



Patent dodatko-
wy do patentu: _____

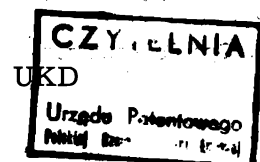
Zgłoszono: 04. X. 1963 (P 102 694)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 8. I. 1966

Kl. 421, 3/53

MKP G 01 n 33/20



Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Eugeniusz Rączka, Teresa Kurka

Właściciel patentu: Zakłady Cynkowe „Silesia” Przedsiębiorstwo Państwowe, Katowice-Wełnowiec (Polska)

Sposób oznaczania arsenu i antymonu w rudach oraz koncentratkach cynku i ołowiu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania arsenu i antymonu w rudach oraz koncentratkach cynku i ołowiu metodą polarograficzną.

Dotychczas do oznaczania arsenu stosowano metodę miareczkową polegającą na rozpuszczeniu próbki w kwasie azotowym, odparowaniu z kwasem siarkowym do sucha, rozpuszczeniu siarczanów w roztworze soli żelazowej, oddestylowaniu arsenu po dodaniu siarczanu hydrazyny i bromku potasu oraz miareczkowaniu rozcieńczonego destylatu roztworem bromianu potasowego wobec oranżu metylowego.

Do oznaczania antymonu dotychczas stosowano również metodę miareczkową, polegającą na rozpuszczeniu próbki w kwasie solnym z dodatkiem bromu, wytrąceniu siarczków siarkowodorem z roztworu zubożonego amoniakiem, rozpuszczeniu siarczków antymonu, arsenu i cyny roztworem siarczku sodowego, zakwaszeniu roztworu kwasem siarkowym a następnie solnym, odpędzeniu arsenu po dodaniu bromku potasowego oraz miareczkowaniu roztworu roztworem bromianu potasowego wobec oranżu metylowego.

Uzyskane tymi sposobami wyniki analiz nie zawsze były powtarzalne, zwłaszcza przy niskich zawartościach arsenu i antymonu, co było wynikiem dość skomplikowanego toku analizy, konieczności oddzielania składników o zbliżonych właściwościach chemicznych, przy czym sposoby te są pracochłonne a sposób oznaczania antymonu wymaga stoso-

2

wania toksycznych odczynników, jak siarkowodór i siarczki sodu.

5 Wszystkie wyżej wymienione wady usuwa sposób oznaczania arsenu i antymonu według wynalazku, według którego z roztworu otrzymanego przez rozpuszczenie próbki w wodzie królewskiej wytrąca się amoniakiem wodorotlenek arsenu i antymonu, oddziela na sączku, rozpuszcza w kwasie siarkowym, redukuje strumieniem dwutlenku siarki, dodaje roztworu chlorku potasu i błękitu metylenowego i rejestruje na polarografii fale odpowiadające redukcji antymonu w zakresie potencjałów od 0 do $-0,25$ V a arsenu od $-0,5$ V do $-0,8$ V.

15 Przy zawartości miedzi w badanej próbce powyżej $0,5\%$ konieczne jest dwukrotne wytrącanie wodorotlenków amoniakiem. Przykład. Dwa g próbki rozpuszcza się w wodzie królewskiej, przygotowuje tlenki azotu, rozcieńcza roztwór do objętości około 400 ml, ogrzewa do wrzenia i wytrąca wodorotlenki nadmiarem amoniaku celem rozpuszczenia wodorotlenku cynku. Roztwór z osadem odstawia się na 5 minut, po czym odsąca, a osad przemywa gorącym wodnym roztworem amoniaku o stężeniu 1:20. W przypadku zawartości miedzi powyżej $0,5\%$ w badanej próbce osad rozpuszcza się w kwasie i powtórnie wytrąca wodorotlenki amoniakiem. Osad rozpuszcza się w 40 ml kwasu siarkowego rozcieńczonego wodą w stosunku 1:10, sączek przemywa gorącą wodą i redukuje stru-

mieniem SO_2 roztwór w ciągu 20 minut. Następnie odparowuje do objętości około 60 ml, ochładza i przelewa do kolby miarowej o pojemności 100 ml. Dodaje 4 ml kwasu siarkowego stężonego, 4 g chlorku potasowego oraz 4 ml roztworu błękitu metylenowego, uzupełnia wodą do kreski i miesza. Część roztworu przelewa do naczynka polarograficznego, usuwa tlen przepuszczając w ciągu 10 minut strumień azotu i rejestruje falę antymonu w zakresie potencjałów od 0 do $-0,25$ V oraz arsenu od $-0,5$ V do $-0,8$ V.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oznaczania arsenu i antymonu w ru- 15

dach oraz koncentraty cynku i ołowiu **znamienny tym**, że po rozpuszczeniu próbki w wodzie królewskiej wytrąca się amoniakiem wodorotlenki metali, rozpuszcza w kwasie, redukuje roztwór gazowym SO_2 i polarografuje w obecności chlorku potasowego, kwasu siarkowego i błękitu metylenowego, przy czym falę polarograficzną antymonu rejestruje się w zakresie potencjałów od 0 do $-0,25$ V, a arsenu od $-0,5$ V do $-0,8$ V.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że przy zawartości miedzi w badanej próbce powyżej 0,5% przeprowadza się dwukrotne wytrącanie wodorotlenków amoniakiem.