

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

51928

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 28.X.1963 (P 102 845)

Pierwszeństwo: _____

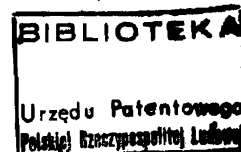
Opublikowano: 15.IX.1966

Kl. 42 I, 3/53

MKP G 01 n

33/20

UKD



Współtwórcy wynalazku: mgr Ewelina Szkop, mgr Jerzy Gerasimow
Właściciel patentu: Zakłady Górniczo-Hutnicze „Bolesław” Bukowno
k/Olkusza (Polska)

Sposób oznaczania talu w ołowiu, cynku i kadmie oraz w rudach i koncentratkach cynkowo-olowiowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania małych zawartości talu w ołowiu, cynku i kadmie oraz w rudach i koncentratkach cynkowo-olowiowych.

W celu oznaczania talu stosuje się najczęściej sposób polegający na miareczkowaniu talu bromianem potasowym. Tok postępowania w czasie analizy różnych materiałów różni się jedynie sposobem ich rozpuszczania. Ten sposób oznaczania jest pracochłonny i mało dokładny dla niewielkich zawartości talu.

Sposób według wynalazku polega na rozpuszczeniu analizowanej próbki w kwasach, odparowaniu roztworu prawie do sucha, rozpuszczeniu pozostałości w kwasie fosforowym, utlenieniu talu nadtlenkiem wodoru w obecności chlorku żelazowego, utworzeniu barwnego związku kompleksowego talu z fioletem krystalicznym, wyodrębnieniu przez ekstrakcję toluenem, a następnie pomiarze ekstynkcji ekstraktu przy zastosowaniu filtra o maksimum przepuszczalności 580 milimikronów i odczytaniu wyniku z wykreślonej uprzednio krzywej wzorcowej.

Przykład I. 5,0 g ołowiu, cynku lub kadmu w postaci wiórków umieszczono w zlewce pojemności 250 ml i rozpuszczone na gorąco w 30 ml rozcieńczonego kwasu azotowego (1:3).

Roztwór po ochłodzeniu przeniesiono do kolby mierniczej o pojemności 100 ml, uzupełniono do kreski wodą i wymieszano.

2

Do analizy odmierzonego część roztworu zawierającą 5—25 mikrogramów talu i odparowano prawie do sucha. Dalszy tok postępowania opisano w przykładzie II.

Przykład II. 0,5 do 2,0 g rudy lub koncentratu umieszczono w zlewce 250 ml, rozpuszczono w wodzie królewskiej, odparowano prawie do sucha, dodano 5 ml kwasu solnego i odparowano ostrożnie na azbeście prawie do sucha.

Do ochłodzonej zlewki z wilgotnym osadem otrzymanym jak w przykładzie I lub II dodano kolejno 30 ml rozcieńczonego kwasu fosforowego (1:4), 1 ml 20%-owego roztworu chlorku żelazowego i 8 kropel perhydrolu. Po upływie 40 minut roztwór w zlewce gotowano przez 3 minuty, ostudzono i przelano do lejka rozdzielczego o pojemności 100 ml na którym kreską oznaczono objętość 40 ml.

Roztwór w rozdzielaczu uzupełniono wodą do kreski, dodano 25 ml toluenu, 1 ml 0,2%-owego roztworu fioleto krystalicznego i wytrząsano przez 1 minutę. Po rozdzieleniu się faz, warstwę toluenową przelano do zlewki pojemności 50 ml i po upływie 20 minut zmierzono ekstynkcję roztworu stosując filtr o maksimum przepuszczalności 580 milimikronów i ślepą próbę jako roztwór porównawczy.

Wynik odczytano z krzywej wzorcowej.

W celu wyznaczenia krzywej wzorcowej do pięciu zlewek o pojemności 250 ml odmierzone z biurety kolejno: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 ml wzorcowego roztworu zawierającego w 1 ml 0,005 mg talu w postaci azotanu.

Roztwory w zlewkach odparowano ostrożnie prawie do sucha, ochłodzono, dodano 30 ml rozcieńczonego roztworu kwasu fosforowego (1:4), 1 ml roztworu chlorku żelazowego, 8 kropel perhydrolu i dalej postępowano jak przy wykonaniu oznaczenia.

Sposób według wynalazku jest znacznie dokładniejszy i szybszy niż sposoby uprzednio stosowane. Nadaje się on do oznaczania talu w ołowiu, cynku

i kadmie oraz w materiałach cynkowo-ołowiowych wolnych od domieszek złota.

Zastrzeżenie patentowe

5 Sposób oznaczania talu w ołowiu, cynku i kadmie oraz w rudach i koncentratkach cynkowo-ołowiowych, **znamienny tym**, że badaną próbkę rozpuszcza się w kwasach, odparowuje prawie do sucha, dodaje roztworu kwasu fosforowego, nad-
10 tlenku wodoru, chlorku żelaza i fioletu krystalicznego, a otrzymany kompleks talowy ekstrahuje się z roztworu toluenem, zaś zawartość talu w ekstrakcie toluenowym oznacza się przez pomiar ekstynkcji.