



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

239698

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 01 B 11/18
G 01 N 21/31
G 01 N 3/56

(22) Přihlášeno 08 05 84
(21) PV 3361-84

(40) Zveřejněno 13 06 85

(45) Vydáno 13 03 87

(75)

Autor vynálezu

KONRÁD VLADISLAV ing., PRAHA

(54) Způsob přípravy definovaných organických roztoků kovů

Řešení se týká způsobu přípravy definovaných organických roztoků kovů ze skupiny zahrnující kovy podskupiny I B, skupiny III a IV a první periody podskupiny VIII A periodické soustavy prvků, zejména pro kalibrační roztoky pro atomovou absorpční spektroskopii, při němž se příslušný kov převede na chloristan kovu působením kyseliny chloristé, načež se vytvořený chloristan kovu rozpustí v 3,3-dimethyl-2-butanonu,

Vynález se týká nového způsobu přípravy definovaných organických roztoků kovů, zejména pro kalibrační roztoky používané při atomové absorpční spektroskopii.

Organické roztoky kovů byly dosud převážně připravovány přímo z organických sloučenin kovů. Nevýhodou je nutnost složitého stanovení skutečného obsahu kovu.

V literatuře se uvádějí způsoby výroby organických sloučenin pro kalibraci přímo v roztoku z anorganických sloučenin působením přebytku organických kyselin. Tyto způsoby však vyžadují čisté organické kyseliny, poměrně složitou techniku přípravy, případně dodatečnou kalibraci vytvořených roztoků.

Pro kalibraci při atomové absorpční spektroskopii byly také použity stabilní suspenze práškových kovů v olejích. Příprava těchto stabilních suspenzí vyžaduje nejen speciální zařízení, ale také práškové kovy homogenního zrnění a přísadek stabilizátorů.

Cílem předloženého vynálezu je odstranit nebo alespoň snížit výše uvedené nevýhody a nedostatky.

Toho se dosahuje způsobem přípravy definovaných organických roztoků kovů ze skupiny zahrnující kovy podskupiny IB, skupiny III a IV a první periody podskupiny VIII A periodické soustavy prvků podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se příslušný kov převede na chloristan kovu působením kyseliny chloristé, načež se vytvořený chloristan kovu rozpustí v 3,3-dimethyl-2-butanonu.

Výhodně se příslušný kov rozpustí v kyselině chloristé, přičemž se může použít jejího vodného roztoku. Vytvořený roztok chloristanu se výhodně odpaří do bílých dýmů kyseliny chloristé. Rozpuštění v kyselině chloristé se může provádět v přítomnosti kyseliny dusičné. Výhodně se k roztoku kovu v 3,3-dimethyl-2-butanonu přidá 1 až 20% hmotnostních oleje.

Označení skupin periodické soustavy prvků je odvozeno z platného Názvosloví anorganické chemie, pravidla z roku 1979, vyd. Academia, Praha 1980.

Způsob podle tohoto vynálezu umožňuje přípravu primárních organických roztoků kovů zejména pro kalibrační účely při atomové absorpční spektroskopii a odstraňuje tak závislost na subjektivních údajích výrobců organokovů. Způsob je jednoduchý a lze ho aplikovat v každé laboratoři nebo provozu se základním vybavením.

Prokusně bylo prokázáno, že se dají připravit i roztoky kovů o koncentraci 5 000 ppm/ml roztoku. Pro provozní účely, např. při stanovení obsahu oděrových kovů v oleji, je výhodné připravit kalibrační roztoky analyzovaných kovů o koncentraci 1 000 ppm/ml roztoku. Při stanovení množství oděrových kovů v oleji je výhodné přidávat do kalibračních roztoků 10% základního oleje. Dále je výhodné, že je možné kdykoliv připravit čerstvé roztoky; kovy pro roztoky jsou dostupné a kalibrační roztoky je možné připravit např. přímo z materiálů, ze kterých jsou vyrobeny sledované díly motorů a strojů. Zaběhnutá praxe při analýze je stejná jako při použití organokovových standardů, rozpuštěných v oleji.

Není třeba dodatečné analýzy pro zaručení obsahu kovu, jedinou standardizací je přesná navážka. Připravené definované organické roztoky kovů jsou řádově levnější, než dovážené standardy.

Vynález je dále objasněn v konkrétních příkladech provedení, které ho však nijak neomezuje.

P ř í k l a d 1

Příprava kalibračního roztoku železa, v němž 1 ml roztoku obsahuje 1 000 ppm železa.

Do vysoké kádinky o obsahu 100 ml se naváží 0,1000 g spektrálně čistého železa. Navážka se rozpustí v 10 ml kyseliny chloristé zředěné vodou v poměru 1 : 1. Vzniklý roztok se odpaří pod krycím sklem do bílých dýmů kyseliny chloristé a ponechá se 10 minut dýmat.

