

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Egz. SŁUŻBOWY

OPIS PATENTOWY

65890

Patent dodatkowy
do patentu _____

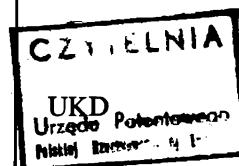
Zgłoszono: 18.VII.1969 (P 134 918)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.XI.1972

Kl. 42I,3/50

MKP G01n 33/18



Współtwórcy wynalazku: Krystyna Zdybiewska, Władysław Cieśla, Stanisław Wicher

Właściciel patentu: Kombinat Górniczo-Hutniczy „Orzeł Biały” Przedsiębiorstwo Państwowe, Brzeziny Śląskie (Polska)

Sposób równoczesnego oznaczania miedzi, ołowiu, kadmu i cynku w wodach i ściekach

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób równoczesnego oznaczania miedzi, ołowiu, kadmu i cynku w wodach i ściekach metodą polarograficzną. Metale te pochodzą z przerobu rud cynkowo-ołowiowych i występują w tychże wodach w postaci jonowej i w zawiesinie.

Znane jest oznaczanie tych pierwiastków sposobem kolorymetrycznym, który polega na utworzeniu barwnych kompleksów miedzi z dwuetylodwutiokarbaminianem sodu, ołowiu z ditazonem przy pH 9—10, kadmu z ditazonem z reekstrakcją kwasem winowym oraz cynku z ditazonem w obecności dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, a następnie na spektrofotometrycznym pomiarze zabarwienia.

Znane polarograficzne metody oznaczania powyższych metali oparte są na zateżnieniu tych pierwiastków przez odparowanie określonych objętości próbek wody lub ścieku, rozłożeniu suchej pozostałości w kwasach i oddzielnym oznaczeniu danego pierwiastka w różnych elektrolitach podstawowych i tak dla: miedzi w 2 m roztworze amoniaku w obecności siarczynu sodowego, ołowiu w 1 m roztworze chlorku potasowego i odtlenieniu azotem, kadmu i cynku w roztworze 3 m chlorku amoniowego i amoniaku przy odtlenieniu siarczynem sodowym.

Wyniki analiz uzyskane tymi sposobami były na ogół powtarzalne, jednak sposoby te były bardzo pracochłonne z uwagi na dużą ilość operacji analitycznych i wymagały stosowania szeregu drogich i toksycznych odczynników chemicznych, zwłaszcza dla metod kolorymetrycznych.

2

Sposób według wynalazku polega na tym, że zawarte w próbkach wód i ścieków metale oddziela się od reszty zanieczyszczeń przez adsorpcję na osadzie wytrącanym roztworem węglanu sodowego z chlorku wapniowego i chlorku żelazowego. Osad ten oddziela się przez dekantację, rozpuszcza w wodzie królewskiej, odparowuje do sucha, traktuje kwasem solnym stężonym i odparowuje do lekko wilgotnej pozostałości, po czym redukuje się miedź, żelazo i tlen kwasem L-askorbinyowym. Tak przygotowaną próbkę rozpuszcza się w elektrolicie podstawowym, składającym się z 20% chlorku wapniowego o pH 4. Z tak otrzymanego roztworu oznacza się polarograficznie kolejno miedź, ołów, kadm i cynk.

Zaletą sposobu według wynalazku jest skrócenie czasu oznaczania metali dzięki temu, że w miejsce zagęszczania roztworu zastosowano adsorpcję metali na osadzie oraz dzięki temu, że metale te oznacza się równocześnie z jednej próbki. Sposób według wynalazku nie wymaga stosowania toksycznych odczynników, co prowadzi do poprawy bezpieczeństwa pracy. Ponadto sposób ten charakteryzuje się małym zużyciem odczynników.

Przykład. Odmierza się ilość próbki wody lub ścieku odpowiadającą nie więcej niż 10 mg każdego z oznaczanych pierwiastków, dodaje 5 ml 20% roztworu chlorku wapniowego, 1 ml 1% roztworu chlorku żelazowego i ogrzewa prawie do wrzenia, po czym wytrąca osad adsorbenta 10 ml 20% roztworu węglanu sodowego silnie mieszając. Do osadu oddzielonego przez dekantację dodaje się wody królewskiej, odparowuje do su-

cha, następnie traktuje stężonym kwasem solnym, odparowuje do lekko wilgotnej pozostałości, po czym redukuje się żelazo, miedź i tlen 2% roztworem kwasu L-askorbinowego do odbarwienia. Tak przygotowaną próbkę rozpuszcza się w 25 ml elektrolitu podstawowego, w skład którego wchodzi 20% roztwór chlorku wapniowego z dodatkiem 8 ml 0,2 m kwasu octowego, 12 ml 0,2 m octanu sodowego i 0,1 g kleju stolarskiego na 1 litr.

Całość przenosi się do kolbki pomiarowej i uzupełnia elektrolitem do objętości 50 ml. Z tak otrzymanego roztworu po 15 minutach oznacza się polarograficznie z tej samej próbki kolejno: miedź w zakresie potencjałów od — 0,1 do — 0,4 V, ołów od — 0,3 do — 0,6 V, kadm od — 0,5 do — 0,8 V i cynk od — 1,0 do — 1,3 V względem NEK. W ten sam sposób przygotowuje się do polarografowania serię wzorców, z których każdy zawie-

ra wszystkie cztery oznaczane pierwiastki w dobranym zakresie stężeń.

Zastrzeżenie patentowe

- 5 Sposób równoczesnego oznaczania miedzi, ołowiu, kadmu i cynku w wodach i ściekach metodą polarograficzną, przy zastosowaniu kwasu L-askorbinowego do redukcji żelaza, miedzi i tlenu, **znamienny tym**, że miedź, ołów, kadm i cynk oddziela się od reszty zanieczyszczeń
- 10 przez adsorpcję na osadzie powstałym przez wytrącenie go roztworem węglanu sodowego z roztworu chlorku wapniowego i chlorku żelazowego, osad ten oddziela się przez dekantację, rozpuszcza w wodzie królewskiej, odparowuje do sucha, traktuje stężonym kwasem solnym
- 15 i odparowuje, po czym redukuje się kwasem L-askorbinowym, rozpuszcza w elektrolicie i oznacza metale polarograficznie.