PÔVODNÉ OZNÁMENIA

STANOVENIE ROZPUSTNOSTI FLUORIDU BIZMUTITÉHO METÓDOU RÁDIOAKTÍVNYCH INDIKÁTOROV

V. KRIVÁŇ, Z. HLADKÝ

Oddelenie rádiochémie pri Katedre fyzikálnej chémie a Katedra analytickej chémie Slovenskej vysokej školy technickej v Bratislave

L. Domange [1] vypracoval metódu na stanovenie fluoridov, založenú na zrážaní a vážení fluoridu bizmutitého. Rozpustnosť BiF_3 určil tak, že k známemu množstvu fluoridu bizmutitého pridal toľko vody, až sa všetok rozpustil. Touto nepresnou metódou len veľmi približne určil, že BiF_3 má menšiu rozpustnosť než CaF_2.

Zrážanie fluoridov vo forme BiF_3 je výhodné pre jeho vysokú molekulovú váhu, jeho stálosť za podmienok uvedených autorom, ako aj ľahkosť oddeľovania filtráciou a premývaním.

Z hľadiska kvantitatívnej chemickej analýzy je však veľmi dôležité poznať hodnotu rozpustnosti tzv. nerozpustných zrazenín. Rozpustnosť fluoridu bizmutitého nebola doteraz presne stanovená, čo bolo nedostatkom Domangeho metódy.

V našej práci sa stanovila rozpustnosť BiF_3 v závislosti od pH v kyslej oblasti metódou rádioaktívnych indikátorov.

Experimentálna časť

Rozpustnosť BiF_3 sa určila z rádioaktivity ^{210}Bi (RaE) ako rádioaktívneho indikátora. Z posledných štyroch produktov rozpadu urán-rádiového radu sa najprv elektrolyticky oddelil ^{210}Bi, ktorý sa potom rozpustil v HNO_3. Takto pripraveným rádioaktívnym $^{210}Bi(NO_3)_3$ sa označil roztok $Bi(NO_3)_3$ v zriedenej kyseline octovej, ktorý sa na prípravu označeného BiF_3 použil ako zrážadlo. Fluorid bizmutitý sa zrážal, filtroval a premýval podľa Domangeho a sušil sa pri teplote 90 °C, pretože pri vyššej teplote je možný na vlhkom vzduchu jeho rozklad [2]. Z vysušenej zrazeniny sa navažovalo do malých reagenčných fľašiek po ca 100 mg a pridávalo sa 50 ml roztoku $HClO_4$ o rôznej koncentrácii od nulovej začínajúc. Kyselina chloristá sa použila preto, lebo zo všetkých kyselín má najmenšie predpoklady pre tvorbu komplexov s Bi^{3+}. Zrazenina sa miešala s roztokom pri teplote $20 \pm 0{,}2$ °C až do jeho nasýtenia, čo sa dosiahlo po 16 hodinách. Získaný nasýtený roztok sa odstredil vo vysokoobrátkovej odstredivke. Časť z neho sa použila na určenie pH, ktoré sa vykonalo potenciometricky pomocou článku sklená elektróda—nasýtená kalomelová elektróda. Druhá časť roztoku sa použila na meranie aktivity. Pipetovalo sa z neho do hliníkových mištičiek štandardných rozmerov, pokrytých tenkou vrstvou polymetylmetakrylátu a veľmi tenkým filmom detergenta. Obsah mištičiek sa odparoval pod infračervenou lampou. Na meranie rádioaktivity sa použila GM trubica typu 30/50 B Tesla, n. p., Vrchlabí a dekadický reduktor impulzov BM 353, Tesla, n. p., Brno.

Porovnávacím štandardným roztokom bol označený zrážací roztok o presne známej koncentrácii bizmutu. Zo známej koncentrácie a špecifickej aktivity porovnávacieho roztoku a z nameranej aktivity jednotlivých vzoriek sa určila koncentrácia nasýteného roztoku fluoridu bizmutitého. Všetky chemikálie použité v našej práci boli analytickej čistoty.

Výsledky a diskusia

Na stanovenie rozpustnosti sa volila metóda rádioaktívnych indikátorov. Jej veľkou prednosťou je, že umožňuje stanoviť množstvo rozpustenej látky nezávisle od stupňa jej ionizácie. Pri vhodnej voľbe špecifickej aktivity je presnejšia a citlivejšia než iné známe metódy [3].

