

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

52317

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 05.III.1965 (P 107 777)

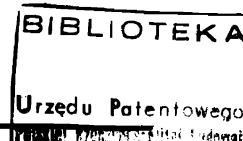
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 21.XI.1966

Kl. 42 I, 3/53

MKP G 01 n 33/20

UKD



Współtwórcy wynalazku: mgr Irena Sobczyk, mgr inż. Eugeniusz Rączka

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

Sposób analizy stopu kadmowo-cynkowego metodą polarograficzną

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania kadmu i cynku w stopach kadmowo-cynkowych.

Dotychczas do oznaczania cynku w stopach kadmowo-cynkowych stosuje się sposób polegający na oddzieleniu kadmu od cynku w postaci siarczku przy użyciu siarkowodoru i objętościowym oznaczaniu zawartości cynku przez miareczkowanie roztworu żelazocjanku potasowego. Zawartość kadmu oznacza się wagowo po dwu lub trzykrotnym oddzieleniu siarczku kadmu od cynku przy użyciu siarkowodoru.

Inny znany sposób oznaczania cynku i kadmu w stopach kadmowo-cynkowych polega na tym, że stop cynkowo-kadmowy rozpuszcza się w kwasie najkorzystniej w kwasie solnym lub azotowym, po czym po zalkalizowaniu roztworu ługiem oddziela się cynk od kadmu wykorzystując różnicę rozpuszczalności wodorotlenku cynku i kadmu. Ten sposób analizy stopów kadmowo-cynkowych przez oddzielenie wodorotlenku cynku od wodorotlenku kadmu nie zapewnia wymaganej dokładności oznaczania cynku i kadmu.

Sposób oznaczania cynku i kadmu w stopie kadmowo-cynkowym przez oddzielenie cynku i kadmu w postaci siarczków przy użyciu siarkowodoru — przy starannym postępowaniu spełnia wymogi dokładności, jednak tok analizy jest bardzo czasochłonny a konieczność kilkakrotnego użycia siarkowodoru o własnościach silnie trujących wymaga szczególnych środków ostrożności.

2

Dotychczas znany polarograficzny sposób oznaczania cynku w kadmie polega na rozpuszczeniu próbki w kwasie solnym i azotowym, odparowaniu roztworu z kwasem siarkowym, rozpuszczeniu pozostałości roztworem cytrynianu potasowego, doprowadzeniu pH do wartości od 4,0 do 4,5 i wstępnej elektrolizie na elektrodach glinowych w obecności dekstryny w celu wydzielenia kadmu. Roztwór po zakończonej elektrolizie ochładza się, dodaje amoniaku i chlorku amonu, po czym rejestruje się falą polarograficzną. Wadą zasadniczą powyższego sposobu jest znaczna czasochłonność toku analizy głównie z powodu zastosowania wstępnego oddzielenia kadmu metodą elektrolityczną. Poza tym sposób ten nie daje powtarzalnych wyników przy analizie stopów cynkowo-kadmowych o zawartości od 0,5 do 50% cynku.

Dotychczas znana inna metoda polarograficzna oznaczania stopów kadmowo-cynkowych polega na selektywnym roztwarzaniu stopu w obecności czystej rtęci, roztworu wodorotlenku sodowego oraz kalomelu w temperaturze bliskiej wrzenia przy jednoczesnym mieszaniu. Po pojawieniu się białego osadu wodorotlenku kadmu odsąca się go a do przesączu dodaje się chlorku amonowego i rozcieńcza wodą. Po usunięciu tlenu roztwór polarografuje się. Główną wadą powyższego sposobu jest selektywne rozpuszczanie stopu, które nie zapewnia ilościowego oddzielania cynku od kadmu i w związku z tym, nie gwarantuje otrzy-

mywania powtarzalnych wyników. Oprócz tego zastosowanie selektywnego rozpuszczania powoduje znaczne przedłużenie czasu trwania analizy.

Celem wynalazku jest usunięcie niedogodności stosowanych sposobów oznaczania cynku i kadmu w stopach kadmowo-cynkowych.

