağlanır, maqnit qarışdırıcısı ilə 3-5 dəqiqə qarışdırılır. Proses kolbada kükürdün artığı qalana kimi davam etdirilir.

Etilendiamin $\text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2$ qələvi xassəli, havada tüstülənən, ammonyak iyi verən və 116.5°C temperaturda qaynayan özülü mayedir. Etilendiamin səthi aktiv yuyucu tozların hazırlanmasında, iondəyişdirici qatranların istehsalında, həşaratlara qarşı işlədilən zəhərli maddələrin alınmasında tətbiq edilir. Eyni zamanda qeyri-üzvi birləşmələrin

tədqiqində asan kompleksmələğətirci kimi işlədilir [5, s. 719].

Prosesin optimal şəraitini müəyyən etmək üçün həllolmaya təsir edən bir sıra faktorlar araşdırılmışdır. Kükürdün etilendiamində həllolma dərəcəsinin həlledicinin qatılığından asılılığı müəyyən edilmiş və alınan nəticələrə əsasən aşağıdakı əyrı qurulmuşdur. Etilendiaminin ilkin qatılığı 16.3 mol/l olmuşdur. Proses otaq temperaturunda aparılmışdır.



Şəkil 1. Elementar kükürdün həllolma dərəcəsinin etilendiaminin qatılığından asılılığı

Şəkildən aydın olur ki, həllolma etilendiaminin qatılığından kəskin sürətdə asılıdır. Kükürd qatı etilendiamində tam həll olur (16.3 mol/l), həllolma dərəcəsi 100% -dir. Qatılıq azaldıqca həllolma da azalır, belə ki, 8

mol-da 56 %, 4 mol-da 35 %, 2 mol-da 20 %, 1 mol-da isə 16 % təşkil edir. Sərbəst kükürdün həllolma dərəcəsinin etilendiaminin miqdarından asılılığının nəticələri cədvəl 2-də verilmişdir.

Cədvəl 2. Kükürdün həllolma dərəcəsinin etilendiaminin miqdarından asılılığı. $[\text{C}_{\text{eda}}] = 16.3 \text{ Mol/l}$, temperatur 22°C , qarışdırma müddəti 3 dəq.

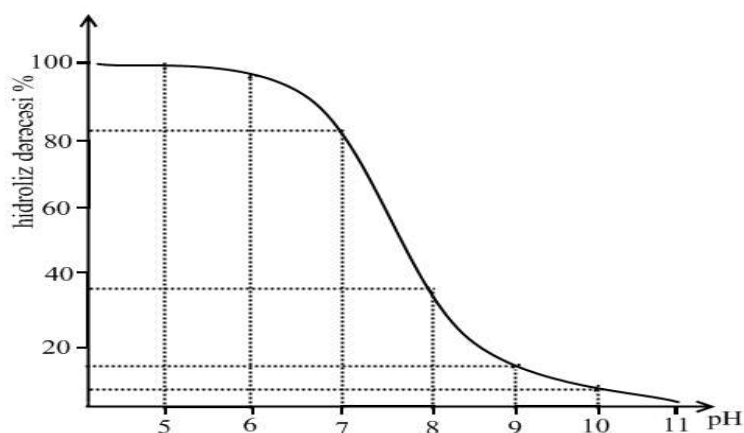
S №	S, q	EDA, q	Küt. nisbəti	Mol nisbət	Həllolan kükürdün miqdarı, q/l
1	0.1	0.45	1:4.51	0.41:1	200
2	0.15	0.45	1: 3.00	0.62:1	300
3	0.20	0.45	1:2.25	0.83:1	400
4	0.25	0.45	1: 1.81	1.04:1	500
5	0.30	0.45	1:1.50	1.25:1	600
6	0.35	0.45	1:1.21	1.50:1	700

Cədvəldən göründüyü kimi, kükürdün 0.1-0.3 qramı 0.45q və ya 0.5 ml qatı etilendiamində həll olur. Mol nisbətləri 1.50:1 olduqda kükürdün bir hissəsi (optimal hesab edilən nisbətdən artığı) həll olmayaraq

məhluldan ayrılır. Hesablamalarla müəyyən edilmişdir ki, 1.0 litr qatı etilendiamin məhlulu 500-600 q elementar kükürdü həll edir. Alınmış etilendiamin-kükürd məhlulunun pH-ı 11.3-11.5 həddində olur. Məhlulu su ilə 50

dəfə durulaşdırdıqdan sonra onun pH-ı cüzi dəyişərək 11.1-11.2-yə enir. Məhlul bu şəraitdə davamlıdır və uzun müddət saxlanıla bilər. Lakin pH-ın qiyməti azaldıqca məhluldan

tədricən kükürd ayrılmağa (hidroliz etməyə) başlayır. Bu səbəbdən məhlulun hidroliz dərəcəsinin pH-dan asılılığı öyrənilmiş və nəticələr 2-ci şəkildə verilmişdir.



