



## Сероуглерод из серы и древесного угля

Garage chemist

### Вступление

Четыре года назад, коллега провел несколько экспериментов по синтезу сероуглерода на любительском уровне. Хотя ему и удалось получить очень малое количество продукта, он не смог разработать метод, который позволяет получить существенное количество этого вещества.

Аналогичные результаты были и у автора. Мы нагревали вместе серу и древесный уголь в колбах и ретортах, в надежде получить дистиллят  $CS_2$ . Единственное, что удалось в результате этого достичь, была испорченная стеклянная посуда.

При взаимодействии парафина или полиэтилена и серы образование  $CS_2$  не наблюдалось, происходило только выделение больших количеств  $H_2S$ .

Проблема состоит в следующем: взаимодействие серы и древесного угля происходит при температуре, которая значительно превышает точку кипения серы, поэтому нагревание смеси сера - древесный уголь в реторте приводит к кипению и испарению серы без какой бы то ни было существенной реакции.

Во-первых, у нас отсутствовал реактор, в котором можно было проводить взаимодействие перегретых паров серы с древесным углем, во-вторых, не было способа нагреть древесный уголь до температуры  $900^\circ C$ , которая необходима для протекания реакции между элементами с достаточно быстрой скоростью.

Я понял, что бунзеновская горелка непригодна для нагрева существенного объема реакционной смеси до температуры  $900^\circ C$ .

Несколько бунзеновских горелок, выстроенные в ряд под кварцевой трубкой способны дать температуру  $650^\circ C$ , что было показано в статье, посвященной синтезу кетена.

Ясно, что следует отказаться от установки на основе реторты, в пользу варианта с



обогреваемой трубкой. Соответственно для ее нагрева необходима трубчатая печь.

В сотрудничестве с Len1 автору удалось впервые в любительской лаборатории получить существенные количества сероуглерода и поместить материал в интернет.

Для химика-любителя CS<sub>2</sub> предоставляет много полезных возможностей, даже если не учитывать, что сам он является хорошим растворителем. В частности, сероуглерод может быть хлорирован до тетрахлорметана, вещества, которое не так просто достать в наше время химику-любителю (в «официальных» лабораториях проблем с CCl<sub>4</sub> нет – прим. перев.).

### Внимание!

Описанная ниже процедура очень опасна. Сероуглерод – активная, высокотоксичная и очень огнеопасная жидкость с температурой воспламенения 100°C. Поскольку синтез проводится при 900°C, любая утечка газов из горячей части аппаратуры приведет к **немедленному возгоранию**.

Еще большую опасность представляет сероводород, который присутствует как побочный продукт в отходящем газе. Оборудование для конденсации обязательно должно быть расположено под **хорошей вытяжкой!**

Следует также учитывать, что H<sub>2</sub>S и CS<sub>2</sub> имеют очень неприятный запах.

### Оборудование и рабочие операции

Реактор представляет собой трубку из плавленого кварца. Внешний диаметр - 26 мм, длина – 1м. На обоих концах трубки находятся шлифы 29/32.

Обратите внимание: при соединении шлифов из кварца и борсиликатного стекла внутренний шлиф должен быть из кварца. В противном случае соединение треснет при нагревании за счет более высокого коэффициента расширения борсиликатного стекла.

Трубка была наполнена уплотненным (не порошкообразным) буковым углем. Длина слоя – 50 см. с обоих концов древесный уголь проложен стекловатой. Слой не должен оказывать слишком сильное сопротивление для прохождения воздуха.



### **Реакционная трубка.**

Далее трубка была помещена в трубчатую печь, с лева к ней присоединили колбу на 250 мл., в которой было 120 гр. серы.



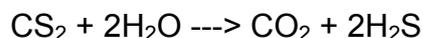
Перед тем как присоединить колбу с серой трубку с углем следует кратковременно нагреть до  $800^{\circ}\text{C}$ , чтобы удалить из угля все летучие вещества. **Это очень важно!**

Древесный уголь содержит большое количество адсорбированной воды. Вода, которая испаряется при нагреве слоя угля, конденсируется на обоих концах трубки. Ее



следует обязательно удалить! Для этого оба конца трубки прогревают в пламени бунзеновской горелки до тех пор, пока вся влага в середине не испарится.

