

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

55774

Patent dodatkowy
do patentu _____

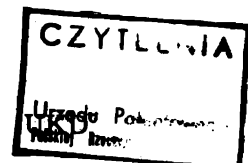
Zgłoszono: 04.IV.1966 (P 113 852)

Pierwszeństwo _____

Opublikowano: 20.VIII.1968

Kl 42 1, 3/53

MKP G 01 n 33/20



Współtwórcy wynalazku: mgr Jerzy Gerasimow, inż. Bogusław Kończak

Właściciel patentu: Zakłady Górniczo-Hutnicze „Bolesław”, Bukowno k.Olkusza (Polska)

Sposób oznaczania cynku i ołowiu w materiałach cynkowo-olowiowych

1

Predmiotem wynalazku jest sposób oznaczania cynku w ilości od 0—10% i ołowiu w ilości od 0—5% z jednej odważki w rudach cynkowo-olowiowych i odpadach z przeróbki materiałów cynkowo-olowiowych, lub oznaczania ołowiu w koncentratkach cynkowych.

W celu oznaczania cynku i ołowiu w wyżej wymienionych materiałach stosuje się najczęściej dwie oddzielne metody dla cynku i ołowiu. Oznaczenia według tych metod są pracochłonne i długotrwałe przy czym zachodzi konieczność oddzielania pierwiastków towarzyszących lub wytrącania ich w postaci osadów.

Znana metoda jednoczesnego oznaczania ołowiu i cynku z roztworu chlorku potasowego zawierającego fuksynę, wymaga kłopotliwej i przebiegającej wyłącznie w bardzo wąskim przedziale pH roztworu, redukcji żelaza hydroksylaminą. Poza tym konieczne jest usuwanie z analizowanego roztworu tlenu, co dodatkowo przedłuża analizę.

Druga znana metoda jednoczesnego oznaczania cynku i ołowiu z roztworu chlorku sodowego zawierającego buforowy roztwór octanowy, pozwala oznaczać cynk tylko wtedy, gdy znajduje się on w większych ilościach, a dla małych zawartości ołowiu w obecności większych ilości żelaza, metoda ta wymaga modyfikacji. Wykresy fal polarograficznych uzyskiwane tą metodą są bardzo trudne do interpretacji ilościowej i stanowią główny powód mniejszej dokładności uzyskiwanych wyników.

2

Sposób według wynalazku polega na rozpuszczeniu analizowanej próbki w wodzie królewskiej, odparowaniu do sucha, następnie rozpuszczeniu w kwasie solnym i odparowaniu roztworu prawie do sucha, rozpuszczeniu pozostałości w roztworze kwasu askorbinowego, który redukuje żelazo, uzupełnieniu do określonej objętości roztworem podstawowym i polarografowaniu ołowiu w zakresie potencjałów od — 0,3 do — 0,5 V i cynku od — 0,8 do — 1,2 V wobec nasyconej elektrody kalomełowej przy odpowiednio dobranej czułości i kompensacji oraz odczytaniu wyników z wykreślonej uprzednio krzywej wzorcowej.

Przykład

0,5 g rudy blendowej umieszczono w zlewce o pojemności 250 ml, rozpuszczono na gorąco w 15 ml wody królewskiej i odparowano do przeprażenia osadu. Do suchej pozostałości dodano 5 ml kwasu solnego (1, 19) i odparowano prawie do sucha.

Do zlewki wiano 10 ml 2% roztworu kwasu askorbinowego, wymieszano do rozpuszczenia soli, a następnie dodano 90 ml roztworu podstawowego (zawierającego w 1 litrze 200 g chlorku sodowego, 12 g rodanku amonowego, 0,5 ml lodowatego kwasu octowego, 0,6 g octanu amonowego, 2 ml 0,1% roztworu oranżu metylowego i 0,05 g kleju stolarskiego). Roztwór w zlewce po wymieszaniu przybrał przejściowo zabarwienie wskaźnika (pH około 3,5).

Z roztworu tego oznaczono polarograficznie ołów rejestrując falę w zakresie potencjałów od — 0,3 do — 0,5 V i cynk w zakresie potencjałów od — 0,8 do — 1,2 V wobec nasyczonej elektrody kalomelowej, przy odpowiednio dobranej czułości i kompensacji. Wynik odczytano z krzywej wzorcowej.

W celu wyznaczenia krzywej wzorcowej do trzech zlewek o pojemności 250 ml odmierzono kolejno 40, 20 i 10 ml roztworu wzorcowego zawierającego w 1 ml 0,001 g cynku i 0,005 g ołowiu, 5 ml chlor-
 10 ku żelazowego zawierającego w 1 ml 0,01 g żelaza i odparowano do sucha. Suchą pozostałość rozpuszczono w 5 ml kwasu solnego (1, 19) i odparowano ponownie ogrzewając, zlewkę przez płytę azbesto-
 15 wą tak, aby osad pozostał lekko wilgotny. Zlewkę ostudzone, dodano 10 ml 2% roztworu kwasu askorbinowego, 90 ml roztworu podstawowego i dalej postępowano jak przy wykonaniu oznaczeń w
 20 próbkach. Wykreślono krzywą wzorcową nanosząc na ośi rzędnych wysokości fal w milimetrach, a na ośi odciętych odpowiadające im zawartości cynku i ołowiu.

Sposób według wynalazku jest znacznie dokładniejszy i szybszy niż znane dotychczas sposoby jednoczesnego oznaczania cynku i ołowiu. Nadaje się on do oznaczania z dużą dokładnością cynku i ołowiu we wszystkich materiałach, w których zawartość tych pierwiastków nie przekracza 10% i żelaza 40%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania cynku i ołowiu w materiałach cynkowo-ołowiowych, **znamienny tym**, że badaną próbkę rozpuszcza się w wodzie królewskiej, odparowuje do sucha, dodaje kwasu solnego i odparowuje prawie do sucha, a następnie do pozostałości dodaje się roztworu kwasu askorbinowego, który redukuje żelazo, rozcieńcza się roztworem podstawowym zawierającym chlorek sodowy i rodanek amonowy i polarograficznie oznacza się cynk i ołów z jednego roztworu.