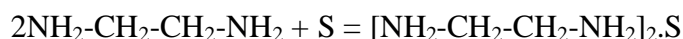
Şəkil 2. Etilendiamin-kükürd məhlulunun hidroliz dərəcəsinin pH-dan asılılığı

Şəkildən göründüyü kimi, mühitin pH-ın 11 həddində məhlul şəffaf olur və hidroliz prosesi baş vermir. Lakin pH-ın qiyməti azaldıqca məhlul bulanmağa başlayır (tədricən kükürd ayrılır). pH-ın 7, 6, 5 qiymətlərindən başlayaraq məhlulun rəngi tam ağarır və kükürd emulsiyası əmələ gəlir (məhlul tam hidroliz edir). Məhlulu bir neçə saat saxladıqda, kükürdün əsas hissəsi çökərək məhluldan ayrılır. pH-ın 7, 8, 9 qiymətlərində hidroliz etmiş məhlulun pH-nı yenidən etilendiaminlə 9.5-10 həddinə çatdırıb, 60-70⁰ C temperatura kimi qızdırdıqda ayrılan kükürd yenidən həll olaraq şəffaf məhlul əmələ gətirir. pH-ın 3-4 həddində məhluldan zəif hidrogen sulfid iyi gəlir.

Həllolmaya temperaturun təsirinin öyrənilməsi zamanı müəyyən edilmişdir ki, 80-90⁰C temperaturda kükürdün həllolması artır (700-1000q/l) və qatrana oxşar kütlə

əmələ gətirir. Lakin məhlulu su ilə durulaşdırdıqda kükürdün bir hissəsi məhluldan ayrılır. Analizin nəticələri göstərmişdir ki, ayrılan kükürd optimal miqdardan (500 q/l) artıq götrülmüş kükürdün həllolan hissəsidir. Bu isə onu deməyə imkan verir ki, kükürdün artıq miqdarı yuxarı temperaturda etilendiaminlə (NH₄)₂S və Na₂S-də olduğu kimi polisulfidlər əmələ gətirir.

Elementar kükürdün etilendiamində həll olması zamanı sərbəst kükürdün etilendiaminlə birləşmə və ya mexaniki qarışıq əmələ gətirdiyini müəyyən etmək üçün, həmin məhluldan ağır metal duzlarının (Pb⁺², Tl⁺¹, Cu⁺¹ və s.) məhlullarına təsir edilmiş və müvafiq PbS, Tl₂S, Cu₂S birləşmələri əmələ gəlmişdir. Bu isə məhlulda sulfid ionlarının olduğunu göstərir. Qeyd olunanları nəzərə alaraq reaksiyanın aşağıdakı tənlik üzrə getdiyini göstərmək olar.



Etilendiamin biliqand xassəsinə malik olduğundan (azotun istifadə olunmamış elektronları hesabına) kükürdü özünə birləşdirir və əsasi mühitdə məhlulda sulfid ionları əmələ gətirir.

Beləliklə, elementar kükürdün etilendiamində həllolmasının tədqiqi zamanı müəyyən edilmişdir ki, adi şəraitdə (22⁰C)

kükürd etilendiamin sisteminin mol nisbətləri 1.04-1.25:1 təşkil edir. Optimal şəraitdə alınan kükürd-etilendiamin məhlulunun qatılığı 500-600q/l həddindədir. Məhlulun qatı və durulaşmış forması iysizdir, çox davamlıdır və qapalı qabda uzun müddət saxlamaq mümkündür. Kükürdün etilendiamində həllolması 3-5 dəqiqəyə başa çatır və alınan

məhlulun effektiv xassələrindən biri də onun kükürddən təmizlənməsində praktiki sulfidləşdirici agent kimi istifadə edilə əhəmiyyət daşıya bilər. bilməkdir. İş həmçinin kükürlü maddələrin

ƏDƏBİYYAT

1. <http://www.medelk.kharkov.ua/chemia2/chemia52.htm> исследованию свойств полимеров. Москва: Химия. 1976. 255с.
2. Патент РФ № 2104921. 1998 г. 5. Химический энциклопедический словарь. Москва: «Советская Энциклопедия». 1983. 788 с.
3. Патент США № 4239630. 1980 г.
4. Браун Д., Шердрон Г., Керн В. Практическое руководство по синтезу и

РАСТВОРЕНИЕ ЭЛЕМЕНТАРНОЙ СЕРЫ В ЭТИЛЕНДИАМИНЕ

А.М.Кареев

*Изучены условия растворения элементарной серы в этилендиаминах и установлено, что при комнатной температуре сера растворяется в этилендиаминах при мольном соотношении системы 1,04-1,25:1. При этом концентрация серы в этилендиаминах составляет 500-600 г/л. Концентрированный и разбавленный раствор без запаха, очень стойкий и в закрытом сосуде долгое время сохраняется без изменений. Растворение серы в этилендиаминах завершается за 3-5 минут. Полученный раствор может быть использован при неорганическом и органическом синтезе как сульфидизирующий реагент. **Ключевые слова:** растворение, этилендиамин, сера, стойкость, сульфидизирующий реагент.*

FREE SULPHUR DISSOLUTION IN ETHYLENEDIAMINE

A.M.Garayev

Conditions of dissolution of free sulphur in ethylene diamine have been examined and it has been established that at room temperature sulphur dissolves in ethylene diamine at a molar ratio of system 1,04-1,25:1. In so doing, the concentration of sulphur in ethylene diamine makes up 500-600 g/l. The concentrated and diluted solution is odor-free, very stable and can be kept invariable for long time in a closed vessel. Sulphur dissolution in ethylene diamine is over within 3-5 minutes. Obtained solution can be used in inorganic and organic synthesis as a sulfidizing reagent.

Keywords: *dissolution, ethylene diamine, sulphur, stability, sulfidizing reagent.*

Redaksiyaya daxil olub 04.10.2012.