

Я. И. Сатин и А. П. Меликсетян

Новый метод фазового анализа продуктов низкотемпературного обжига трехсернистой сурьмы

Фазовый анализ минералов сурьмы и продуктов обжига трехсернистой сурьмы разработан недостаточно. Солнцева и Дубовицкая [1] сделали обзор существующих методов фазового анализа соединений сурьмы. Указав на то, что результаты анализов по различным методам значительно отличаются друг от друга, они предложили видоизмененную схему фазового анализа продуктов обжига трехсернистой сурьмы и пыли сурьмяного производства. Методика указанных авторов заключается в избирательном растворении соединений сурьмы. Однако полная селективность не достигается: пятиокись сурьмы, которая не должна растворяться растворителями в процессе извлечения из навески других соединений сурьмы, все же растворяется в общей сложности на 20% и ускользает от определения в виде пятиокси; четырехокись растворяется на 4,5%.

Общепринято, что продукт низкотемпературного (до 500—600°) обжига трехсернистой сурьмы может содержать непрореагировавшую трехсернистую сурьму— Sb_2S_3 , трехокись— Sb_2O_3 и четырехокись сурьмы— Sb_2O_4 . Пятиокись сурьмы— Sb_2O_5 , при окислении трехсернистой сурьмы воздухом или кислородом, не образуется. Но Солнцева и Дубовицкая нашли пятиокись в пылях сурьмяного производства. Учитывая нелетучесть пятиокси, можно ожидать при некоторых условиях обжига, что продукт будет содержать кроме указанных соединений еще и пятиокись сурьмы.

Нами разработан метод фазового анализа соединений сурьмы в продуктах низкотемпературного обжига трехсернистой сурьмы. В основе метода лежит избирательное растворение трехокси сурьмы, определение трехсернистой сурьмы по сероводороду и определение высших окислов сурьмы—пятиокси и четырехокси по пятивалентной и общей сурьме.

1. Извлечение и определение трехокси сурьмы

Трехокись сурьмы обычно извлекается раствором винной кислоты; процесс извлечения довольно длительный и требует расхода дорогого реактива.

Известно, что хлориды щелочных металлов и аммония при достаточной концентрации предотвращают гидролиз солей сурьмы и повышают их растворимость в разбавленных растворах соляной кислоты. Но количественных данных, характеризующих влияние, напри-

мер, хлористого натрия на растворимость трехоксида сурьмы в соляной кислоте, в литературе мало. Некоторые данные найдены у Коса [2]. Он определял растворимость трехоксида сурьмы в растворах соляной кислоты, содержащих 5, 10, 15, 20, 25 и 30% HCl и в тех же растворах, но насыщенных хлористым натрием. В то время как в 100 г чистой 5% соляной кислоты растворяется 0,023 г Sb_2O_3 , тот же раствор, насыщенный хлористым натрием при комнатной температуре растворяет 2,333 г трехоксида.

Интересно было определить растворимость трехоксида сурьмы в чистых растворах хлористого натрия (в литературе подобных данных нет) и его влияние на растворимость Sb_2O_3 в более разбавленной соляной кислоте.

Методика определения заключалась в следующем. В стеклянную ампулу помещалась трехокись сурьмы и наливался растворитель с таким расчетом, чтобы все время иметь в избытке твердую фазу. Ампула запаивалась и встряхивалась в термостате до наступления равновесия между твердой и жидкой фазами*. После достижения равновесия ампула вскрывалась, содержимое фильтровалось при температуре опыта через стеклянный фильтр с отсосом во взвешенную пробирку. Фильтрат анализировался на содержание сурьмы. Большие количества сурьмы определялись броматометрически с метиловым оранжевым, малые количества—колориметрически. Из колориметрических методов нами избран наиболее простой—сульфидный [3], довольно чувствительный. Растворы, окрашенные сульфидом сурьмы, подчиняются закону Ламберта-Бееера. С фиолетовым светофильтром (с длиной волны 420 мμ) можно колориметрировать растворы, содержащие до $3 \cdot 10^{-5}$ г/мл сурьмы, применяя защитный коллоид—раствор желатина.

