



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

198963

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³ C 22 B 11/04

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 10 11 78

(21) PV 7329 - 78

(40) Zverejnené 17 09 79

(45) Vydané 01 8 82

(75)
Autor vynálezu

H L A D K Ý Zdeněk ing. CSc.,

B E R Č Í K JuraJ ing. CSc.,

Č A K R T Miroslav ing. CSc. a

G A R A J Ján prof.ing.DrSc.,

B R A T I S L A V A

(54) Spôsob prípravy striebra čistoty referenčného materiálu

1

Vynález rieši spôsob prípravy striebra čistoty referenčného materiálu.

Referenčné materiály sú látky, ktoré vhodným spôsobom reprodukujú niektoré chemické a fyzikálne vlastnosti daného systému. Sú to stelesnené miery v chemickej metrologii. Referenčné materiály pre analytickú chémiu sa produkujú v dvoch skupinách : zmesné referenčné materiály pre priemyselné laboratória - analýzy viacerých zložiek a referenčné materiály vysokej čistoty. Striebro je základným referenčným materiálom, ktorý umožňuje nadväzovať iné analitické štandardy.

Pri doterajších spôsoboch hutníckej rafinácie získava sa striebro čistoty 99,6 %. Takto získané striebro sa elektrolyticky rafinuje z prostredia roznych elektrolytov, napríklad z prostredia kyanidov, pričom sa získa striebro čistoty 99,9 %. Takto vyrobené striebro obsahuje ešte značné množstvo nečistôt jednak elektroaktívnych, kovy, jednak rozpustený a chemicky viazaný kyslík. Tieto znečisteniny znemožňujú využiť striebro ako referenčný materiál.

Uvedené nedostatky odstraňuje spôsob podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že sa strieborný materiál rozpustí v 10 až 50% kyseline dusičnej, pridáva sa 5 až 20% roztok amoniaku tak, aby 10 až 15 % povodného množstva striebra zostalo vo forme kysličníka strieborného, po odfiltrovaní sa k filtrátu pridáva redukčné činidlo, výhodne formaldehyd,

198883

striebro sa po filtrácii a vysušení taví v kremenných trubiciach pri teplotách 1100° až 1200 °C, po ochladnutí a opätovnom tavení v kremennej trubici sa striebro redukuje pri teplotách 800 až 900 °C elektrolytickým vodíkom v kremennej trubici 2 až 4 hodiny.

Výhoda spôsobu podľa vynálezu je, že sa strieborného materiálu o obsahu 99,8 % striebra, obsahujúceho ako nečistoty meď, olovo, zinok, paládium, zlato, cín, bizmut a kyslík, získa produkt obsahujúci alespoň 99,999 % striebra, v ktorom neboli metódami stopovej analýzy s vysokou hranicou dôkazu a stanovenia zistené uvedené prvky.

Príklad 1

100 g striebra sa rozpustí v potrebnom množstve najčistejšej kyseliny dusičnej koncentrácie 30 %. Po ochladnutí roztoku sa pridáva vodný redestilovaný roztok amoniaku koncentrácie 15 % tak, aby časť striebra asi 10 % zostala vylúčená ako kysličník strieborný. Tento slúži ako adsorbent spoluzrážaných nečistôt nerozpustných v amoniakálnom prostredí. Roztok sa sfiltruje kremennou fritou veľkej hustoty a k číremu filtrátu sa pridáva nadstochiometrické množstvo čerstvo redestilovaného vodného roztoku formaldehydu. Roztok sa mieša a zahrieva pod teplotu varu. Počas operácie sa vylučuje strieborný prášok. Zrazenina striebra sa odfiltruje stredne hustou sklenenou tritou a na filtri sa premýva redestilovanou vodou 6 krát a čistým alkoholom 1 krát. Striebro sa vysuší a po vysušení sa vnesie do kremenných trubíc priemeru 4 mm, kde sa pri teplotách 1200 °C pod vakuom taví kyslíkovodíkovým plameňom. Po ochladnutí sa trubice rozbiť, strieborný drôt sa vnesie do kremennej trubice priemeru 6 mm a znova sa pod vakuom taví. Po ochladnutí sa vyberie strieborný drôt a redukuje sa 4 hodiny v prúde elektrolytického vodíka pri teplote 800 °C. Po ochladnutí sa z drôtu vytvaruje príslušný tvar elektródy.

Príklad 2

Ako príklad 1 s tým, že ako východzí materiál sa použije 170 g dusičnanu strieborného, ktorý sa rozpustí v 400 ml redestilovanej vody.

Takto pripravené striebro je vhodným referenčným materiálom pre oblasť analytickej chémie. Je coulometrickým referenčným materiálom. Ďalej je vhodným materiálom pre celú skupinu rôznych termických analytických metód ako nositeľ presne definovaných vlastností.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy striebra čistoty referenčného materiálu vyznačujúci sa tým, že sa strieborný materiál rozpustí v 10 až 50% kyseline dusičnej, pridáva sa 5 až 20% roztok amoniaku tak, aby 10 až 15 % pôvodného množstva striebra zostalo vo forme kysličníka strieborného, po odfiltrovaní sa k filtrátu pridáva redukčné činidlo, výhodne formaldehyd, striebro sa po filtrácii a vysušení taví v kremenných trubiciach pri teplotách 1100 °až 1200 °C, po ochladnutí a opätovnom tavení v kremennej trubici sa striebro redukuje pri teplotách 800 až 900 °C elektrolytickým vodíkom v kremennej trubici 2 až 4 hodiny.