Pak se kádinka s odparkem odstaví a nechá vychladnout na asbestové podložce. Odparek se rozpustí v 50 ml 3,3-dimethyl-2-butanonu, roztok se převede do 100 ml odměrné banky, doplní se 3,3-dimethyl-2-butanonem po značku a promíchá se.

P ř í k l a d 2

Příprava kalibračního roztoku železa, v němž 1 ml roztoku obsahuje 1 000 ppm železa.

Naváží se 0,1000 g spektrálně čistého železa do vysoké 100 ml kádinky. Navážka se rozpustí za zahřívání v 10 ml směsi sestávající ze 100 ml kyseliny chloristé o hustotě $1\,700\text{ kgm}^{-3}$, 100 ml kyseliny dusičné o hustotě $1\,400\text{ kgm}^{-3}$ a 800 ml destilované vody.

Vzniklý roztok se odpařuje pod krycím sklem do bílých dýmů kyseliny chloristé a ponechá se 10 minut dýmat. Pak se kádinka s odparkem odstaví a nechá vychladnout na asbestové podložce. Odparek se rozpustí v 50 ml 3,3-dimethyl-2-butanonu, roztok se převede do 100 ml odměrné banky a přidá se 10 ml základního oleje SAE 30, doplní se 3,3-dimethyl-2-butanonem a promíchá.

P ř í k l a d 3

Příprava kalibračního roztoku mědi, v němž 1 ml roztoku obsahuje 1 000 ppm mědi.

Naváží se 0,1000 g spektrálně čisté mědi a dále se postupuje jako v příkladu 2.

P ř í k l a d 4

Příprava kalibračního roztoku olova, v němž 1 ml roztoku obsahuje 1 000 ppm olova.

Naváží se 0,1000 g spektrálně čistého olova a dále se postupuje jako v příkladu 2.

P ř í k l a d 5

Příprava kalibračního roztoku hliníku, v němž 1 ml roztoku obsahuje 1 000 ppm hliníku.

Naváží se 0,1000 g spektrálně čistého hliníku do vysoké kádinky o obsahu 100 ml. Navážka se rozpustí za mírného zahřívání v minimálním objemu kyseliny chlorovodíkové zředěné vodou v poměru 1 : 1. Po rozpuštění se přidá směs kyselin uvedená v příkladu 2 a dále se postupuje jako v příkladu 2.

Podobnými postupy, jaké jsou popsány v předcházejících případech, je možné připravit definované organické roztoky i ostatních kovů skupin III a IV a podskupiny I B a první periody skupiny VIII A periodické soustavy prvků.

Z primárních definovaných organických roztoků kovů o obsah 1 000 ppm kovu v 1 ml roztoku je možné připravit kalibrační roztoky o nižších koncentracích kovů, které jsou vhodné pro stanovení oděrových kovů v použitých olejích, např. o koncentraci 100 ppm kovu v 1 ml roztoku. V takovém případě se např. do odměrné banky o obsahu 10 ml odbíratu 1 ml základního roztoku kovu o koncentraci 1 000 ppm kovu v 1 ml roztoku, přidá se 1 ml základního oleje SAE 30, doplní se 3,3-dimethyl-2-butanonem po značku a promíchá.

Připravené kalibrační roztoky je třeba uchovávat dobře uzavřené a v chladu.

Vynález je možno využít zejména v provozních a výzkumných pracovištích ve strojírenství při stanovení obsahu oděrových kovů u sledovaných dílů motorů a strojů i na jiných pracovištích, kde je nutné připravovat definované organické roztoky kovů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy definovaných organických roztoků kovů ze skupiny zahrnující kovy podskupiny I B, skupiny III a IV a první periody podskupiny VIII A periodické soustavy prvků, zejména pro kalibrační roztoky pro atomovou absorpční spektroskopii, vyznačený tím, že příslušný kov se převede na chloristan kovu působením kyseliny chloristé, načež se vytvořený chloristan kovu rozpustí v 3,3-dimethyl-2-butanonu.
2. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že se příslušný kov v kyselině chloristé rozpustí.
3. Způsob podle bodu 1 a/nebo 2, vyznačený tím, že se použije vodného roztoku kyseliny chloristé.
4. Způsob podle bodu 2 a/nebo 3, vyznačený tím, že vytvořený roztok chloristanu se odpaří do bílých dýmů kyseliny chloristé.
5. Způsob podle bodu 2 až 4, vyznačený tím, že se rozpouštění v kyselině chloristé provádí v přítomnosti kyseliny dusičné.
6. Způsob podle bodu 1 až 5, vyznačený tím, že se k roztoku kovu v 3,3-dimethyl-2-butanonu přidá 1 až 20 % hmotnostních oleje.