

G 01 n 31/04

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 37797

Kl. 42 I, 3/01

Instytut Metali Nieżelaznych*)

Gliwice, Polska

Sposób oznaczania zawartości kwasu amidosulfonowego i jego soli

Udzielono patentu z mocą od dnia 3 maja 1954 r.

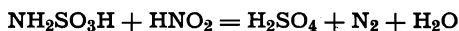
W ostatnich czasach coraz większe znaczenie w technice uzyskuje kwas amidosulfonowy $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$. Między innymi znajduje on zastosowanie jako elektrolit dla elektrowyodrębnienia metali. Wyniki elektrowyodrębnienia w dużej mierze zależą od utrzymania pewnego, określonego stężenia kwasu amidosulfonowego w kąpielach.

Do chwili obecnej jedynym wskaźnikiem zawartości kwasu amidosulfonowego był pomiar pH. Przy pomiarze pH pominięta zostaje ta część kwasu amidosulfonowego, która związana jest w postaci soli danego metalu. Brak było również metody pozwalającej na bezpośrednie oznaczanie zawartości kwasu amidosulfonowego w preparatach technicznych.

W związku z tym pojawiła się konieczność opracowania dostatecznie szybkiej i dokładnej metody oznaczania zawartości kwasu amidosulfonowego w kąpielach elektrolitycznych i produktach technicznych.

Sposób według wynalazku gazometrycznego oznaczania kwasu amidosulfonowego odpowiada w pełni powyższym wymaganiom.

Kwas amidosulfonowy reaguje z zakwaszonym roztworem azotynu sodu z wydzielaniem równoważnej ilości azotu. Reakcja ta przebiega ilościowo



W czasie reakcji z nadmiarem azotynu sodu wydzielają się też tlenki azotu, które absorbują się w alkalicznym roztworze nadmanganianu potasu. Ten ostatni utlenia niższe tlenki azotu, nieabsorbowane bezpośrednio przez ług. Mierząc objętość wytworzonego azotu i redukując ją do warunków normalnych (0°C i 760 mm Hg) można obliczyć zawartość kwasu amidosulfonowego w badanej próbce.

Sposób według wynalazku pozwala na oznaczenie zawartości wolnego kwasu amidosulfonowego i jego soli w preparatach o dowolnym stopniu czystości i w kąpielach elektrolitycznych.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są mgr Alina Golian i mgr inż. Mirosław Oktawiec.

W celu wykonania oznaczenia zawartości kwasu amidosulfonowego lub jego soli należy rozpuścić w wodzie destylowanej, odważoną próbkę badanego preparatu.

Przy oznaczaniu zawartości kwasu amidosulfonowego i jego soli w kąpielach elektrolitycznych, zawierających ołów, należy ten ostatni przed oznaczeniem usunąć przez wytrącenie kwasem siarkowym.

Oznaczenie kwasu amidosulfonowego lub jego soli przeprowadza się według wynalazku w aparacie przedstawionym na rysunku.

Aparat składa się z reaktora 1, naczynia poziomego 2, lejka miarowego 3, zaopatrzonego w dolnej części w podziałkę w ml, zaworów trójdrożnych 4, 5, 6, kapilary 7, absorbera 8 z wypełnieniem np. pierścieniami Raschiga, biurety gazowej 9 i naczynia poziomego 10. Całość umocowana jest na odpowiednim statywie.

Reaktor 1 i naczynie poziome 2 wypełnione są rtęcią. Absorber 8, biureta gazowa 9 i naczynie poziomowe 10 napełnia się alkalicznym roztworem nadmanganianu potasu, zawierającym np. 50 g KMnO_4 i 50 g NaOH w litrze. Przez odpowiednie ustawienie zaworów 4, 5, 6 można uzyskać każde wymagane połączenie składowych części aparatu ze sobą lub z otoczeniem.

W celu wykonania oznaczenia zawartości kwasu amidosulfonowego lub jego soli należy badany roztwór zakwasić $2n$ H_2SO_4 i wlać przez lejek miarowy 3 do reaktora 1.

Następnie wypiera się powietrze z reaktora 1 przez podniesienie naczynia poziomego 2. Tą samą drogą wciąga się do reaktora 1 niewielką ilość wody destylowanej. Następnie zamyka się

zawór 4 i napełnia lejek miarowy 3 jednorodnym roztworem NaNO_2 . Do reaktora 1 wciąga się odmierzoną ilość tego roztworu, a ewentualny nadmiar usuwa z lejka miarowego 3 przez zawory 4, 5 i kapilarę 7. Przez 3-minutowy ruch wahadłowy całego aparatu miesza się zawartość reaktora 1.

Po ukończonej reakcji przerzuca się wywiązany gaz do absorbera 8 doprowadzając ciecz reakcyjną do zaworu 5. Gaz zawarty w przewodzie między zaworami 5 i 6 przerzuca się do absorbera 8 za pomocą wody destylowanej wciągniętej kapilarą 7.

W celu przyspieszenia absorpcji tlenków azotu przerzuca się kilkakrotnie gaz z absorbera 8 do biurety 9 i z powrotem. Po skończonej absorpcji tlenków azotu przerzuca się gaz do biurety pomiarowej 9, zamyka zawór 6, wyrównuje poziom cieczy w biurecie 9 i naczyniu poziomowym 10 i odczytuje objętość wydzielonego azotu. Odczytaną objętość redukuje się za pomocą znanych wzorów do warunków normalnych.

1 ml azotu w warunkach normalnych odpowiada 0,00433 g wolnego kwasu amidosulfonowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania zawartości kwasu amidosulfonowego i jego soli, znamienny tym, że wywołuje się reakcję jonów SO_3NH_2 — z jonami NO_2 — w środowisku kwaśnym, z ilości wydzielonego azotu oblicza się według znanych zasad zawartość kwasu amidosulfonowego.

Instytut Metali Nieżelaznych