Если эту процедуру не проделать, то в процессе синтеза образуется большое количество сероводорода:



Эта реакция имеет место уже при 150°C, и равновесие полностью смещено в сторону H<sub>2</sub>S.

Таким образом, предварительное прокалывание угля важно как с позиций безопасной работы, так и для достижения хорошего выхода продукта.

Несмотря на все принятые меры, в установке все равно образуется некоторое количество H<sub>2</sub>S.

К правому концу трубки через переходник, изогнутый под углом 45 град. присоединяют трехгорлую колбу на 250 мл. В среднее горло вставляют хороший холодильник, оставшееся горло плотно закрывают пробкой.

Отходящие газы, из верхней части холодильника направляются под вытяжку, чтобы избавиться от токсичных выбросов (содержат H<sub>2</sub>S и CS<sub>2</sub>). Все шлифы были хорошо смазаны. Для охлаждения колбы использовали ведро с ледяной водой, ледяная вода также циркулировала через холодильник.





После того, как были проделаны все вышеописанные операции, температура слоя угля была доведена до  $900^{\circ}\text{C}$ , а серу нагрели с помощью бунзеновской горелки для того, чтобы ее пары начали поступать в трубку.



Когда пары серы достигли слоя угля, в правой части установки появился желтый туман. Непрореагировавшая сера конденсировалась на стекловате. На снимке также виден электронный термометр (на основе термопары).





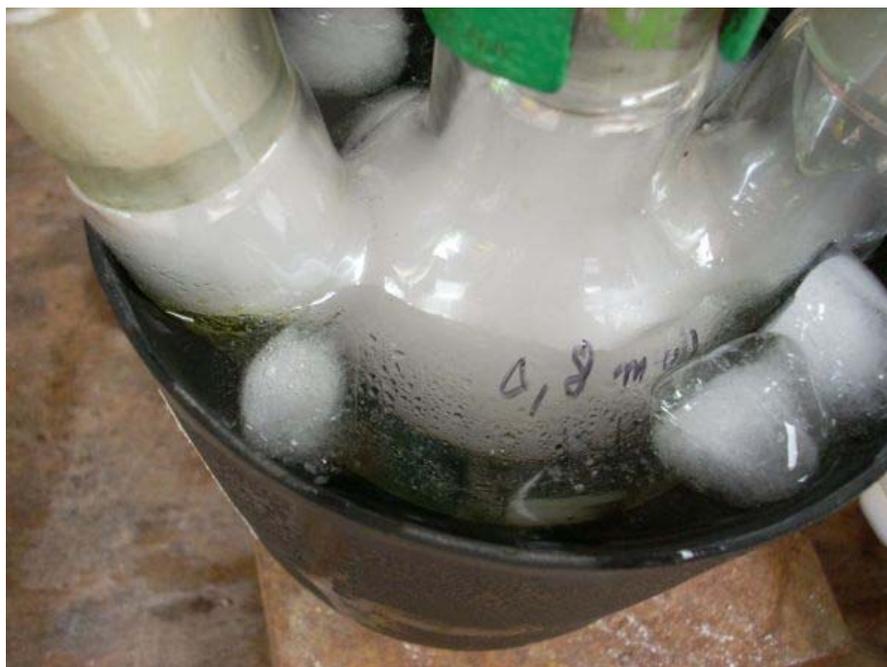
Установка в работе:





Мы очень обрадовались, увидев, капли почти бесцветной жидкости, которые конденсировались в середине колбы – это и был целевой продукт! Белый туман не дал возможности увидеть, сколько собралось продукта под конец процесса, пока ледяная баня не была удалена.

В холодильнике образовывалась лишь небольшое количество конденсата, почти весь продукт конденсировался в колбе (т.е. до холодильника).



