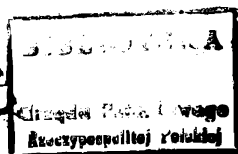


Warszawa, dnia 8 kwietnia 1953 r.

G01n 33/20

URZĄD PATENTOWY



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35261

Kl. 42 I, 3/53

Zakłady Metalurgiczne Poznań *)

Przedsiębiorstwo Państwowe

(Poznań, Polska)

Sposób oznaczania cynku w brązach

Udzielono patentu z mocą od dnia 15 czerwca 1951 r.

Sposób według wynalazku pozwala na szybkie oznaczenie cynku w brązach cynowych, zawierających miedź, cynę, cynk, ołów, nikiel, żelazo, antymon i glin.

Czas oznaczania, wynoszący 120 minut, jest znacznie krótszy od dotychczasowych metod chemicznych, które wymagały wielokrotnie dłuższego czasu.

Sposób ten pozwala na szybkie usunięcie wszystkich poza cynkiem składników brązu przez trzykrotne sączenie roztworu bez stosowania siarkowodoru.

Wykonanie oznaczenia według wynalazku:

2,5 g brązu rozpuszcza się w wodzie królewskiej, odparowuje się do sucha, a następnie podgrzewa się do szernienia pozostałości. Po dodaniu 50 ml kwasu siarkowego (2n) podgrzewa się do rozpuszczenia, przelewa się do kolby miarowej na 200 ml, dodaje się 100 ml wody i nad-

mier amoniaku 25 %-ego, a po ostudzeniu dopełnia się do kreski, miesza się i sączy przez suchy sączek do suchej kolby. 100 ml przesącza w zlewce na 400 ml zubożnina się kwasem siarkowym (1,4) do zmiany zabarwienia, dodaje się 20 ml kwasu siarkowego (2n), 20 ml kwaśnego siarczynu potasu 10 %-ego i w temperaturze 40° C zadaje się rodankiem amonu 10 %-owym do zupełnego odbarwienia roztworu, unikając nadmiaru. Jeśli wytrąca się ciemny osad, jest to znakiem zbyt małej zawartości SO₂ w roztworze. Mieszaninę przelewa się do kolby miarowej na 250 ml, a po ostudzeniu do temperatury pokojowej dopełnia się do kreski, miesza się i sączy przez suchy sączek do suchej kolby. 200 ml przesącza w kolbie miarowej na 250 ml zadaje się nadmiarem amoniaku 25 %-ego oraz 10 ml dwumetylogliksymu 1 %-ego, w celu usunięcia niklu (w przypadku wyższej jego zawartości odpowiednio więcej), dopełnia się do kreski, miesza się i sączy przez suchy sączek do suchej kolby. 200 ml przesącza w zlewce na

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcą jest **Marian Hoffman** w Poznaniu.

400 ml zakwasza się kwasem siarkowym (1,4) w obecności oranżu metylowego, dodaje się 20 ml nadsiarczuanu amonu 20 %-ego, gotuje się około 20 minut, a następnie dodaje się łyżeczkę siarczuanu amonu i w temperaturze około 90° C miareczkuje się potencjometrycznie za pomocą roztworu żelazocyjanku potasu.

Przy pierwszym sączeniu usuwa się ołów jako siarczan, część cyny i antymonu oraz glin i żelazo jako wodorotlenki. Przy drugim sączeniu usuwa się miedź i resztę cyny oraz antymonu, za pomocą rodanku w środowisku redukującym (SO_2).

Przy trzecim sączeniu usuwa się nikiel w postaci połączenia jego z dwumetyloglioksymem.

Stosowanie kolb miarowych czyni zbyteczne przemywanie osadów oraz usuwa zastrzeżenia, związane z proporcjonalną adsorpcją cynku w osadach.

Samo oznaczenie cynku można wykonać nie tylko miareczkowaniem potencjometrycznym,

lecz również innymi sposobami; można go oznaczyć np. jako siarczek.

Metoda da się zastosować również do brązów o nieznannej zawartości niklu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania cynku w brązach, znamienny tym, że rozpuszczony w kwasie brąz zadaje się najpierw nadmiarem amoniaku, przy czym strąca się ołów, żelazo, glin, część cyny i antymonu, które się odsąca, następnie przesącz zadaje się w środowisku kwaśno-redukującym rodankiem i odsąca się osad, zawierający miedź i ewentualnie resztę cyny i antymonu, wreszcie przesącz uwalnia się od niklu przez działanie dwumetyloglioksymem w roztworze amoniakalnym, a po odsączeniu osadu niklu w przesączu, zawierającym już tylko cynk, oznacza się ten ostatni dowolnym sposobem.

Zakłady Metalurgiczne Poznań