

O KVALITATIVNOM DOKAZIVANJU ANTIMONA UZ KALAJ

V. N. Njegovan

U svoje vreme¹⁾ predložio sam dokazivanje antimona uz kalaj, zagrevanjem sonokiselog rastvora smese trovalentnog antimona i četvorovalentnog kalaja sa rastvorom natrijumnog tiosulfata, pri čemu nastaje crveni Sb_2S_2O . Tom sam prilikom ustanovio da je osetljivost ove reakcije, bez prisustva kalaja, 1 : 25000, i da se jedan ekvivalent antimona može dokazati uz pedeset ekvivalenata kalaja.

Ove sam podatke sada proverio i našao da je osetljivost za čisti antimon 1 : 1,000.000, t. j. da se 1 γ može dokazati u 1 ml rastvora. Pri vrlo malim količinama treba ostaviti da se talog slegne preko noći.

Za dokazivanje antimona uz četvorovalentni kalaj predložio sam, da se suvišna sona kiselina ukloni dodavanjem sode (u čvrstom stanju). Mislim, da je bolje ukloniti suvišnu sonu kiselinu dodavanjem zasićenog rastvora natrijumnog acetata, sve dotle dok se ne pojavi s t a l a n talog, a rastvor reaguje (na lakmus) još kiselo. Suvišnu kiselinu treba ukloniti zato, da se izluči što manje sumpora, a naročito i zato što se iz jako kiselog rastvora taloži delomice žuti SnS_2 . Iz slabo kiselog rastvora taloži se iz rastvora četvorovalentnog kalaja potpuno beo talog, koji se sastoji od hidrata SnO_2 i elementarnog sumpora. Reagensa treba uzeti što manje, da bi se izlučilo što manje elementarnog sumpora. Na taj način može se dokazati 1 mg antimona uz 100, a i više mg kalaja.

DRŽAVNA TVORNICA LIJEKOVA
PLIVA
ZAGREB

Primljeno 13. prosinca 1949.

ABSTRACT

The Qualitative Determination of Antimony in Presence of Tin

,by

V. N. Njegovan

Antimony can be determined qualitatively by heating a solution acidified with hydrochloric acid by means of a solution of sodium thiosul-

¹⁾ Chem. Ztg., 45, 681 (1921); C. A., 15, 3429 (1921); C. J. Engelder, T. H. Dunkelberger, W. J. Schiller, Semi-Micro Qualitative Analysis, 2d ed. New-York 1947, str. 173.

fate. A red precipitate of $\text{Sb}_2\text{S}_2\text{O}$ is formed. Antimony can thus be detected in dilutions up to 1:1000000. If Sn^{IV} is present the solution should be almost neutralized with a saturated solution of sodium acetate (until a lasting precipitate is formed) and heated with a diluted solution of sodium thiosulfate. A red or pink precipitate indicates the presence of antimony. 1 mg. of antimony in presence of 100 mg. of tin can be detected in this way. The excess of the acid must be removed in order to prevent the deposition of too much sulfur and of a yellow precipitate of SnS_2 . From weakly acid solutions only a white precipitate consisting of SnO_2 and sulfur is formed.

STATE MANUFACTURE OF MEDICINALS

»PLIVA«

ZAGREB, CROATIA

[Received, December 13, 1949]