В таблице 1 приведены данные по растворимости трехоксида сурьмы в воде, в разбавленных растворах соляной кислоты и в растворах этой же кислоты, содержащих хлористый натрий. Данные таблицы 1 сравнимы с данными литературы, полученными при тех же условиях растворения трехоксида сурьмы [4], что говорит о приемлемости методики.

Из таблицы видно, что лучшим растворителем в данных пределах концентраций HCl и NaCl, является 1 н. раствор HCl, насыщенный хлористым натрием, в аналитической практике называемый хлоридной смесью. Растворимость трехоксида сурьмы с повышением температуры увеличивается, но и при комнатной температуре раствор может содержать количество сурьмы, достаточное для применения растворителя в фазовом анализе.

Значительное растворение в хлоридной смеси Sb_2S_3 и Sb_2O_3 , могущих присутствовать в продукте обжига трехсернистой сурьмы, внесет ошибку в определение Sb_2O_3 . Определению трехоксида в искус-

* Время, необходимое для достижения равновесия для каждой температуры определялось предварительно.

Растворимость Sb_2O_3 (в вес %, Sb)

Таблица 1

Растворитель		Температура в °С				
концентр. HCl (норм.)	конц. NaCl в г/л	20	30	40	60	*0
0	0		0,0012		0,0018	0,0048
0,1	—		0,0021		0,0046	0,0080
0,49	—		0,0033		0,0065	0,018
1,0	—		0,021		0,027	0,125
0	200		0,0012		0,0031	0,0083
0	250		0,0014		0,0035	0,0096
0	300		0,0016		0,0040	0,0107
0,12	200	0,026	0,037	0,05	0,075	0,13
0,12	250	0,096	0,14	0,15	0,18	0,22
0,12	300		0,18	0,21	0,28	0,38
0,25	200		0,15	0,20		0,40
0,25	250	0,28	0,34	0,38	0,50	0,59
0,25	300		0,59	0,65		0,78
0,5	200	0,40	0,44	0,57	0,77	1,0
0,5	250	0,79	0,93	1,0	1,25	1,46
0,5	280*		1,21	1,31	1,47	1,60
0,72	200	0,77	0,87	1,02	1,22	1,45
0,72	250	1,32	1,45	1,68	1,87	2,13
0,72	265*		1,74	—	2,13	2,30
1,0	200	1,20	1,39	1,60	1,88	2,20
1,0	250	1,91	2,13	2,28	2,74	3,0
1,0	255*		2,52	2,76	2,96	3,22

* Насыщенные растворы NaCl.

ственной смеси, составленной из сульфида и окислов сурьмы, может помешать так же трехвалентная сурьма, являющаяся обычной примесью реактивной пятиокиси.

Нами определялось влияние продолжительности обработки и концентрации соляной кислоты в хлоридной смеси на растворение Sb_2S_3 , Sb_2O_4 и Sb_2O_5 * и влияние высших окислов и сульфида на растворение Sb_2O_3 .

Методика определения: в закрытой колбе механически вытряхивалось 50 мл растворителя с навеской сульфида, окислов или их смеси. Сурьма в фильтрате определялась броматометрически.

Данные испытаний представлены в таблицах 2, 3 и 4.

При обработке 0,5 г Sb_2O_3

Таблица
Влияние концентрации HCl на растворимость 0,5 г Sb_2S_3 в хлоридной смеси за 2 часа

Концентрация HCl (нормальн.) в хлоридной смеси	Расход 0,1 н. р-ра $KBrO_3$ в мл	Растворилось Sb_2S_3 в %
0,103	0,35	0,6
0,261	0,4	0,7
0,507	0,4	0,7
0,720	0,4	0,7
0,944	0,4	0,7

* Sb_2S_3 —тщательно отобранный под бинокулярным микроскопом и измельченный минерал с содержанием 99,5% Sb_2S_3 ; Sb_2O_4 готовилась термическим разложением реактивной пятиокиси при 900°; Sb_2O_5 —реактивная пятиокись с содержанием 3—4% Sb_2O_3 .

