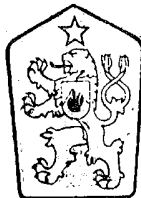


ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

240359
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 01 B 31/25

(22) Prihlášené 18 05 82
(21) (PV 3609-82)

(40) Zverejnené 16 07 85

(45) Vydané 15 08 87

(75)

Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing.; BOCKO JOZEF ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob stanovenia sírouhlíka

1

Vynález rieši stanovenie sírouhlíka mer-
kurimetrickou titráciou.

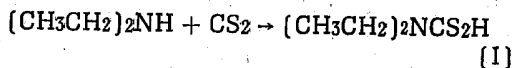
Sírouhlík zreaguje s dialkylamínom na di-
alkylamínovú soľ dialkylditiokarmamínovej
kyseliny, ktorá sa ztitruje odmerným rozto-
kom octanu ortuťnatého na indikátor dife-
nylkarbazid alebo difenylkarbazon do inten-
zívneho fialovomodrého sfarbenia.

Vynález nájde uplatnenie pri stanovení sí-
rouhlíka v ovzduší, vo vodách i v tuhých
látkach.

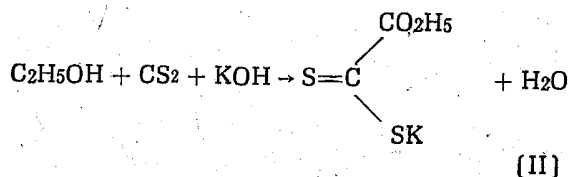
2

Vynález sa týka stanovenia sírouhlíka nachádzajúceho sa v plynnej, kvapalnej a tuhej fáze.

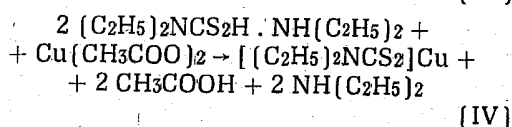
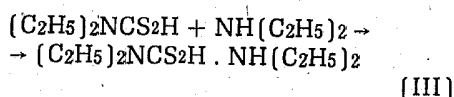
Bežne je známych viacero metód pre stanovenie sírouhlíka. V závažných metódach stanovenia a kontroly emisií látok znečisťujúcich ovzdušie, MLVH ČSR a SSR, Praha (1978) sú popísané stanovenia sírouhlíka absorpciou v roztoku dimetylamínu podľa rovnice (I)



Kyselina dietylditiokarbaminová sa stanovuje potenciometrickou titráciou odmerným roztokom dusičnanu strieborného vo vodno-alkoholickom prostredí. Ďalej sa tu popisuje absorpcia sírouhlíka zo vzduchu v alkoholickom roztoku hydroxidu draselného podľa rovnice (2). Vzniknutý etylxantogenát draselný sa stanoví odmerným roztokom jódu na škrob.



V M. V. Alexejeva a kol. Stanovení škodlivých látok ve vzduchu výrobních místností, SNTL Praha (1953) je popísané stanovenie sírouhlíka podľa rovnice (I), (III, IV)

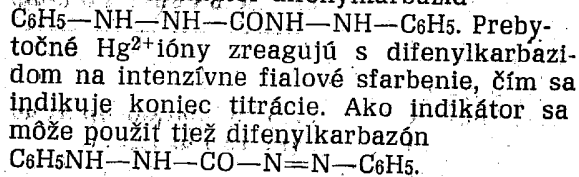


Ditiokarbamat mednatý je hnedosfarbená zlúčenina, ktorá sa stanoví kolorimetricky. Obdobne túto metódu popisuje tiež V. Vašák v Chemická analýza priemyslového ovzdušia SZN Praha (1962).

Moris B. Jakobs v Inorganic Poisons, John Wiley and sons, New York (1967) popisuje stanovenie sírouhlíka reakciou s etylamínom a octanom mednatým. Popisuje tu ďalej modifikovanú dietylamínovú metódu, kde používa okrem dietylamínu a octanu mednatého aj trietanolamín. Je tu popísaná tiež xantogenátová metóda stanovenia sírouhlíka, iba miesto KOH sa používa NaOH. Ďalej sa tu spomína kolorimetrické stanovenie sírouhlíka xantogenátovou metódou. Etylxantogenát draselný po reakcii s octanom mednatým tvorí žlté sfarbenie, ktoré sa stanoví kolorimetricky.

Postup podľa vynálezu umožňuje stanoviť sírouhlík, ktorý sa nachádza v plynnej, kvapalnej alebo tuhej fáze. Podstata vynálezu spočíva v tom, že sírouhlík zreaguje s

dialkylamínom na dialkylamínovú soľ dialkylditiokarbaminovej kyseliny podľa rovnice (III). Dialkylditiokarbaminová soľ sa stitruje odmerným roztokom octanu ortuťnatého na indikátor difenylkarbazid



Výhodou nového spôsobu stanovenia sírouhlíka merkurimetricky je jeho jednoduchosť a spoľahlivosť. Sírouhlík možno stanoviť v množstvách, ktoré sa bežne stanovujú titračnými metódami.

Príklad 1

Do prebublávačky s fritou S_2 sa dalo 20 mililitrov dietylamínu a 50 ml etanolu. Rýchlosťou 1,5 litra za minútu sa nechal cez fritu presávať vzduch, ktorý obsahoval sírouhlík. Po presatí vzduchu sa roztok kvantitatívne preliat do 100 ml odmerky a doplnil etanolom po značku. Odpipetovalo sa 25 ml zásobného roztoku, pridalo sa 3 kvapky difenylkarbazónu a titrovalo 0,05 N odmerným roztokom octanu ortuťnatého do fialovomodrého sfarbenia. Hmotnostný obsah sírouhlíka vo vzduchu bol 0,127 %. Paralelne sa robilo stanovenie sírouhlíka z odmernej banky tak, že sa pridal octan mednatý. Obsah sírouhlíka sa stanovil kolorimetricky. Podľa tejto metódy bol hmotnostný obsah sírouhlíka 0,126 %.

Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1, iba ako indikátor sa použil difenylkarbazid. Hmotnostný obsah sírouhlíka bol 0,127 %.

Príklad 3

Do odmerky sa odvážilo 5 g alkoholického roztoku sírouhlíka. Ďalej sa postupovalo podľa príkladu 1. Hmotnostný obsah sírouhlíka stanovený merkurimetricky na difenylkarbazón ako indikátor bol 2,54 % a kolorimetricky 2,53 %.

Príklad 4

Odvážilo sa 5 g pôdy obsahujúcej sírouhlík, z pôdy sa sírouhlík vyextrahoval kvantitatívne etanolom. Ďalej sa postupovalo podľa príkladu 1. Hmotnostný obsah sírouhlíka stanovený merkurimetricky na difenylkarbazón bol 0,241 %.

Stanovenie sírouhlíka podľa vynálezu možno použiť hlavne pri stanovení sírouhlíka v odpadných vodách a ovzduší. Obsah sírouhlíka v zásobnom roztoku sa musí pohybovať v koncentráciách bežných pri titračných stanoveniach. Z tohto dôvodu je metóda vhodná pre vyššie koncentrácie sírouhlíka.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Spůsob stanovenia sírouhlíka spočívajúci v reakcii sírouhlíka s prebytkom dialkylamínu na dialkylamínovú soľ kyseliny dialkylditiokarbamínovej vyznačujúci sa tým, že vzniklá dialkylamínová soľ kyseliny dialkyl-

ditiokarbamínovej sa stitruje odmerným roztokom octanu ortuťnatého na indikátor difenylkarbazid, lebo difenylkarbazon do fialovomodrého sfarbenia.