

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

85532

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 12.05.73 (P. 162 493)

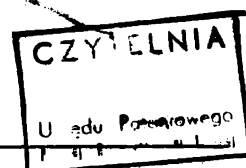
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.06.74

Opis patentowy opublikowano: 31.08.1978

MKP G01n 33/20

Int. Cl². G01N 33/20



Twórca wynalazku: Ryszard Tadeusz Sikorski

Uprawniony z patentu: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Sposób ilościowego wyznaczania metali, zwłaszcza w sykatywach

Przedmiotem wynalazku jest sposób ilościowego oznaczania metali, zwłaszcza w sykatywach, które są solami kwasów organicznych np. naftenowych i metali zmiennej wartościowości, a szczególnie manganu, ołowiu i kobaltu. Sykatywy stosowane są głównie w charakterze katalizatorów wysychania spoiw schnących autooksydacyjnie, jak olejowe. Prawidłowe działanie sykatyw zależy również od ściśle optymalnej wielkości jej dodatku do spoiwa. Pociąga to z kolei konieczność dokładnego analizowania próbek sykatyw w procesie produkcji.

Dotychczas znany sposób oznaczania metali w sykatywach sprowadza się do spopielenia próbki w tyglu i następnie oznaczenia poszczególnych metali jedną z ogólnie znanych, skomplikowanych metod, przy użyciu do tego celu kwasu szczawiowego jako środka strącającego.

Sposób ten obciążony jest poważną niedogodnością wynikającą głównie ze stosunkowo dużych strat sykatyw wraz z odparowującymi produktami gazowymi w czasie spalania próbki, w konsekwencji czego uzyskiwane rezultaty analiz są mało wierne, a wyroby schnące przy pomocy sykatyw bardzo często nie wykazują należytych własności z powodu nieprawidłowego wyschnięcia, wynikłego z niewłaściwego dodatku sykatywy.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu odznaczającego się dużą dokładnością analizy metali w sykatywach. Cel ten został osiągnięty przez zastosowanie wymiennicy jonowych do wydzielenia metali z sykatyw, a chromatografii jonowej do rozdzielenia metali między sobą. W etapie pierwszym na kolumnie jonitowej wypełnionej kationitem w formie wodorowej oddziela się ilościowo metale sykatyw od reszty spoiwa. Wydzielenie oznaczonych jonów w spoiwie realizuje się przez bezpośrednie działanie kationitu, którego silne grupy sulfonowe wymieniają jony analizowanych metali w czasie przepuszczania mieszanek przez kolumnę. W etapie drugim przy pomocy kwasu solnego jako środka kompulsującego rozdziela się poszczególne metale na kolumnie chromatograficznej, wypełnionej anionitem w formie chlorkowej. Rozdzielenie metali dokonuje się na zasadzie różnej rozpuszczalności kompleksów chlorkowych, takich metali jak jony ołowiu, kobaltu i manganu, w zależności od stężenia kwasu solnego. Rozdzielone ilościowo jony metali ołowiu, manganu i kobaltu oznacza się następnie jedną z ogólnie znanych metod.

Sposób ilościowego oznaczania metali według wynalazku odznacza się dużą dokładnością i stosunkowo dużą prostotą. Dodatkową zaletą tego sposobu jest to, że nadaje się do oznaczania wymienionego zestawu metali w innych układach np. w stopach i solach nieorganicznych.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładzie wykonania.

Przez kolumnę jonitową o średnicy 20 mm i wysokości 210 mm napełnioną silnie kwaśnym kationitem polistyrenowo-sulfonowym, uprzednio spęcznionego w wodzie i przeprowadzonego w formę wodorową, o zdolności wymiennej 4,5 mg/g, przepuszcza się z szybkością 5 ml/min badany roztwór mieszaniny sykatyw kobaltowej, manganowej i ołowiowej o dowolnym stężeniu zapewniającym lepkość roztworu, która umożliwia dobry przepływ przez kolumnę, najlepiej o stężeniu 10%. Następnie przez kolumnę przepuszcza się z tą samą szybkością 200 ml benzenu, po czym 200 ml 10% wodnego roztworu kwasu azotowego regeneruje się jony metali sykatyw. Otrzymany eluat przepuszcza się przez kolumnę jonitową o średnicy 20 mm i wysokości 210 mm napełnioną 40 g silnie zasadowego anionitu polistyrenowo-aminowego, uprzednio spęcznionego w wodzie i przeprowadzonego w formę chlorkową. Następnie przez kolumnę przepuszcza się 100 ml jednonormalnego kwasu solnego i odbiera wyciek, zawierający roztwór mieszaniny soli kobaltu i manganu. Wyciek ten odstawia się, a z kolumny eluuje się rozcieńczonym, np. do 0,001-0,01, kwasem solnym pozostałe w niej sole ołowiu. Otrzymany wyciek stanowi końcowy roztwór do ilościowego oznaczenia ołowiu jedną ze znanych metod. Na tak zeluowaną kolumnę poddaje się następnie uprzednio wydzielony roztwór mieszaniny soli manganu i kobaltu, a po odcieknięciu eluuje się ją sześciennormalnym kwasem solnym. Eluat ten oddziela się jako końcowy roztwór soli manganu do ilościowego oznaczenia manganu, zaś kolumnę eluuje się ponownie jednonormalnym kwasem solnym, w wyniku czego otrzymuje się końcowy roztwór do ilościowego oznaczania kobaltu jedną ze znanych metod.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób ilościowego oznaczania metali, zwłaszcza w sykatywach, z n a m i e n n y t y m, że przez kolumnę jonitową napełnioną silnie kwaśnym kationitem, uprzednio spęcznionego w wodzie i przeprowadzonego w formę wodorową, przepuszcza się roztwór mieszaniny sykatyw kobaltowej, manganowej i ołowiowej, przemywa kolumnę benzenem, następnie regeneruje się jony metali sykatyw wodnym roztworem kwasu azotowego, a otrzymany eluat przepuszcza się przez kolumnę jonitową napełnioną silnie zasadowym anionitem, uprzednio spęcznionego w wodzie i przeprowadzonego w formę chlorkową, następnie przez kolumnę przepuszcza się jednonormalny kwas solny i odbiera wyciek zawierający roztwór mieszaniny soli kobaltu i manganu, a z kolumny eluuje się rozcieńczonym kwasem solnym pozostałe sole ołowiu, po czym na tę samą kolumnę podaje się uprzednio wydzielony eluat soli manganu i kobaltu, a po odcieknięciu przez kolumnę przepuszcza się sześciennormalny kwas solny i odbiera roztwór soli manganu, oraz ponownie przez kolumnę przepuszcza się jednonormalny kwas solny i odbiera roztwór soli kobaltu.