хлоридной смесью в течение 2 часов и более, в фильтрат переходит незначительное количество трехвалентной сурьмы: на ее титрование расходуется 0,05 мл 0,1 н. раствора KBrO_3 , что немногим превышает необходимое для разрушения индикатора количество бромата.

Таблица 3

Растворимость четырехокси и сульфида сурьмы в хлоридной смеси (0,1 н. HCl , насыщенный NaCl)

Навеска в г	Растворитель	Продолжительность обработки в часах	Расход 0,1 н. р-ра KBrO_3 в мл	Растворилось Sb_2S_3 или Sb_2S_4 в %
0,5 Sb_2S_3	Хлоридная смесь	1	0,45	0,77
0,5 Sb_2S_3	" "	2	0,55	0,93
0,5 Sb_2S_3	" "	3	0,5	0,85
0,5 Sb_2S_3	" "	4	0,6	1,02
0,5 Sb_2S_3	" "	5	0,5	0,85
0,5 Sb_2S_3	" "	17	0,55	0,93
0,5 Sb_2S_3	1,5 н. р-р $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_6$	4	0,5	0,85
0,5 Sb_2O_4	Хлоридная смесь	4	0,0	0,0
0,5 Sb_2O_4	" "	4	0,0	0,0
0,5 Sb_2O_4	" "	17	0,0	0,0
0,5 Sb_2O_4	" "	30	0,0	0,0
0,5 Sb_2O_4	1,5 н. р-р $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_6$	4	0,0	0,0

Таблица 4

Растворимость смеси окислов и трехсернистой сурьмы в хлоридной смеси (1 н. HCl насыщенный NaCl)

Состав навески в г	Должно пойти мл KBrO_3 по фазам	Пошло мл 0,1 н. KBrO_3
0,1 Sb_2O_3	13,7	13,7
0,1 Sb_2O_5	13,7	
0,5 Sb_2S_3	0,5	13,95
	<u>14,2</u>	
0,1 Sb_2O_3	13,7	
0,5 Sb_2O_5	0,05	13,4
	<u>13,75</u>	
0,1 Sb_2O_3	13,7	
0,5 Sb_2O_5	0,05	14,3
0,5 Sb_2S_3	0,5	
	<u>14,25</u>	
0,1 Sb_2O_3	13,7	
0,5 Sb_2O_5	0,05	14,20
0,5 Sb_2S_3	0,5	
0,5 Sb_2O_4	0,0	
	<u>14,25</u>	

Примечание: Расход 0,10 н. раствора KBrO_3 во второй колонке таблицы составлен по данным таблиц 2 и 3

Из таблиц 2 и 3 видно, что 1) хлоридная смесь, 1 н. по соляной кислоте, как было показано, хорошо растворяющая трехокись, в незначительной степени растворяет сульфид сурьмы, в такой же степени как и обычно применяемый для извлечения трехокси 1,5 н. раствор винной кислоты; 2) четырехокись практически нерастворима в хлоридной смеси; 3) равновесие между твердой и жидкой фазами наступает в течение 1—2 часов. Некоторые расхождения в определении сурьмы в фильтрате являются ошибкой определения, свойственной объемному методу при малых содержаниях сурьмы.

Таблица 4 показывает, что при обработке смеси окислов и трехсернистой сурьмы хлоридной смесью влияния

соединений сурьмы на растворение трехокси нет—трехокси сурьмы извлекается из смеси ее соединений с достаточной для фазового анализа полнотой.

2. Определение трехсернистой сурьмы

Одним из удобных методов определения трехсернистой сурьмы является иодометрический. В данной схеме фазового анализа мы воспользовались методикой и аппаратурой, описанной Стукаловой [5].

