

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОЛОВА ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ (Preparation of Very Pure Tin)

Целью настоящей работы явилась попытка найти метод рафинирования, ведущий, главным образом, к удалению из олова ничтожных следов таких примесей, которые оказывают влияние на превращение его металлической β -модификации в серую α -модификацию. Таковыми прежде всего являются Bi, Sb и Pb [1], далее Cd, Au и Ag — замедляющие превращение и Zn, Al, Cr, Mn и Fe — несколько ускоряющие трансформацию; Fe, Cu и Ni, не оказывают влияния на скорость превращения. [2]

Методы, применяемые при приготовления олова высокой чистоты — для определения его атомного веса (электролиз тиостаннатов) [3], или другие методы, использующие электролиз кислых растворов, или же восстановление SnO_2 , приготовленного гидролизом солей четырехвалентного олова, при случае окисленных солей двухвалентного олова, являются либо зависящими от количества реактивов исключительной чистоты или же они не приводят к желательным результатам.

Экспериментальная часть

В качестве исходного сырья для приготовления олова было использовано сравнительно чистое олово „Банка“, содержащее следы активных примесей Pb, Sb, Bi, Zn. Гранулированное олово, помещенное в вертикальной стеклянной трубке, снабженной обратным холодильником, приводилось в контакт с хлором. Хлор подавался из стального баллона с такой скоростью, чтобы образующееся хлорное олово поддерживалось в кипящем состоянии [4]. Перед полным соединением всего олова в SnCl_4 реакцию прекращали. Полученное хлорное олово отделялось от металлического олова и от остатков, нерастворимых в SnCl_4 , фильтрацией стеклянным фильтром. Полученное хлорное олово затем далее очищалось многократной перегонкой.

1. Поместив продукт в перегонную колбу и прибавив несколько граммов олова, содержимое подвергали медленной перегонке. Собирали среднюю фракцию, кипящую при 113—114 °C (760 мм рт. ст.).

2. Эта фракция подвергалась повторной перегонке в токе сухого хлора.

3. Окрашенный хлором дистиллат вновь перегоняли, а среднюю — бесцветную фракцию смешивали с $\frac{1}{2}$ объема концентрированной H_2SO_4 (ч. д. а.) и встряхивали. Серную кислоту затем отделяли в делительной воронке.

4. Наконец, полученное хлорное олово подвергали повторной перегонке, применяя шариковую барботажную колонну и собирали фракцию, кипящую при 113,8—113,9 °C (с поправкой, отнесенной к 760 мм рт. ст.) [5].

Полученное таким образом хлорное олово применяли для приготовления электролита. Для этого хлорное олово разбавляли приблизительно тройным объемом воды и к нему прибавляли концентрированный раствор гидроксида натрия (ч. д. а.) до получения раствора станната надлежащей щелочности и разбавляли последний так, чтобы содержание олова в нем было равным 60 г/1000 мл.

Полученный раствор подвергали электролизу между нерастворимыми электродами (анод Pt — спираль, катод — графит, спектрально чистый, плотность тока 25 а/дм² катода). Олово выделялось в виде плотного осадка, хорошо отстающего от графита. Углерод, являющийся механическим загрязнением, из полученного олова удалялся переплавкой последнего под слоем дважды перегнанного глицерина.

Рафинированное олово, в котором активные посторонние примеси не были открыты спектральным анализом, начинало уже в течение одного часа, после его затравки α -модификацией, превращаться в серое олово при температуре —30 °C. Пластинки β -олова, размеров прибл. 8,5 × 6 × 2,5 мм и весом в 1 г, превращались при этой температуре в α -олово в течение четырех часов.

Karel Šmirous,

Поступило 4. 10. 1952.

Институт технической физики, Прага

Literatura — References

- [1] Tammann G.: Z. für Metallkunde 24 (1932), 154.
- [2] Arkel A. E. van: Reine Metalle, Springer Wien 1939, 489.
- [3] Bruiliet A.: Traité de chim. min. — Pascal, Masson, Paris 1933, 12.
- [4] Lorenz: Z. anorg. Chem. 10 (1895), 44.
- [5] Landolt-Börnstein: Physikalische-chemische Tabellen, HW. I, Springer, Berlin 1923, 365.

ЧЕХОСЛОВАЦКИЙ ФИЗИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ — CZECHOSLOVAK JOURNAL OF PHYSICS

Ročník 3. Vydává Ústav technické fyziky v Nakladatelství Čs. akademie věd, Praha II, Vodičkova 40, tel. 227-264, 231-276. — Tisknou Pražské tiskárny, n. p., provozovna 05, Praha VIII, tř. Rudé armády 171. — Redakce Praha II, Vodičkova 40, tel. 236-375. Novinové výplatné povoleno dohládacím poštovním úřadem Praha 022, č. j. 309/274-Ře-51. — Cena jednoho čísla Kčs 20,—, v předplacení (4 čísla) Kčs 80,—.