Rozpustnosť sa stanovovala v závislosti od pH v rozmedzí 1,15—4,3. Závislosť je znázornená na diagrame 1. So znižovaním pH od hodnoty 3,85 rozpustnosť

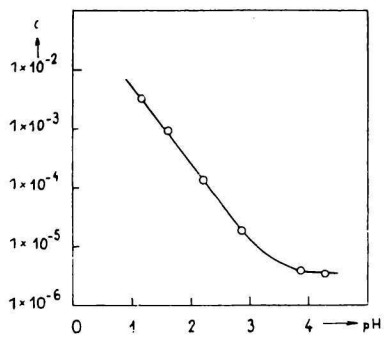


Diagram 1. Závislosť rozpustnosti fluoridu bizmutitého od pH; c — koncentrácia BiF_3 v mól/l.

vzrastá a pri pH 1,15 má hodnotu $5{,}03 \pm 0{,}50 \cdot 10^{-3}$ mól/l. So zvyšovaním pH od hodnoty 3,85 rozpustnosť klesá len veľmi nepatrne. Pri pH 4,3 má hodnotu $5{,}62 \pm 0{,}56 \cdot 10^{-6}$ mól/l. Pokusy s rozpúšťaním fluoridu bizmutitého v čistej redestilovanej vode a v roztokoch kyseliny chloristej o pH vyššom než 4,3 ukázali, že pH nasýteného roztoku sa ustáli na hodnote 4,3. To svedčí o tom, že v takýchto roztokoch prebieha hydrolýza a nemá zmysel určovať pri nich hodnotu rozpustnosti BiF_3.

Súhrn

Stanovila sa rozpustnosť BiF_3 v závislosti od pH v oblasti 1,15—4,3 metódou rádioaktívnych indikátorov za použitia ^{210}Bi. So zvýšením pH po hodnotu 3,85 rozpustnosť klesá, potom sa mení len veľmi nepatrne. Pri pH 1,15 má hodnotu $5{,}03 \pm 0{,}50 \cdot 10^{-3}$ mól/l, pri pH 4,3 má hodnotu $5{,}62 \pm 0{,}56 \cdot 10^{-6}$ mól/l.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ ФТОРИСТОГО ВИСМУТА ПО МЕТОДУ РАДИОАКТИВНЫХ ИНДИКАТОРОВ

В. КРИВАНЬ, З. ГЛАДКИ

Отдел радиохимии Кафедры физической химии и Кафедра аналитической химии Словацкой высшей технической школы в Братиславе

Выводы

Определена растворимость BiF_3 в зависимости от pH (в промежутке pH = 1,15—4,3) по методу радиоактивных индикаторов с применением ^{210}Bi. С повышением pH до величины 3,85 растворимость явно падает, после этого предела понижение растворимости уже незначительно. Значение растворимости при pH = 1,15: $5{,}03 \pm \pm 0{,}50.10^{-3}$ моль/л, при pH = 4,3: $5{,}62 \pm 0{,}56.10^{-6}$ моль/л.

Поступило в редакцию 16. 12. 1959 г.

BESTIMMUNG DER LÖSLICHKEIT VON WISMUTFLUORID MITTELS DER METHODE RADIOAKTIVER INDIKATOREN

V. KRIVÁŇ, Z. HLADKÝ

Abteilung für Radiochemie beim Lehrstuhl für physikalische Chemie und Lehrstuhl für analytische Chemie an der Slowakischen Technischen Hochschule in Bratislava

Zusammenfassung

Es wurde die Löslichkeit von BiF_3 in Abhängigkeit vom pH im Gebiete von 1,15 bis 4,3 mittels der Methode radioaktiver Indikatoren unter Verwendung von ^{210}Bi ermittelt. Mit der Erhöhung des pH bis zu dem Wert von 3,85 sinkt die Löslichkeit, hierauf sinkt sie nur sehr unbedeutend. Bei einem pH von 1,15 weist sie einen Wert von $5{,}03 \pm 0{,}50 \cdot 10^{-3}$ Mol. l^{-1}, bei einem pH von 4,3 einen Wert von $5{,}62 \pm 0{,}56 \cdot 10^{-6}$ Mol. l^{-1} auf.

In die Redaktion eingelangt den 16. 12. 1959

LITERATÚRA

1. Dońange L., Bull. soc. chim. *9*, 96 (1942). — 2. Dupuis T., Duval C., Anal. Chim. Acta *4*, 615 (1950). — 3. Tölgyessy J., Chemie *10*, 97 (1958).

Do redakcie došlo 16. 12. 1959

Adresa autorov:
Inž. Viliam Kriváň, inž. Zdeněk Hladký, Bratislava, Kollárovo nám. 2, Chemický pavilón SVŠT.