3. Раздельное определение четырех- и пятиокси сурьмы

С аналитической точки зрения четырехокись сурьмы можно рассматривать, как химическое соединение окислов трех- и пентавалентной сурьмы: $2\text{Sb}_2\text{O}_4 = \text{Sb}_2\text{O}_3 \cdot \text{Sb}_2\text{O}_5^*$.

Раствор четырехокси содержит одинаковые количества трех- и пентавалентной сурьмы [6]. Смесь высших окислов будет представлять собой $\text{Sb}_2\text{O}_3 + \text{Sb}_2\text{O}_3 \cdot \text{Sb}_2\text{O}_5$.

При анализе этой смеси нужно различать: 1) общую сурьму навески; 2) пентавалентную сурьму пятиокси; 3) общую сурьму четырехокси; 4) пентавалентную сурьму четырехокси, 5) трехвалентную сурьму четырехокси; 5) общую пентавалентную сурьму.

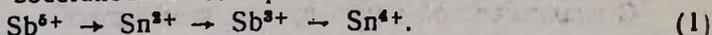
Если смесь высших окислов перевести в раствор и в нем определить пентавалентную и общую сурьму окислов, то легко рассчитать сурьму четырехокси и пятиокси, а именно: разность между общей сурьмой навески и общей пентавалентной сурьмой даст трехвалентную сурьму четырехокси, удвоение этой величины даст общую сурьму четырехокси. Сурьма пятиокси найдется по разности между общей сурьмой навески и общей сурьмой четырехокси.

По такому принципу анализировали продукты обжига трехсернистой сурьмы Шахов и Слободской [7]: они растворяли навеску в смеси соляной и винной кислот и в растворе определяли пентавалентную и общую сурьму.

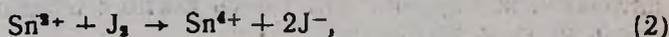
Однако, с одной стороны, растворение высших окислов (особенно четырехокси) в растворах соляной и винной кислот идет чрезвычайно медленно. Соблюдая пропись Шахова и Слободского мы не смогли высшие окислы сурьмы полностью перевести в раствор. С другой стороны, как показали наши опыты, обработка смеси высших окислов и сульфида сурьмы соляной кислотой приводит к восстановлению пентавалентной сурьмы выделяющимся сероводородом и вносит значительные ошибки в результаты анализов. Разложение высших окислов должно сопровождаться восстановлением. По расходу восстановителя можно определить количество пентавалентной сурьмы. Одним

* Четырехокись сурьмы обычно считают сурьмяной солью ортосурьмяной кислоты $\text{Sb}(\text{SbO}_4)$.

из восстановителей является двухвалентное олово, иодометрическое определение которого даже в сильно кислых растворах не представляет трудностей. В свое время раствор SnCl_2 был предложен для объемного определения двухвалентной меди и пятивалентной сурьмы [8], но это предложение не внедрилось в аналитическую практику вероятно потому, что трудно иметь растворы SnCl_2 постоянного состава*. Эту трудность можно избежать, если употреблять для восстановления пятивалентной сурьмы не раствор SnCl_2 , а вместе с навеской испытуемого образца высших окислов сурьмы брать навеску сравнительно устойчивой $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, в которой точно известно количество Sn^{2+} . В инертной атмосфере, в присутствии растворителя (HCl 1:1), пятивалентная сурьма восстановится до трехвалентного состояния:



Растворение высших окислов сурьмы будет идти до конца при наличии некоторого избытка Sn^{2+} , который можно окислить раствором иода:



а избыток последнего оттитровать тиосульфатом. При данной концентрации кислоты сурьма не окисляется иодом [10]. По израсходованному количеству тиосульфата и иода определяется количество олова, пошедшего на восстановление пятивалентной сурьмы, а по соотношению (1)—само количество пятивалентной сурьмы.