Zadanie wytyczone w celu usunięcia podanych niedogodności zostało rozwiązane zgodnie z wynalazkiem w ten sposób, że po rozpuszczeniu próbki stopu kadmowo-cynkowego w kwasie solnym dodaje się elektrolitu podstawowego, rozcieńcza wodą, zubożętnia się roztwór ługiem sodowym, dodaje 10%-owego roztworu wersenianu sodowego dwuzasadowego i 1%-owego roztworu kwasu askorbinowego, po czym roztwór uzupełnia się elektrolitem podstawowym, który składa się z chlorku sodowego, rodanku amonowego oraz nieznacznych ilości kleju stolarskiego i oranżu metylowego. W tak przygotowanym roztworze oznacza się zawartość kadmu polarograficznie w zakresie potencjałów od $-0,4$ do $-0,8$ V, a zawartość cynku w zakresie potencjałów od $-0,8$ do $-1,2$ V. W przypadku oznaczania kadmu i cynku w stopach kadmowo-cynkowych o stosunkowo wysokiej czystości (99,9% Zn + Cd) można postępowanie analizy ograniczyć do oznaczania zawartości tylko jednego składnika i wyliczenia zawartości drugiego składnika przez odjęcie od 99,9% Cd + Zn. W celu zapewnienia optymalnej dokładności oznacza się ten składnik, którego zawartość procentowa jest niższa.

Zaletą sposobu analizy stopu kadmowo-cynkowego według wynalazku jest wyeliminowanie z toku analizy oddzielania cynku i kadmu z roztworu, które było szczególnie kłopotliwe gdy do tego celu używano siarkowodoru. Dzięki zastosowaniu sposobu według wynalazku nastąpiło w głównej mierze skrócenie czasu trwania analizy stopu kadmowo-cynkowego oraz poprawa warunków bezpieczeństwa i higieny pracy w całym pomieszczeniu laboratoryjnym.

Przedmiot wynalazku jest dokładniej wyjaśniony na podstawie przykładu jego wykonania.

Przykład: 1 g próbki stopu kadmowo-cynkowego rozpuszcza się w 10 ml kwasu solnego (1,19), po czym roztwór przelewa się do kolby miarowej o pojemności 100 ml dodaje do niego 50 ml elektrolitu podstawowego, następnie uzupełnia się wodą do kreski i miesza. (W celu przyspieszenia rozpuszczenia stopu kadmowo-cynkowego można dodać jedną kroplę 1%-owego roztworu dowolnej soli niklu). Elektrolit podstawowy (roztwór) przygotowuje się w sposób następujący: 300 g chlorku

sodowego i 20 g rodanku amonowego rozpuszcza się w 800 ml wody, dodaje 0,1 g kleju stolarskiego a po rozpuszczeniu kleju dodaje się parę kropli roztworu oranżu metylowego po czym uzupełnia się roztwór wodą do objętości 1000 ml i miesza.

Do kolbki miarowej o pojemności 50 ml odmierza się 25 ml roztworu zawierającego rozpuszczoną próbkę stopu kadmowo-cynkowego, zubożętnia ługiem do zmiany zabarwienia, a następnie dodaje się 2 ml 10%-owego roztworu wersenianu sodowego dwuzasadowego oraz 2 ml 1%-owego roztworu kwasu askorbinowego, po czym roztwór uzupełnia się do kreski elektrolitem podstawowym i z kolei roztwór miesza się. Z części otrzymanego roztworu oznacza się polarograficznie kadmu w zakresie potencjałów od $-0,4$ do $-0,8$ V względnie cynk w zakresie potencjałów od $-0,8$ do $-1,2$ V w odniesieniu do elektrody rtęciowej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób analizy stopu kadmowo-cynkowego metodą polarograficzną, **znamienny tym**, że roztwór próbki w kwasie solnym miesza się z elektrolitem podstawowym, rozcieńcza wodą, po czym roztwór zubożętnia się ługiem a następnie dodaje się 10%-owego roztworu wersenianu sodowego dwuzasadowego oraz 1%-owego roztworu kwasu askorbinowego, po czym uzupełnia się roztwór elektrolitem podstawowym i miesza, przy czym z tak otrzymanego roztworu oznacza się polarograficznie kadmu i cynk lub jeden z tych składników.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako elektrolit podstawowy stosuje się roztwór wodny złożony z chlorku sodowego, rodanku amonowego, kleju stolarskiego i oranżu metylowego.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że oznaczanie metodą polarograficzną kadmu prowadzi się w zakresie potencjałów od $-0,4$ do $-0,8$ V a cynku w zakresie potencjałów od $-0,8$ do $-1,2$ V w odniesieniu do anody rtęciowej.
4. Sposób według zastrz. 1 — 3, **znamienny tym**, że dla zapewnienia optymalnej dokładności przy analizie stopów kadmowo-cynkowych o stosunkowo wysokiej czystości (99,9% Cd + Zn) oznacza się ten składnik stopu, którego zawartość jest niższa a drugi składnik wylicza się z różnicy.