

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56800

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.VI.1967 (P 121 336)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25.I.1969

Kl. 42 1, 3/53

MKP G 01 n 33/20



Twórca wynalazku: mgr inż. Eugeniusz Rączka

Właściciel patentu: Zakłady Cynkowe „Silesia” Przedsiębiorstwo Państwowe, Katowice—Wełnowiec (Polska)

Sposób oznaczania ołowiu w indzie surowym metodą polarograficzną

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania ołowiu w indzie surowym o zawartości około 98,5% wagowych indu.

Dotychczas do oznaczania zawartości ołowiu w indzie surowym stosuje się sposób polegający na oddzieleniu z rozpuszczonej próbki indu niektórych zanieczyszczeń jak cyny, ołowiu, kadmu, miedzi i innych przez dwukrotne wytrącenie ich siarczków siarkowodorem. Następnie rozpuszcza się siarczki cyny i antymonu roztworem wielosiarczku sodowego, a pozostały osad zawierający głównie ołów, kadm i miedź rozpuszcza się w kwasie azotowym, przeprowadza w siarczyny i oznacza ołów wagowo. Sposób ten jest bardzo żmudny i niedokładny, gdyż w czasie wytrącania siarczków metali stanowiących zanieczyszczania indu surowego możliwe jest współstrącenie indu, który zniekształca wynik oznaczenia.

Dotychczas znane sposoby oznaczania zawartości ołowiu w indzie surowym metodą polarograficzną i miareczkową dotyczą indu o czystości powyżej 99,7% wagowych In. Sposób polarograficzny polega na rozpuszczeniu indu w kwasie solnym z dodatkiem bromu i polarograficznym oznaczeniu zawartości ołowiu w nasyconym roztworze chlorku amonowego z dodatkiem tylozy. Sposób ten nie zawsze może być zastosowany, gdyż fale polarograficzne cyny nakładają się na fale indu, powodując całkowite zniekształcenie wyników. Inny znany sposób polega na ekstrakcyjnym miarecz-

2

kowaniu indu ditizonem w roztworze amoniakalnym.

Wymienione sposoby oznaczania są nie przydatne w przypadku analizy indu surowego o zawartości około 98,5% wagowych indu, dlatego, że cyna gdy występuje w badanym metalu w ilościach znacznie przewyższających zawartości ołowiu, zakłóca przebieg oznaczeń i zniekształca wynik analizy.

Celem wynalazku jest usunięcie niedogodności dotychczas stosowanych sposobów oznaczania ołowiu w indzie surowym oraz opracowanie dogodnego sposobu oznaczania zawartości ołowiu w indzie surowym zapewniającego otrzymywanie powtarzalnych i wiarygodnych wyników oznaczeń.

Zadanie to zostało rozwiązane zgodnie z wynalazkiem w ten sposób, że próbkę indu surowego rozpuszcza się w kwasie bromowodorowym z dodatkiem bromu i trzykrotnie odparowuje próbkę z kwasem bromowodorowym do sucha w celu usunięcia cyny, po czym suchą pozostałość rozpuszcza się w 4,5 m roztworze kwasu bromowodorowego i ekstrahuje ind eterem dwuetylowym. Pozostałość po ekstrakcji odparowuje się i polarograficznie oznacza się z niej ołów w 0,1 m roztworze chlorku potasowego w obecności żelatyny w zakresie potencjałów od $-0,3$ do $-0,6$ V względem elektrody rtęciowej.

Zaletą sposobu oznaczania ołowiu w indzie surowym według wynalazku jest wyeliminowanie

Przykład: 1 g próbki indu surowego rozpuszcza się w 10 ml kwasu bromowodorowego, utlenia kilkoma kroplami bromu i odparowuje do sucha. Pozostałość odparowuje się do sucha jeszcze dwukrotnie po dodaniu każdorazowo 5 ml kwasu bromowodorowego. Suchą pozostałość rozpuszcza się w 10 ml 4,5 m roztworu kwasu bromowodorowego i ekstrahuje ind wstrząsając 2 minuty z 25 ml

4

Pozostałość rozpuszcza się w 10 ml 0,1 m roztworu chlorku potasowego, dodaje się 1 ml 0,3% roztworu wodnego żelatyny i polarograficznie oznacza w zakresie potencjałów od $-0,3$ do $-0,6$ V, względem elektrody rtęciowej.

10

Sposób oznaczania ołowiu w indzie surowym metodą polarograficzną, **znamienny tym**, że próbkę indu surowego rozpuszcza się w kwasie bromowodorowym z dodatkiem bromu, trzykrotnie odparowuje rozpuszczoną próbkę z kwasem bromowodorowym do sucha w celu usunięcia cyny, a z pozostałości oddziela się ind przez ekstrakcję eterem dwuetylowym z 4,5 m roztworu kwasu bromowodorowego, po czym pozostałość odparowuje się i rozpuszcza się w 0,1 m roztworze chlorku potasowego, dodaje się żelatyny i oznacza polarograficznie ołów w zakresie potencjałów od $-0,3$ do $-0,6$ V względem elektrody rtęciowej.