Общую сурьму навески удобно определить в том же растворе, окислов сурьму азотной кислотой и выпарив раствор с серной кислотой. Сурьма при выпаривании с серной кислотой восстанавливается до трехвалентного состояния, а олово остается четырехвалентным и не мешает объемному определению сурьмы броматом. Как показали наши опыты, при такой обработке не происходит потерь сурьмы.

Сравнительная устойчивость кристаллической соли $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ нами проверялась. Препарат квалификации чда, находясь в банке, из которой соль ежедневно отбиралась для работы, не менял своего состава в течение месяцев и оставался однородным по всей толще препарата.

Ход анализа. В реакционную колбу аппарата для определения сульфидной серы [5], в котором говорилось выше, помещается навеска смеси окислов сурьмы, содержащая 0,1—0,15 г $\text{Sb}_2\text{O}_3 + \text{Sb}_2\text{O}_5$ и около 0,2 г $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. В шариковый поглотитель, играющий роль клапана, наливается вода. Собранный аппарат промывается чистым углекислым газом в течение 20—30 минут. Через капельную воронку в реакционную колбу вводится 25 мл 50%-ной HCl она постепенно доводится до кипения. Пятиокись в течение 15—20 минут, четырехокись в течение 3 часов переходят в раствор. После растворения колба охлаждается в токе CO_2 до комнатной температуры.

* Раствор двухвалентного олова применяется для защиты сероводорода от окисления трехвалентным железом при определении сульфидной серы [9].

Через капельную воронку вводится 25 мл 0.1 н. раствора иода, аппарат разбирается и избыток иода оттитровывается тиосульфатом натрия*. Раствор окисляется 15 мл азотной кислоты и выпаривается с 10 мл серной кислоты вначале медленно, а к концу на сильном огне, до обильного выделения SO_3 . Для полного удаления азотной кислоты в раствор надо бросать кусочек (1—2 см²) беззольной фильтровальной бумаги. После охлаждения раствора сурьма определяется броматометрически.

В таблице 5 представлены результаты анализов смеси высших окислов сурьмы.

Таблица 5

Результаты анализа окислов сурьмы**

Вещество	Взято в г			Найдено в г			
	Sb ³⁺	Sb ⁵⁺	Sb общ.	Sb ⁵⁺	относ. ошибка в %	Sb общ.	относ. ошибка в %
Sb ₂ O ₃	0,03951	0,03951	0,07902	0,03935	-0,4	0,07903	+0,01
	0,02766	0,2766	0,05531	0,02722	-1,6	0,05541	+0,2
	0,01976	0,01976	0,03951	0,01959	-1,8	0,03988	+0,9
Sb ₂ O ₅		0,08337	0,08337	0,08385	+0,6	0,08343	+0,07
		0,06669	0,06669	0,06602	-1,0	0,06669	0,0
		0,05002	0,05002	0,0504	+0,7	0,05024	+0,4
		0,04169	0,04169	0,04161	-0,2	0,04176	+0,2
Sb ₂ O ₄ + Sb ₂ O ₅	0,01976	0,06145	0,08121	0,06155	+0,1	0,08115	-0,08
	0,02766	0,06935	0,09701	0,06940	+0,07	0,09708	+0,08

4. Раздельное определение окислов и сульфида сурьмы

Если в анализируемом образце наряду с окислами будет присутствовать сульфидная сурьма, то при описанном разложении навески восстановление пятивалентной сурьмы может протекать как за счет окисления Sn²⁺, так и за счет окисления сероводорода, т. к. их окислительно-восстановительные потенциалы близки [12].

Для того, чтобы восстановление пятивалентной сурьмы шло за счет окисления двухвалентного олова, необходимо резко снизить концентрацию H₂S. Это достигается применением более разбавленной соляной кислоты при разложении навески. Как показали опыты, в разбавленной HCl (1:3) при кипячении выделение сероводорода настолько медленное, что восстановление Sb⁵⁺ идет только за счет окисления Sn²⁺ ионов.