Процесс был остановлен, когда большая часть серы возогналась в трубку:





После удаления ледяной бани мы увидели значительное количество желтоватой жидкости в колбе. Синтез удался!



Содержимое было перенесено в колбочку на 100 мл. и перегнано в маленькой дистилляционной установке для удаления растворенной серы. Для охлаждения использовалась вода со льдом.





Жидкость почти полностью перегналась при постоянной температуре - 46°C, что позволило ее идентифицировать.



Небольшое количество серы осталось в перегонной колбе:



Продукт – 44 гр. кристально чистого перегнанного сероуглерода!





Несколько капель продукта подожгли. Сероуглерод горел синим пламенем, оставляя на поверхности стекла серу – продукт неполного окисления.



### Результаты и обсуждение

Сера, которая осталась в колбе-испарителе, а также в трубке была взвешена. В результате установлено, что достигнут выход сероуглерода около 50% в пересчете на прореагировавшую серу.

Это оставило открытым вопрос: «куда девалась остальная часть серы?».

Во время процесса мы на короткое время опускали трубку для отходящих газов (после холодильника) в бутылку с водой, но образование пузырьков почти не наблюдалось. В то же время, в период запуска установки, когда поток паров в трубку был минимален, в бутылке наблюдалось активное образование пузырьков. Было сделано допущение, что именно в этот период значительная часть сероуглерода



покинула установку без конденсации.

В более позднем эксперименте отходящий газ пропускали (в течение всего синтеза) через ловушку, охлаждаемую смесью льда и соли до температуры минус 20°C. Используемый в предыдущем эксперименте холодильник был отсоединен. В результате в ловушке собралось менее 1 мл. конденсата. Таким образом, эффективность конденсации в приемнике, помещенном в ледяную ванну, составляет 95%. Применение дополнительной охлаждающей ловушки не оправдано.

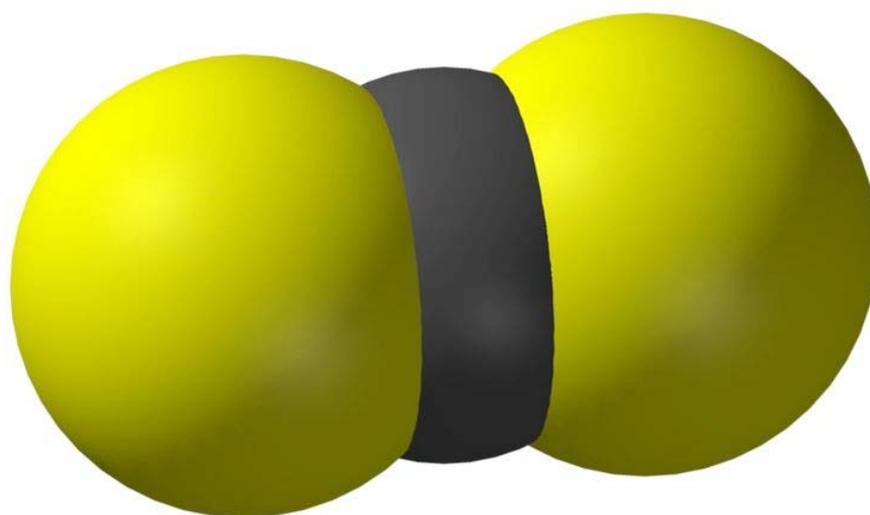
Согласно с другой версией потери серы можно объяснить образованием H<sub>2</sub>S.

В месте, где был размещен выхлоп из вытяжки (а именно - в нашем саду), отмечен сильный запах сероводорода.

Видимо, это означает, что в угле даже после прокаливания остается некоторое количество водородсодержащих соединений.

В энциклопедии Ульмана (Ullmann's Encyclopedia) отмечено, что отходящие газы содержат сероводород, это видимо и является основной причиной уменьшения выхода.

(22-5-2008, 12:25, sciencemadness.org, перевод с англ. В.Н. Витер)



Молекула CS<sub>2</sub> (Wikipedia).