



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 29.12.72 (P. 160016)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 15.10.73

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1976

MKP G01n 33/20

Int. Cl.² G01N 33/20

Twórca wynalazku: Maria Cyrankowska

Uprawniony z patentu: Centralne Laboratorium Akumulatorów i Ogniw,
Poznań (Polska)

**Sposób oznaczania stopnia utleniania materiału zawierającego
kadm**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania stopnia utleniania materiału zawierającego kadm, zwłaszcza masy czynnej kadmowej przeznaczonej dla elektrod akumulatora zasadowego.

Znany sposób oznaczania stopnia utleniania sproszkowanej gąbki kadmowej polega na elektrolitycznym wydzielaniu kadmu z roztworu cyjankowego na katodzie platynowej.

Sposób ten ma niedogodności, polegające na tym, że dla przeprowadzenia oznaczenia stosuje się środowisko wysoce toksyczne oraz używa się wyposażenia z metalu szlachetnego.

Celem wynalazku jest uniknięcie wymienionych niedogodności. Cel ten osiąga się przez opracowanie sposobu kontroli procesu technologicznego wytwarzania materiału zawierającego kadm, zwłaszcza stopnia utleniania masy czynnej kadmowej przeznaczonej dla elektrod do akumulatora zasadowego, polegającego na tym, że określoną próbkę sproszkowanego kadmu rozpuszcza się w określonym nadmiarze roztworu jonów żelazowych w stosunku do ilości kadmu metalicznego, aż do uzyskania redukcji jonów żelazowych do jonów żelazowych zachodzącej proporcjonalnie do ilości metalicznego kadmu w tej próbce.

Następnie nieprzereagowaną nadmierną ilość jonów żelazowych odmiareczkuje się manganometrycznie w roztworze kwasowym i z przeliczenia otrzymuje się zawartość kadmu metalicznego w sproszkowanym materiale zawierającej kadm.

2

Równocześnie inną próbkę sproszkowanego materiału zawierającego kadm wytrząsa się z buforem amonowym i roztworem jonów siarczynowych i/lub innych jonów działających redukująco. Dalej przesącza się i następnie określoną ilość przesącza miareczkuje się wersenianem w obecności fioletu pirokatechinowego. Z kolei z przeliczenia otrzymuje się zawartość kadmu utlenionego (do postaci w przybliżeniu $\text{Cd}(\text{OH})_2$) w danej próbce. W końcu z zawartości w próbkach kadmu metalicznego i kadmu utlenionego oznacza się stopień utlenienia sproszkowanego materiału zawierającego kadm.

Sposób według wynalazku pozwala na wyeliminowanie z praktyki przemysłowej dotychczas stosowanej metody elektrolitycznego wydzielania kadmu z roztworu cyjankowego na katodzie platynowej, a więc oszczędność metalu szlachetnego, oraz wyeliminowanie środowiska toksycznego.

Przykład. 1,000 g sproszkowanej gąbki kadmowej przenosi się do kolby miarowej pojemności 200 cm³. Próbkę splukuje do kolby 50 cm³ buforu amonowego zawierającego siarczyn sodowy. Zawieszinę wytrząsa się i następnie uzupełnia wodą amoniakalną (1:100) z dodatkiem siarczynu. Po wymieszaniu roztwór sączy się. Do zlewki o pojemności 250 cm³ odmierza się 10 cm³ przesącza, dodaje 5 cm³ buforu amonowego bez siarczynu oraz wody destylowanej do objętości około 100 cm³, dodaje fioletu pirokatechinowego i miarecz-

kuje 0,02 M roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy z niebieskiej w purpurową.

Zawartość procentową kadmu utlenionego oblicza się wg wzoru:

$$\% \text{Cd utlen.} = \frac{V_2 \cdot K \cdot 2}{g}$$

gdzie: V_2 — objętość roztworu 0,02 M wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania

K — miano 0,02 M wersenianu dwusodowego w mg Cd na 1 cm³ wersenianu

g — odważka w g.

0,100 g sproszkowanej próbki umieszcza się w kolbie o pojemności 500 cm³ i dodaje 50 cm³ roztworu alunu amonowo-żelazowego. Całość miesza się aż do rozpuszczenia próbki.

Następnie do roztworu dodaje się 200 cm³ kwasu siarkowego, rozcieńczonego 1:20 i miareczkuje roztworem nadmanganianu potasowego do różowego zabarwienia.

Zawartość kadmu metalicznego w procentach oblicza się wg wzoru:

$$\% \text{Cd metal.} = \frac{V_2 \cdot k \cdot 0,056205 \cdot 100}{g}$$

gdzie: V_2 — objętość roztworu nadmanganianu potasu, zużytego do miareczkowania w cm³,

k — miano roztworu nadmanganianu potasowego,

0,056205 — równoważnik chemiczny 1N roztworu nadmanganianu potasu wyrażony w g kadmu metalicznego,

g — odważka w g.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania stopnia utlenienia materiału zawierającego kadm, zwłaszcza masy czynnej kadmowej do akumulatora zasadowego, **znamienny tym**, że określoną próbkę sproszkowanego kadmu rozpuszcza się w określonym nadmiarze roztworu jonów żelazowych — w stosunku do ilości kadmu metalicznego, aż do uzyskania redukcji jonów żelazowych do jonów żelazawych zachodzącej proporcjonalnie do ilości metalicznego kadmu w tej próbce, po czym nieprzereagowaną nadmierną ilość jonów żelazowych odmiareczkuje się man-ganometrycznie w roztworze kwasowym i z przeliczenia otrzymuje się zawartość kadmu metalicznego w sproszkowanym materiale zawierającym kadm, równocześnie inną próbkę sproszkowanego materiału zawierającego kadm wytrząsa się z buforem amonowym i roztworem jonów siarczynowych i/lub innych jonów działających redukująco, dalej przesącza się i następnie określoną ilość przesącza miareczkuje się wersenianem w obecności fioletu pirokatechinowego i z przeliczenia otrzymuje się zawartość kadmu utlenionego w danej próbce, po czym z zawartości w próbkach kadmu metalicznego i kadmu utlenionego oznacza się stopień utlenienia sproszkowanego materiału zawierającego kadm.