

RÝCHLE STANOVENIE VOENEJ SÍRY A SÍRNIKOV V TECHNICKOM SÍRNIKU ANTIMÓNU

DOBROSLAV PRÍSTAVKA

Katedra analytickej chémie Slovenskej vysokej školy technickej v Bratislave

Technický sírník antimónu sa používa na rôzne technické účely, pričom sa na jeho zloženie, najmä na množstvo voľnej síry a pomer jednotlivých sírnikov kladú zvláštne požiadavky. Keďže v literatúre nie sú opísané pre tento účel vhodné analytické postupy, vypracoval som rýchle metódy, ktoré poskytujú pri nenáročnej aparatúre veľmi presné výsledky.

Pomocou týchto metód sa dajú v technickom sírniku stanoviť dve zložky, voľná síra a sírník antimoničný a tretia zložka sírník antimonitý sa dá potom ľahko vypočítať.

Elementárna síra sa stanoví rýchlou studenou extrakciou čerstvo predestilovaným sírouhlíkom a sírník antimoničný nepriamo tak, že ho pri teplote 290—300 °C rozložíme na sírník antimonitý a elementárnu síru, ktorá prchá, a z jej množstva vypočítame množstvo sírnika antimoničného.

Experimentálna časť

Stanovenie síry

Pracovný postup

Do vyžihaného a zváženého Goochovho téglíka navážime 1 g vzorky a po nasadení do tulipána odsávačky pridáme do neho 10 ml čerstvo predestilovaného sírouhlíka. Sírouhlík necháme pôsobiť 10 minút a potom ho odsajeme. Obsah téglíka prepláchneme tri razy piatimi a tri razy 3 ml sírouhlíka, ktorý necháme vždy 2 minúty pôsobiť a potom ho odsajeme.

Obsah odsávačky potom kvantitatívne prelejeme na zváženú sklenú alebo porcelánovú misku a opatrne odparíme na vyhriatom (po zhasnutí plameňa) vodnom kúpeli až do sucha. Zostatok vysušíme do konštantnej váhy pri 100 °C a zvážíme. Prírastok na váhe misky je váha elementárnej síry. Okrem toho vysušíme aj téglík a úbytok na váhe je síra a voda. Vodu stanovíme vo zvláštnej návazke a odpočítame od celkového úbytku, čím dostaneme váhu elementárnej síry, ktorá musí súhlasiť s váhou síry na miske.

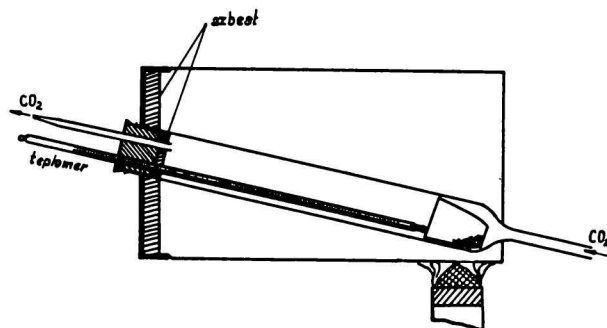
Elementárna síra za uvedených pracovných podmienok sa kvantitatívne rozpustí najneskoršie za 10 minút. Tento pracovný postup má tú výhodu, že téglík sa môže po zvážení ihneď použiť na ďalšie stanovenie síry. Práve takto sa zistilo, že síra sa odstráni v priebehu 10 minút a pri ďalšom premývaní sírniky neodštiepujú elementárnu síru, ako sa to stáva pri dlhotrvajúcich extrakciách.

Stanovenie sírnika antimoničného

Pracovný postup

Do vyžihaného téglíka navážime 1 g sírnika a téglík vložíme do sklenej rúrky z ťažko taviteľného skla (obr. 1), ktorá je na jednom konci zúžená a vytiahnutá v podobe trubičky o priemere 1 cm. Širší koniec trubičky uzavrieme dva razy vŕtanou gumovou zátkou.

