

アミド硫酸と硫酸カリウムの新複塩

内田章五 望月守男

NEW DOUBLE SALT OF SULFAMIC ACID AND POTASSIUM SULFATE

Shogo UCHIDA, Morio MOCHIZUKI

Department of Industrial Chemistry, Faculty of Engineering, Meiji University, Ikuta, Kawasaki-Shi, Kanagawa-Ken.

Synopsis :

Existence of a new double salt, potassium hydrogen sulfate sulfamate ($K_2SO_4 \cdot 2HSO_3NH_2$) has been confirmed by the measurements of mutual solubilities of HSO_3NH_2 and K_2SO_4 in water at $30^\circ C$. [Fig. 1]

The double salt is a colorless, transparent and almost non-hygroscopic crystal having a composition of HSO_3NH_2 52.7%, K_2SO_4 47.3% (2:1 in mole), [Table 1] and melting point of $161 \sim 162^\circ C$.

硫酸アンモニウムとアミド硫酸との間に、モル比1:1の複塩が存在することは知られている。

そこで、アンモニウムイオンとイオン半径の近いカリウムについて、硫酸カリウムを使用し、相互溶解度測定により調べた結果、硫酸カリウムとアミド硫酸との間にも、両者のモル比が1:2の新しい複塩が生成することを確認した。

1モルの硫酸カリウムと2モルのアミド硫酸との混合物を、室温で水に飽和させて徐冷すると、無色、透明、非吸湿性のアミド硫酸に似た八角形の板状結晶が得られる。

これを分析した結果と、 $K_2SO_4 \cdot 2HSO_3NH_2$ に対する理論値とを比較すると、次の通りである。(表1)

Table 1. Analytical result

	total S	K	HSO_3NH_2
theoretical value %	26.05	21.22	52.70
measured value %	26.06	21.21	52.73

次に、この化合物の生成条件を調べるための $30^\circ C$ における硫酸カリウム-アミド硫酸-水系の状態図を作成した結果を図.1に示す。

各測定点における平衡液の組成は、アミド硫酸をアルカリ滴定、硫酸カリウムは四フェニルホウ素(カリボール)を使用し、カリウムの重量分析により求めた。全イオンは、亜硝酸により、アミド硫酸を酸化後、全硫酸イオンを硫酸バリウムの形とし重量法により定量した。

液底体の検討は母液残留法によった。

図において液相線の変化より $P_1 - P_2$ 間に新たな一化合物が存在することがわかる。更に、この線上における各測定点と、それぞれの母液残留法の測定点とを結ぶ直線の延長は、硫酸カリウム47.3%、アミド硫酸52.7%(モル比1:2)の点に集中している。これより $P_1 - P_2$ 間に $K_2SO_4 \cdot 2HSO_3NH_2$ なる複塩が生成することが明らかである。

又、結晶をX線回折計を使用し、硫酸カリウムでもアミド硫酸でもないことを確かめた。そのX線回折図形を図2に示す。なお、融点は、毛管を使用する方法で測定した結果、 $161 \sim 162^\circ C$ であった。

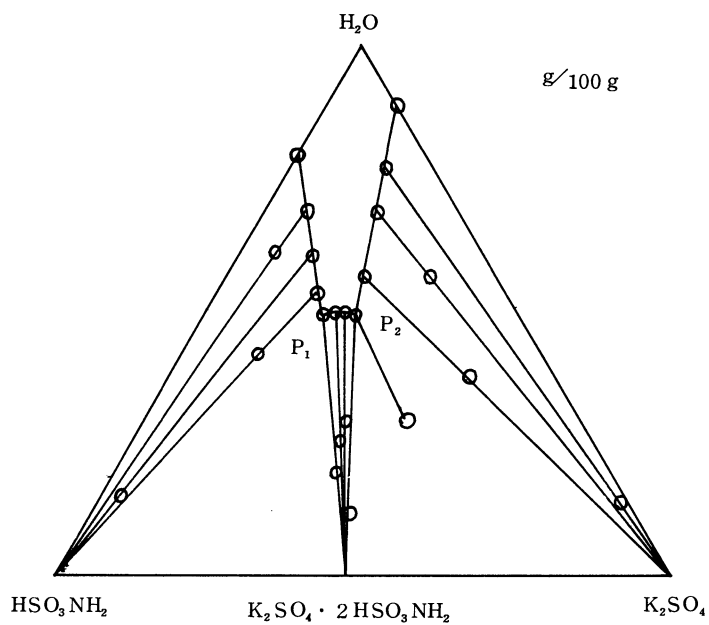


Fig. 1 $\text{K}_2\text{SO}_4 - \text{HSO}_3\text{NH}_2 - \text{H}_2\text{O}$ (30 °C)

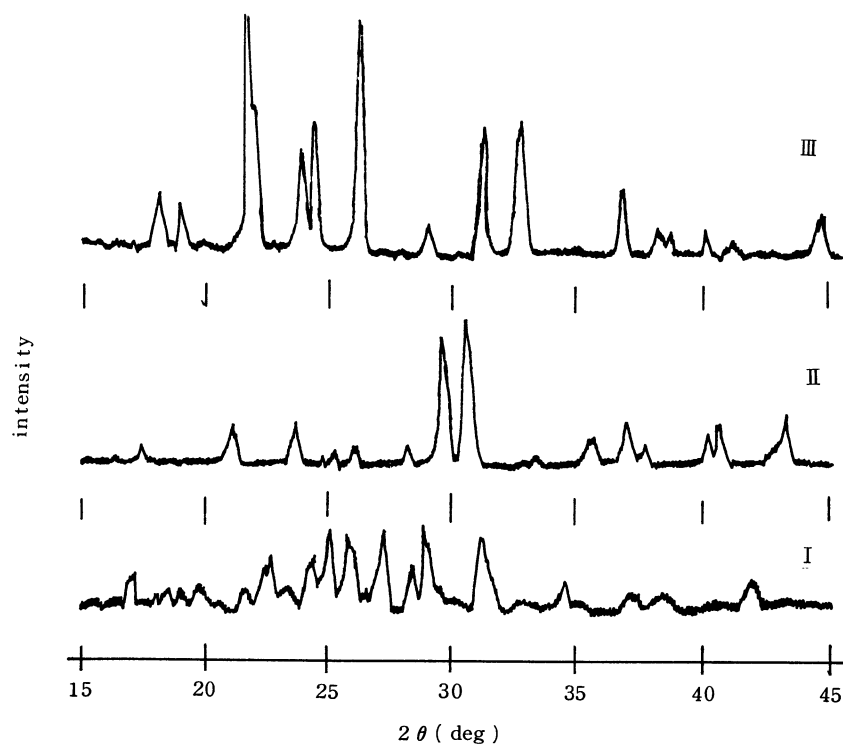


Fig. 2 X-Ray diffraction pattern

I : $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{HSO}_3\text{NH}_2$, II : K_2SO_4 , III : HSO_3NH_2

(Received October 1, 1971)