

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62585

Patent dodatkowy
do patentu _____

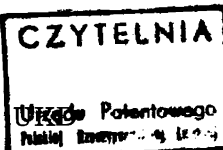
Zgłoszono: 21.I.1969 (P 131 302)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.VIII.1971

Kl. 42 1, 3/53

MKP G 01 n, 33/20



Twórca wynalazku: Edward Langer

Właściciel patentu: Fabryka Sprzętu Rolniczego „Pionier” Przedsiębior-
stwo Państwowe Wyodrębnione, Strzelce Opolskie
(Polska)

Sposób ilościowego oznaczania antymonu w stopach żelaza

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób ilościowe-
go oznaczania antymonu w stopach żelaza.

Istnieje szereg metod oznaczania antymonu w
stopach żelaza, jak metoda spektralna, fotometrycz-
na, destylacyjna i siarkowodorowa. Najbardziej
znana metoda siarkowodorowa polega na rozpusz-
czaniu badanego materiału w kwasie solnym z
dodatkiem bromu. W trakcie tego procesu anty-
mon wytrąca się za pomocą siarkowodoru. Osad
antymonu jest oddzielany przez odsączanie i
następnie antymon oznaczany jest miareczkowo
za pomocą bromianu potasowego.

Wszystkie znane metody są pracochłonne i wy-
magają kosztownych odczynników. W metodzie
siarkowodorowej podczas rozpuszczania stopów an-
tymonu ma skłonność do ulatniania się pod po-
stać antymonowodoru. Czas oznaczenia jest
długi i dochodzi od 6—8 godzin.

Celem wynalazku było opracowanie szybkiej i
taniej metody, pozbawionej wyżej wymienionych
wad. Cel wynalazku osiągnięto w ten sposób, że ba-
daną próbkę stopu żeliwnego traktuje się 6%-owym
kwasem siarkowym o temperaturze poniżej 15°C
w celu rozpuszczenia pozostałych składników że-
liwa, a osad antymonu rozpuszcza się w gorą-
cym 20%-owym roztworze siarczku sodu i oznacza
antymon znanym sposobem.

Przykład: Żeliwo antymonowe rozdrabnia
się i przesiewa przez sito o wymiarze oczek 0,20

2

mm. Próbkę żeliwa w ilości 2,000 g wkłada się
do kolby Erlenmeyera o pojemności 250 ml i za-
lewa 6%-owym kwasem siarkowym w ilości 75 ml
w temperaturze poniżej 15°C. Próbkę odstawia się
w chłodne miejsce. Po rozpuszczeniu pozostałych
składników żeliwa próbkę przesącza się przez są-
czek, przemywa się zimną wodą destylowaną, aż
do zaniku jonu żelazowego. Osad antymonu na
sączku rozpuszcza się dwoma porcjami (po 30 ml)
gorącego 20%-owego roztworu siarczku sodowego
i przemywa się kilka razy gorącą wodą destylo-
waną.

Do roztworu zawierającego antymon dodaje się
30 ml stężonego kwasu azotowego, 60 ml 65%-owego
kwasu siarkowego i odstawia się na płytę grzewczą
w celu odparowania kwasu azotowego. Po ukaza-
niu się białych dymów H_2SO_4 roztwór podgrzewa
się jeszcze 30 minut w celu odparowania resztek
kwasu azotowego, który osadził się w górnej części
kolby. Następnie roztwór oziębia się do tempera-
tury pokojowej, dolewa się 200 ml wody desty-
lowanej i miareczkuje 0,01n $KMnO_4$. 1 ml 0,01
 $KMnO_4$ odpowiada 0,0006088 g Sb. Przy miarecz-
kowaniu zużyto 19,0 ml 0,01 $KMnO_4$ co odpowiada

$$\frac{19,0 \times 0,0006088 \times 100}{2} = 0,58\% \text{ Sb}$$

Wyniki otrzymane metodą selektywnego roz-
puszczania pokrywają się z wynikami otrzymanymi

mi metodą siarkowodorową. Oznaczanie antymonu metodą selektywnego dzielenia przeprowadzono na próbce z żeliwa o wadze 2,000 g pięciokrotnie i uzyskano następujące wyniki: 0,60%, 0,57%, 0,56%, 0,59%, 0,58%.

Dla próbki tego samego żeliwa o wadze 2,000 g przeprowadzono pięciokrotnie wytrącanie antymonu metodą siarkowodorową uzyskując wyniki 0,64%, 0,57%, 0,56%, 0,53%, 0,60%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób ilościowego oznaczania antymonu w stopach żelaza, **znamienny tym**, że badaną próbkę traktuje się 6%-owym kwasem siarkowym w temperaturze poniżej 15°C w celu rozpuszczenia pozostałych składników stopu, a osad antymonu rozpuszcza się w gorącym 20%-owym roztworze Na_2S i oznacza antymon w znany sposób.