Do jedného otvoru je vsunutá kapilára na odvod CO_2 a do druhého teplomer, ktorým sa meria teplota v tégliku. Trubičku potom vložíme do kovového plášťa a jej zúženú časť zapojíme na zdroj kyslíčnika uhličitého, odkiaľ privádzame CO_2 . Po vypudení vzduchu (asi za 10 minút) kovový plášť zahrejeme a po vystúpení teploty na 90°C túto teplotu udržujeme 30 minút. Teplotu potom postupne zvyšujeme v priebehu ďalších 30 minút na 130°C a po ďalších 30 minútach ju vyregulujeme na $290\text{--}300^\circ\text{C}$ a pri tejto teplote vydržíme 30 minút. Kahan potom odstránime a téglik po vychladnutí v prúde CO_2 zväžeme.



Obr. 1.

Či rozpad sírnika antimoničného prebehol až do konca, presvedčíme sa ešte ďalším polhodinovým zahrievaním pri $290\text{--}300^\circ\text{C}$.

Z úbytku na váhe odpočítame obsah vody, obsah elementárnej síry a zostatok prepočítame na Sb_2S_5 .

Ak sme správne pracovali, zostatok neobsahuje voľnú síru ani kyslíkaté zlúčeniny a rozpúšťa sa bez zvyšku v koncentrovanej kyseline soľnej.

Celkový rozbor trvá 4—5 hodín.

Odhýlky medzi dvoma paralelnými rozborami v obsahu síry sa nelíšia viac ako o 0,05 % síry a o 0,20 % v obsahu sírnikov.

Najdôležitejšou časťou rozboru je stanovenie elementárnej síry. Po jej stanovení môžeme postupovať aj tak, že stanovíme zvyšnú síru a obsah antimónu a zo získaných dát sa dá vypočítať percentuálny obsah jednotlivých zložiek.

Na praktickom overovaní metódy spolupracovala M. Zemaniková.

Súhrn

Elementárna síra sa stanoví rýchlou studenou extrakciou čerstvo predestilovaným sírouhlíkom a sírnik antimoničný nepriamo tak, že ho pri teplote $290\text{--}300^\circ\text{C}$ rozložíme na sírnik antimonitý a elementárnu síru, ktorá prechádza. Z jej množstva vypočítame množstvo sírnika antimoničného.

Do redakcie došlo 26. 2. 1960

Adresa autora:

Prof. inž. Dobroslav Prístavka, Bratislava, Kollárovo nám. 2, Chemický pavilón SVŠT.

БЫСТРОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНОЙ СЕРЫ И СЕРНИСТЫХ СОЛЕЙ В ТЕХНИЧЕСКОЙ СЕРНИСТОЙ СУРЬМЕ

ДОБРОСЛАВ ПРИСТАВКА

Кафедра аналитической химии Словацкой высшей технической школы
в Братиславе

Выводы

Элементарная сера определяется быстрой холодной экстракцией свежее передистиллированным сероуглеродом а пятисернистая сурьма непрямо так, что при температуре 290—300 °С разлагается на трехсернистую сурьму и элементарную серу, которая улетучивается а из её количества высчитывается количество пятисернистой сурьмы.

Поступило в редакцию 26. 2. 1960 г.

SCHNELLBESTIMMUNG VON FREIEM SCHWEFEL UND SULFIDEN IM TECHNISCHEM ANTIMONSULFID

DOBROSLAV PRÍSTAVKA

Lehrstuhl für analytische Chemie an der Slowakischen Technischen Hochschule
in Bratislava

Zusammenfassung

Elementarer Schwefel wird durch eine Schnellextraktion in der Kälte mittels frisch destillierten Schwefelkohlenstoffs bestimmt und Antimonpentasulfid indirekt in der Weise, dass es bei einer Temperatur von 290—300 °C zu Antimontrisulfid und elementarem Schwefel zersetzt wird, welcher sich verflüchtigt und aus dessen Menge man die Menge an Antimonpentasulfid berechnet.

In die Redaktion eingelangt den 26. 2. 1960