



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 04. IV. 1963 (P 101 236)

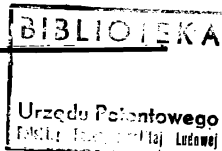
Pierwszeństwo:

Opublikowano: 30. XII. 1964

Kl. 42 I, 3/55

MKP G 01 ■ 33/00

UKD



Twórca wynalazku: mgr Bolesław Fleszar

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Sarżyna”, Sarżyna (Polska)

Sposób oznaczania hydrazyny i jej pochodnych oraz urządzenie do stosowania tego sposobu

1

Wynalazek dotyczy sposobu oznaczania hydrazyny, fenylohydrazyny i pochodnych typu $R-NH-NH_2$.

Znane sposoby oznaczania tej grupy związków oparte są o metodę objętościową, w której punkt końcowy miareczkowania określa się potencjometrycznie, amperometrycznie lub wizualnie. Według tych sposobów hydrazynę lub jej pochodne oznacza się przez miareczkowanie żelazicyjankiem potasu, jodanem potasu, podbrominem potasu, bromianem potasu lub płynem Fehlinga.

Sposoby te nie pozwalają jednak na oznaczanie hydrazyny i jej pochodnych w obecności innych reduktorów, które często towarzyszą produktom technicznym, ponieważ w tym przypadku uzyskuje się zawyżone wyniki analizy.

Stwierdzono, że można z dużą dokładnością oznaczyć zawartość hydrazyny lub jej pochodnych w produktach technicznych, w których występują substancje utrudniające względnie uniemożliwiające wykonanie analizy metodami stosowanymi dotychczas, jeżeli wspomniane związki utleni się mieszaniną żelazicyjanku potasowego i nasyconego roztworu węglanu sodowego lub kwaśnego węglanu, sodowego najkorzystniej w stosunku 1 : 1 i wydzielający się przy tym azot oznaczy gazometrycznie. Na podstawie ilości wydzielającego się azotu oblicza się w znany sposób zawartość oznaczanych związków.

Urządzenie do stosowania sposobu według wy-

2

nalazku składa się z kolby reakcyjnej i wkraplacza, współpracujących ze znanym azotometrem. Kolba reakcyjna i wkraplacz zaopatrzone są w bełkotki, doprowadzające dwutlenek węgla, np. z aparatu Kippa. Nóżka wkraplacza posiada współśrodkową osłonę, za pomocą której łączy się wkraplacz z kolbą (szlif), z drugiej zaś strony odprowadza badany gaz do azotometru. Osłona ta otoczona jest chłodnicą wodną.

Na rysunku przedstawiono urządzenie według wynalazku w połączeniu ze znanym azotometrem. Oznaczenia poszczególnych części tego zestawu omówione zostały w związku z przykładem oznaczania hydrazyny lub pochodnych, opisanym poniżej.

Przykład.

Naważkę hydrazyny lub pochodnej typu $R-NH-NH_2$ (dowolny rodnik), o masie dającej około 100 ml azotu, rozpuszcza się w kolbie miarowej na 250 ml, używając wody destylowanej wysyczonej dwutlenkiem węgla i w zależności od natury oznaczanego związku, zakwaszonej kwasem solnym lub z alkalizowanej kwaśnym węglanem sodu. Z tak przyrządzonego roztworu pobiera się pipetą 25 ml i przenosi do kolby reakcyjnej 2. Do wkraplacza 1 wlewa się roztwór utleniacza. Nóżkę wkraplacza wypełnia się roztworem utleniacza po uprzednim usunięciu z niego powietrza niżej omówionym sposobem. Bełkotkę wkraplacza łączy się z aparatem Kippa A_1 , wytwarzającym dwutlenek węgla z mar-

muru. Kran dwudrożny K_1 nastawia się na „odpowietrzenie” i przepuszcza dwutlenek węgla. Po upływie około 10 minut, przy pomocy kranów dwudrożnych K_1 (obrót o 180°) i K_3 , łączy się wkraplacz z azotometrem wypełnionym 40%-owym roztworem wodorotlenku potasu. Po stwierdzeniu tzw. „mikrobaniek” (analogicznie jak w metodzie Dumas oznaczania azotu w związkach organicznych), kran K_1 zamyka się i pod ciśnieniem dwutlenku węgla wypełnia się nóżkę wkraplacza utleniaczem. Następnie kolbę reakcyjną 2, zawierającą roztwór oznaczanej substancji, łączy się z chłodnicą zwrotną. Kran K_3 przekręca się o 180° , celem połączenia kolby z azotometrem. Z aparatu Kippa A_2 przepuszcza się dwutlenek węgla aż do uzyskania „mikrobaniek” w azotometrze. Przy wypełnianiu azotometru wodorotlenkiem potasu należy pamiętać o zamykaniu kranu K_4 . Po uzyskaniu „mikrobaniek” reguluje się przepływ dwutlenku węgla z aparatu Kippa A_2 tak, aby na minutę wychodziło z bełkotki od 10 do 15 pęcherzyków. Otwierając kran K_2 z wkraplacza pod ciśnieniem dwutlenku węgla wprowadza się porcjami do kolby reakcyjnej około 10 ml utleniacza. Po upływie minuty puszcza się wodę na chłodnicę zwrotną i ogrzewa się zawartość kolby reakcyjnej 2, utrzymując roztwór w temperaturze wrzenia. Reakcję uważa się za zakończoną, gdy w azotometrze pojawią się „mikrobanie”. Po stwierdzeniu tego faktu ogrzewanie przerywa się, zwiększa strumień dwutlenku węgla (niebezpieczeństwo cofnięcia dwutlenku węgla do kolby reakcyjnej) i przepuszcza się go przez apa-

rat aż do całkowitego wypędzenia azotu do azotometru. Następnie równocześnie zamyka się kran K_4 i dopływ dwutlenku węgla z aparatu Kippa A_2 , odstawiając azotometr do odczytu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oznaczania hydrazyny i jej pochodnych, znamieny tym, że hydrazynę lub jej pochodne w postaci roztworu utlenia się mieszaniną żelazicyjanku potasowego i nasyconego roztworu węglanu sodowego lub kwaśnego węglanu sodowego, przy czym wydzielający się gazowy azot oznacza się gazometrycznie i na tej podstawie oblicza, w znany sposób, zawartość oznaczanych związków.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosuje się roztwór utleniacza, w którym stosunek żelazicyjanku potasowego do węglanu lub kwaśnego węglanu sodowego wynosi 1 : 1.
3. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1 i 2, współpracujące ze znanym azotometrem, znamienne tym, że składa się z kolby reakcyjnej i wkraplacza, zaopatrzonej w bełkotki do doprowadzania dwutlenku węgla, przy czym nóżka wkraplacza posiada współśrodkową osłonę, za pomocą której z jednej strony łączy się wkraplacz z kolbą reakcyjną, a z drugiej strony z przewodem, doprowadzającym badany gaz do azotometru.
4. Urządzenie według zastrz. 3, znamienne tym, że współśrodkowa osłona zaopatrzona jest w chłodnicę wodną.

