



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 093

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 09 12 81
(21) PV 9118-81

(51) Int. Cl.³ G 01N21/27

(40) Zveřejněno 25 02 83
(45) Vydáno 01 10 84

(75)

Autor vynálezu ČÍŽEK ZDENĚK ing. CSc., PLZEŇ

(54) Způsob odstranění rušících prvků

224 093

Vynález se týká způsobu odstranění rušících prvků, tj. železa a molybdenu při spektrofotometrickém stanovení niobu v technickém železe.

Dosud je problematika stanovení malých obsahů niobu v technickém železe řešena různými přímými spektrofotometrickými metodami bez dělení rušivých prvků nebo nepřímými fotometrickými metodami založenými na předchozím oddělení niobu hydrolytickým srážením nebo extrakcí komplexů niobu do různých extrahentů.

Hlavní nevýhody dosavadních způsobů řešení vyvstávají z omezené použitelnosti přímých metod pro stanovení nízkých koncentrací niobu, vzhledem k jejich malé citlivosti nebo k výraznému rušivému vlivu matričních a legujících prvků v ocelích. Nepřímé metody využívající dělení niobu precipitací jsou velmi pracné a časově náročné, metody využívající extrakce komplexů niobu doposud nenalezly většího praktického rozšíření, vzhledem k malé provozní spolehlivosti a k ob-

tížné dostupnosti potřebných chemikálií. Tyto nedostatky se v plném rozsahu týkají i všech doposud v literatuře publikovaných postupů, využívajících ke stanovení niobu komplex niobu se sulfochlorfenolem S. Sulfochlorfenolem S se rozumí 2,7-di(2-hydroxy-3-sulfo-5-chlorfenylazo)-chromotropovou kyselinu.

Výhodnějším se jeví způsob odstranění rušících prvků, tj. železa a molybdenu při spektrofotometrickém stanovení niobu v technickém železe pomocí 2,7-di(2-hydroxy-3-sulfo-5-chlorfenylazo)-chromotropové kyseliny podle předkládaného vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že vzorek se před vlastním spektrofotometrickým stanovením extrahuje organickou fází, například diisopropyleterem nebo methylisobutylketonem.

Hlavní myšlenka vynálezu spočívá v odstranění rušících prvků jejich extrakcí do organické fáze, a tím vzniklé možnosti stanovit niob zbylý ve vodné fázi velmi citlivou reakcí se sulfochlorfenolem S. V případě přítomnosti železa nelze totiž reakci niobu se sulfochlorfenolem S v daných hmotnostních poměrech Nb : Fe ve vzorcích ocelí využít vzhledem k významnému rušivému vlivu železa na průběh reakce. Dalšího zvýšení selektivnosti reakce niobu se sulfochlorfenolem S se pak dosahuje zvýšením rozpustnosti sulfochlorfenolu S přidavkem methanolu, a tím možností zvýšení koncentrace kyseliny chlorovodíkové v reakčním prostředí.

Pro extrakci železa, resp. molybdenu jako rušících prvků lze využít takových extrahentů, jež kvantitativně oddělují železo ve formě chlorokomplexů za vhodných reakčních podmínek (kyselost prostředí) od niobu. Ze souboru různých typů extra-

224 093

hentů jsou diisopropyleter a metylisobutylketon k tomuto účelu optimální.

Způsob podle vynálezu umožňuje během cca 2 až 3 hodin přesně stanovit obsah niobu, 0,001 až 0,1 % hmot. prakticky ve všech typech běžných a speciálních ocelí. Způsob stanovení je pracovně nenáročný, využívá standardní typy analytických operací i běžně používané reagenty.

Vynález je možné využít prakticky ve všech analytických laboratořích při analýzách technického železa, tzn. nízko, středně i vysoko legovaných ocelí, litiny a speciálních slitin železa - například všech typů slitinových ocelí pro jadernou energetiku.

Příklad provedení

0,500 g vzorku oceli se rozpustí ve 250 ml kádince ve 20 ml kyseliny sírové (zředěno vodou 1 : 3) a 0,5 ml kyseliny fosforečné. Po rozpuštění se oxiduje po kapkách kyselinou dusičnou. Roztok se odkouří 10 minut do dýmů oxidu sírového, stěny kádinky se opláchnou 3 až 4 ml vody a opět se odkouří. Po ochlazení se přidá 5 ml kyseliny vinné 1 M, zředí se vodou a zahřeje se do rozpuštění odparku. Roztok se převede do 100 ml odměrné baňky, doplní se vodou po značku a promíchá.

Extrakce pomocí diisopropyletheru: Do dělicí nálevky se odpipetuje 10 ml zásobního roztoku vzorku, přidá se 15 ml kyseliny chlorovodíkové konc. a 10 ml diisopropyl-

etheru a extrahuje se třepáním 30 s. Po rozdělení vrstev se vodní fáze vypustí do 50 ml kádinky a zahřívá cca 10 minut, ve vroucí vodní lázni, aby se odstranily zbytky diisopropyletheru. Po ochlazení se roztok přelije do 50 ml odměrné baňky, přidá se 5 ml methanolu, doplní se vodou na cca 45 ml a přidají se 2 ml 0,05 % roztoku sulfochlorfenolu S ve vodě. Baňka se doplní vodou po značku, promíchá se a nechá stát za laboratorní teploty 60 minut. Pak se měří absorbance roztoku ve vhodných kyvetách při 650 nm proti slepému pokusu připravenému stejným způsobem ze vzorku oceli bez niobu.

Extrakce pomocí methylišobutylketonu, užívá se v případě přítomnosti molybdenu: Do dělicí nálevky se odpipetuje 10 ml zásobního roztoku vzorku, přidá se 10 ml kyseliny chlorovodíkové konc. a 5 ml vody. Po promíchání se přidá 10 ml methylišobutylketonu a extrahuje se třepáním po dobu 30 s. Po rozdělení vrstev se vodní fáze vypustí do 50 ml kádinky a zahřívá se ve vroucí vodní lázni pro odstranění zbytků methylišobutylketonu. Po ochlazení se roztok přelije do 50 ml odměrné baňky, přidá se 5 ml kyseliny chlorovodíkové konc., 5 ml methanolu, doplní se vodou na cca 45 ml a přidají se 2 ml 0,05 % roztoku sulfochlorfenolu S ve vodě. Baňka se doplní vodou po značku, promíchá a nechá se stát za laboratorní teploty 60 minut. Pak se měří absorbance roztoku ve vhodných kyvetách při 650 nm proti slepému pokusu.

Pokud analyzovaný vzorek obsahuje více než 2 % chromu a více než 5 % niklu, odpipetuje se ze zásobního roztoku

224 093

současně druhý alikvotní podíl 10 ml a zpracuje se stejně jako analyzovaný podíl kromě přidavku sulfochlorfenolu S. Absorbance pozadí změřená proti vodě se pak odečte od absorbance podílu se sulfochlorfenolem S (korekce pozadí barevných iontů chromu a niklu). Obsah niobu v analyzovaných vzorcích se vyhodnotí pomocí kalibrační křivky, zhotovené pomocí přidavků standardního roztoku niobu k oceli bez niobu za použití uvedeného pracovního postupu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob odstranění rušících prvků, tj. železa a molybdenu při spektrofotometrickém stanovení niobu v technickém železe pomocí 2,7-di(2-hydroxy-3-sulfo-5-chlorfenylazo)-chromotropové kyseliny, vyznačující se tím, že vzorek se před vlastním spektrofotometrickým stanovením extrahuje organickou fází například diisopropyleterem nebo methylišobutylketonem.