Ход анализа. Из первой навески трехокись сурьмы извлекается

* Титр иода должен быть установлен по металлическому олову, а тиосульфата—по иоду.

** В связи с непостоянством состава реактивной пятиокиси [11], пятивалентная сурьма готовилась в реакционной колбе аппарата из навески трехокиси обработкой ее HCl и медленным, но тщательным выпариванием с HNO₃.

Таблица 6

Результаты анализов смеси окислов и сульфида сурьмы

Вещество	В з я т о в з				Н а й д е н о* в з					
	Sb сульф.	Sb ³⁺	Sb ⁵⁺	Sb общ.	Sb сульф.	Отн. ошиб. %	Sb ⁵⁺	Отн. ошиб. %	Sb общ.	Отн. ошиб. %
Sb ₂ S ₃ +Sb ₂ O ₃	0,04337	0,04169		0,08506	0,04347	+0,25			0,08495	-0,1
Sb ₂ S ₃ +Sb ₂ O ₄	0,04128	0,01976	0,01976	0,0808	0,04115	-0,3	0,01982	+0,3	0,0812	+0,5
Sb ₂ S ₃ +Sb ₂ O ₅	0,03962		0,04263	0,08255	0,03950	-0,3	0,04275	+0,3	0,0821	-0,2
Sb ₂ S ₃ +Sb ₂ O ₃ + Sb ₂ O ₄ +Sb ₂ O ₅	0,0422	0,01976	0,05189	0,11385	0,04236	+0,4	0,05165	-0,5	0,11373	-0,1

* В графе „найдено“ не показано количество Sb_{окисл.}³⁺, определяемое не аналитически, а расчетно.

хлоридной смесью и определяется броматом.

Вторая навеска с добавлением SnCl_2 разлагается, как и смесь высших окислов, с тем отличием, что для разложения навески берется 25 мл HCl 1:3. В шариковый поглотитель нализуется 25 мл 0,1 н. раствора иода и около 75 мл воды. К концу разложения в реакционную колбу добавляется 25 мл. HCl (3:1) с тем, чтобы конечный раствор представлял собой разбавленную (1:1) соляную кислоту, После охлаждения аппарата содержимое шарикового поглотителя титруется тиосульфатом для определения сероводорода (сульфидной сурьмы), а в реакционной колбе определяется пентавалентная, а затем и общая сурьма. По этой методике анализировались продукты обжига трехсернистой сурьмы.

В таблице 6 представлены данные по анализу смеси окислов и сульфида сурьмы.

Выводы

1. Разработан новый метод фазового анализа продуктов низкотемпературного обжига трехсернистой сурьмы, позволяющий с удовлетворительной точностью определять сурьму трехокси, четырехокси, пятиокси и сульфидную.

2. Для извлечения трехокси предложена хлоридная смесь (1 н. раствор HCl , насыщенный NaCl). Показана зависимость растворимости трехокси сурьмы в воде, в растворах HCl , NaCl и $\text{HCl} + \text{NaCl}$ от температуры и концентрации HCl и NaCl .

3. Для разложения четырехокси и пятиокси сурьмы предложена твердая $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ с последующим добавлением HCl в инертной атмосфере.

Научно-исследовательский горно-металлургический институт Совнархоза АрмССР

Поступило 1 III 1958

Յա. Ի. Սատին և Ա. Պ. Մելիքսեթյան

ԱՆՏԻՄՈՆԻ ԵՌՍՈՒԼՖԻԴԻ ՑԱԾՐԱՍՏԻՃԱՆ ԲՈՎՍԱՆ ՊՐՈԴՊՈՒԿՏԻ ՖԱԶԱՑԻՆ ԱՆԱԼԻԶԻ ՆՈՐ ՄԵթՈՂ

Ա Մ Փ Ո Փ Ո Ւ Մ

Անտիմոնի ապառների և եռսուլֆիդի բովվածքի ֆազային անալիզը լիակատար ուսումնասիրված չէ: Տվյալ աշխատանքում առաջարկված է անտիմոնի եռսուլֆիդի ցածրատրճան (մինչև 500°) բովվածքի ֆազային անալիզի նոր մեթոդ:

Այդ շերմաստիճանում ստացված բովվածքը կարող է պարունակել ռեակցիայի մեջ չմտած անտիմոնի եռսուլֆիդ (Sb_2S_3), անտիմոնի եռօքսիդ (Sb_2O_3), քառօքսիդ (Sb_2O_4) և բովման որոշ պլամաններում նաև հնգօքսիդ (Sb_2O_5).

