

G01 2 33/20.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45930

Kl. 42 1, 3/53

Zakłady Cynkowe „Silesia”*)
Przedsiębiorstwo Państwowe

Katowice, Polska

Sposób oznaczania cyny w rudach i koncentratkach cynku, ołowiu i miedzi

Patent trwa od dnia 11 października 1961 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania cyny w rudach i koncentratkach cynku, ołowiu i miedzi przy zastosowaniu metody polarograficznej względnie fotometrycznej w zależności od zawartości cyny w badanym materiale.

Dotychczas do oznaczania cyny stosowano sposób Blumenthala polegający na rozpuszczaniu próbki w kwasie azotowym, wzbogaceniu przez wytrącenie na nośniku (MnO_2) przy pomocy azotanu manganowego i nadmanganianu potasowego, stopieniu osadu z nadtlenkiem sodowym, wyługowaniu stopu wodą i wytrąceniu siarczków siarkowodorem z zastosowaniem miareczkowej końcówki jodometrycznej.

Według innego znanego i stosowanego sposobu, próbkę rozpuszcza się w kwasie azo-

wym i dwukrotnie odparowuje do sucha z kwasem siarkowym, następnie usuwa się krzemionkę kwasem fluorowodorowym, wytrąca amoniakiem wodorotlenek żelaza wraz z cyną. Osad stapia się z nadtlenkiem sodowym, dalej postępuje jak w wyżej opisanym sposobie.

Wyniki analiz uzyskane tymi sposobami nie zawsze są powtarzalne, przy czym sposoby te są pracochłonne i wymagają stosowania toksycznych odczynników, zwłaszcza siarkowodoru.

Wszystkie wyżej wymienione wady usuwa sposób według wynalazku, według którego z roztworu otrzymanego przez wyługowanie stopionej próbki z nadtlenkiem sodowym wytrąca się amoniakiem żelazo w postaci wodorotlenku, który oddziela się a przesącz doprowadza się kwasem azotowym do kwasowości 0,5 n, następnie dodaje się kupferonu i ekstrahuje chloroformem kupferonian cyny, ekstrakt odparowuje się z kwasem siarkowym, rozcieńcza wodą i zobojętnia amoniakiem i z tak otrzymanego roztworu oznacza się

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Eugeniusz Rączka, mgr Kornelia Zawitniewicz i Henryk Suchy.

cynę polarograficznie w obecności bromku sodowego (w przypadku zawartości Sn powyżej 0,01%) lub fotometrycznie za pomocą fenylofluoronu (w przypadku zawartości Sn powyżej 0,01%).

Przykład: 1 g próbki stapia się z 5 g nadtlenku sodowego, ługuje stop wodą, roztwór zadaje się amoniakiem i oddziela wytrącony wodorotlenek żelaza. Do odmierzonej części przesącza zawierającej około 50 μ g cyny, dodaje się HNO_3 doprowadzając roztwór do kwasowości 0,5 n. Następnie dodaje się 4 ml 1 %-owego roztworu kupferonu i roztwór poddaje się dwukrotnej ekstrakcji chloroformem. Zebrane ekstrakty odparowuje się z około 2 ml kwasu siarkowego stężonego do objętości 0,5 ml, rozcieńcza wodą i zobojętnia amoniakiem.

Z otrzymanego roztworu w przypadku spodziewanej zawartości cyny powyżej 0,01 % oznacza się cynę polarograficznie w zakresie potencjałów od -0,1 do -0,5 V w obecności bromku sodowego i żelatyny, a w przypadku zawartości cyny poniżej 0,01 % — fotometrycznie za pomocą fenylofluoronu. W tym ostatnim przypadku roztwór zakwasza się kwasem siarkowym (0,8 ml stężonego kwasu) w 25 ml roztworu) dodaje nieco roztworu żelatyny i zabarwia za pomocą alkoholowego roztworu fenylofluoronu. Po 20 minutach wykonuje się pomiar na fotometrze lub fotokolorymetrze, stosując filtr o maksimum przepuszczalności 500 m μ .

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oznaczania cyny w rudach i koncentraty cynku, ołowiu i miedzi metodą polarograficzną względnie fotometryczną przy zastosowaniu stapiania próbki z nadtlenkiem sodowym i ługowaniu stopu wodą, znamienny tym, że z wodnego roztworu otrzymanego z ługowania stopu wytrąca się amoniakiem wodorotlenek żelaza, który oddziela się, a przesącz doprowadza kwasem azotowym do kwasowości 0,5 n, dodaje kupferonu oraz ekstrahuje chloroformem kupferonian cyny, następnie ekstrakt odparowuje się z kwasem siarkowym, rozcieńcza wodą i zobojętnia amoniakiem i z tak otrzymanego roztworu oznacza się cynę w zależności od zawartości cyny w badanym materiale, polarograficznie w obecności bromku sodowego lub fotometrycznie przy zastosowaniu fenylofluoronu.
2. Sposób oznaczania według zastrz. 1, znamienny tym, że oznaczenie zawartości cyny metodą polarograficzną prowadzi się w zakresie potencjałów od -0,1 do -0,5 V.

Zakłady Cynkowe „Silesia”
Przedsiębiorstwo Państwowe

Zastępca: mgr Bolesław Kuźnicki
rzecznik patentowy

