



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 31.12.74 (P. 177085)

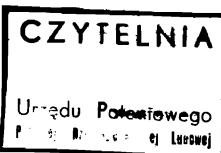
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 31.07.76

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1978

MKP GO1n 33/20

Int. Cl.²
GO1N 33/20



Twórcy wynalazku: Eugeniusz Jurczyk, Maria Machaj
Uprawniony z patentu: Zakłady Metalurgiczne „Trzebinia”, Trzebinia
Siersza (Polska)

Sposób polarograficznego oznaczania kadmu w stopach aluminiowych, szczególnie w stopach protektorowych

1

Wynalazek dotyczy sposobu polarograficznego oznaczania kadmu w stopach aluminiowych, szczególnie w stopach protektorowych służących do ochrony antykorozyjnej zbiorników statków morskich. Stopy protektorowe charakteryzują się tym, że są to układy wieloskładnikowe, a zawartość poszczególnych składników musi być zawarta w wąskim lub bardzo wąskim przedziale. Przykładowy skład takiego stopu jest następujący: Al osnowa, Zn 7,20% wagowych $\pm 0,1\%$, Cd 0,10% wagowych $\pm 0,01\%$.

Do tej pory znana jest metoda oznaczania kadmu w stopach aluminiowych obejmująca wytrącenie z roztworu trudnorozpuszczalnego siarczku kadmu przy pomocy siarkowodoru. Sposób ten wykazuje szereg wad i niedogodności a mianowicie: małą dokładność oznaczeń, znaczną pracochłonność i konieczność pracy z toksycznym związkiem jakim jest siarkowodor.

Znana jest również ogólna metoda postępowania analitycznego oparta o zasadę naukową polarografii, która wiąże wielkość prądu dyfuzyjnego ze stężeniem redukujących się jonów za pomocą równania Ilkovića. Zasada ta jest opisana w książce G.W. Ewinga „Metody instrumentalne w analizie chemicznej”, PWN, Warszawa 1967 r. str. 244 i następuje i przewiduje po rozpuszczeniu próbki, zlikwidowaniu maksimum adsorbcyjnego i zakłóceń tlenowych, zdejmowanie polarogramu przy określonym potencjale w rozcieńczonym roz-

2

tworem podstawowym roztworze kwaśnym. Analogiczne postępowanie przeprowadzone dla roztworu zawierającego znaczną ilość oznaczonego składnika pozwala obliczyć metodą „dodanego wzorca” stężenie oznaczanej substancji. W takiej sytuacji opracowano sposób polarograficznego oznaczania kadmu w stopach aluminiowych, szczególnie protektorowych, który wprowadził postęp w analizie ilościową stopów aluminium i którego całokształt cech istotnych jest następujący:

Próbkę badanego stopu rozpuszcza się w kwasie solnym, korzystnie 1:1, tak otrzymany roztwór uzupełnia się wodą do określonej objętości i z tego roztworu pobiera się dwie równe części. Do jednej części dodaje się wzorcowego roztworu kadmu w ilości odpowiadającej w przybliżeniu zawartości kadmu w odebranej części próbki. Obydwie próbki zubojeńcza się roztworem amoniaku i uzupełnia do jednakowej objętości wodą po dodaniu żelatyny i siarczynu sodowego i dalej oznacza się w nich polarograficznie stężenie kadmu w zakresie potencjałów od $-0,5$ V do $-0,8$ V w środowisku alkalicznym.

Korzyści techniczne sposobu według wynalazku, to wysoka dokładność oznaczania, powtarzalność wyników i znaczne skrócenie czasu oznaczania. Dla lepszego zobrazowania wynalazku, przedstawiono niżej przykład wykonania.

2 g próbki stopu aluminiowego protektorowanego zawierającego 0,10% wag. Cd rozpuszczono w 40

ml kwasu solnego 1:1 w zlewce o poj. 250 ml. Po ostudzeniu roztwór przeniesiono ilościowo do kolby pomiarowej o poj. 100 ml i uzupełniono wodą. Do dwóch kolb pomiarowych o poj. 100 ml każda, odebrano po 50 ml powyższego roztworu, do jednej z nich dodano 2 ml wzorcowego roztworu kadmu (1 ml wzorca zawiera 1 mg Cd).

Roztwory w obydwóch kolbach zobojętniono amoniakiem wobec papierka wskaźnikowego Kongo, dodając 5 ml nadmiaru. Po dodaniu 5 ml roztworu zawierającego w 1 litrze 100 g amoniaku, 100 g siarczynu sodowego, 100 g chlorku amonowego i 1 g żelatyny, uzupełnia się objętość obydwu kolb wodą. Część roztworów przeniesiono do naczyń polarograficznych i zdjęto polarogramy w zakresie potencjałów od $-0,5$ do $-0,8$ V. Wynik oznaczania obliczono według wzoru:

$$X_{Cd} = \frac{h_1 \cdot b}{(h - h_1)a} \cdot 100$$

gdzie:

X_{Cd}	— zawartość kadmu w próbce, %
h_1	— wysokość fali Cd w próbce, mm
h	— wysokość fali w próbce z dodatkiem wzorca Cd, mm
b	— ilość dodanego wzorca Cd, g
a	— naważka badanej próbki, g

Wynalazek ma zastosowanie przy oznaczaniu kadmu w stopach aluminiowych zawierających kadm w ilości do 5% wagowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób polarograficznego oznaczania kadmu w stopach aluminiowych, szczególnie w stopach protektorowych przewidujący rozpuszczenie próbki w kwasie solnym, zlikwidowanie maksimum adsorbcyjnego żelatyną, usunięcie zakłóceń tlenowych i polarografowanie, **znamienny tym**, że próbkę rozpuszcza się w kwasie solnym, korzystnie 1:1, otrzymany roztwór uzupełnia wodą do określonej objętości, po czym z tego roztworu pobiera się dwie jednakowe części, do jednej z nich dodaje określoną ilość wzorcowego roztworu kadmu, przy czym zawartość kadmu we wzorcowym roztworze powinna być zbliżona do zawartości kadmu w pobranej próbce, następnie po zobojętnieniu obydwu próbek roztworem amoniaku i uzupełnieniu ich do określonej objętości polarografuje się je, po uprzednim zlikwidowaniu maksimum adsorpcyjnego żelatyną i usunięciu zakłóceń tlenowych siarczynem sodowym, przy potencjale półfali od $-0,5$ V do $-0,8$ V, przy czym polarografowanie przeprowadza się w środowisku alkalicznym a stężenie oblicza się metodą dodanego wzorca.