Ցույց է տրված, որ բովվածքից Sb_2O_3 -ի անջատումը քլորիդային խառնուրդով (1 ն. HCl -ի լուծույթ՝ հազեցված NaCl -ով) տվելի արագ է կատարվում, քան մինչ այժմ 1,5 ն. գինեթթվի լուծույթ օգտագործելիս:

Sb_2S_3 -ը որոշվում է լողաչափական մեթոդով: Sb_2O_4 -ի և Sb_2O_5 -ի քանակները դուրս են բերվում որոշված ընդհանուր և հնգարժեք անալիմնի քանակութուններից: Բարձրարժեք օքսիդների քայքայման և Sb^{5+} -ի որոշման համար առաջարկվում է օգտագործել բավականին կալուն բյուրեղալին $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ -ը ինքնա միջավայրում: $SnCl_2$ -ի ավելցուկը օքսիդացվում է լողով, իսկ վերջինիս ավելցուկը՝ ախորվում $Na_2S_2O_3$ -ի լուծույթով, $Na_2S_2O_3$ -ի, J_2 -ի և Sn^{2+} -ի ծախսերից հաշվվում է Sb^{5+} -ի քանակը:

Sb -ի ընդհանուր քանակութունը որոշվում է նույն լուծույթից, բրոմատաչափական մեթոդով՝ նախօրոք նրան օքսիդացնելով HNO_3 -ով և H_2SO_4 -ի ներկայութվամբ գոլորշիացնելով մինչև SO_3 -ի բուռն անջատումը:

ЛИТЕРАТУРА

1. Н. И. Солнцева, Э. И. Дубовицкая, Анализ руд цветных металлов и продуктов их переработки. Сб. Металлургиядат, Москва, 1956, стр. 24.
2. M. H. Coussé, Compt. Rend., 113, 1042 (1892).
3. Е. Д. Сендэл, Колориметрическое определение следов металлов. Госхимиздат, Москва—Ленинград, 1949, стр. 468.
4. K. H. Gayer, A. V. Garrett, J. Am. Chem. Soc. 74, 2353 (1952); A. R. Tourky, A. A. Mousa, J. Chem. Soc. 1948, 759; Schphulze, J. Prak. Chem, 27, 320 (1883).
5. Анализ минерального сырья. Под ред. Б. Г. Карпова. Госхимиздат, Ленинград, 1936, стр. 99.
6. N. Koprick, J. Zwiauer, Monatsh. 83, 189 (1952).
7. Г. А. Шахов, Сурьма. Цветметиздат. Москва, 1932; Г. А. Шахов, Я. Я. Слободской, Цвет. мет. 10. (1930).
8. F. Weil, Z. anal. Chem. 9, 297 (1870); 17, 438 (1878); A. Weller, Z. anal. Chem. 22, 252 (1883); G. Knorre. Z. angew. Chem. 1, 155 (1888).
9. С. Ф. Файнберг, Анализ руд цветных металлов. Metallurgizdat, Москва, 1953, стр. 781.
10. И. Кольтгоф, Объемный анализ, т. II. Практикум объемного анализа. Госхимиздат, Ленинград, 1932, стр. 407.
11. Руководство по препаративной неорганической химии. Под ред. Г. Брауера. ИЛ, Москва, 1956, стр. 300.
12. С. Глестон, Введение в электрохимию. ИЛ, Москва, 1951, стр. 738.