(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENŢII ŞI MĂRCI
Bucureşti

ROMÂNIA

(11) **RO 128778 A2**
(51) **Int.Cl.**
G01N 27/26 (2006.01)

(12) # CERERE DE BREVET DE INVENŢIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 01221**

(22) Data de depozit: **24.11.2011**

(41) Data publicării cererii:
30.08.2013 BOPI nr. **8/2013**

(71) Solicitant:
• **CEPROCIM S.A.**, *BD. PRECIZIEI NR. 6, SECTOR 6, BUCUREŞTI, B, RO*

(72) Inventatori:
• **CIONOIU CARMEN**,
ALEEA PETRĂCHEŞTI NR. 24, BL. 1, ET. 1, AP. 108, SECTOR 6, BUCUREŞTI, B, RO;
• **TOADER MARGARETA**,
STR. GHIRLANDEI NR. 32, BL. 78, SC.3, AP. 43, SECTOR 6, BUCUREŞTI, B, RO;
• **MARIA ŞTEFANIA IOAN**,
STR. ARIEŞUL MARE NR. 3, BL. I 10, SC. C, ET. 4, AP. 45, SECTOR 6, BUCUREŞTI, B, RO

(54) # METODĂ RAPIDĂ DE DETERMINARE A SO_3 CU SCHIMBĂTOR DE IONI - PRIN CONTACT DIRECT

(57) **Rezumat:**

Invenţia se referă la o metodă de determinare a conţinutului de SO_3 dintr-o probă de ciment. Metoda conform invenţiei constă din dispersarea probei de ciment în apă fierbinte la care, sub agitare, se adaugă o răşină schimbătoare de cationi activată, după 3 min, suspensia se filtrează, filtrul se spală cu apă fierbinte, filtratul se tratează din nou cu aceeaşi răşină schimbătoare de cationi, spălând filtrul cu apă fierbinte, după care filtratele colectate se reunesc şi se titrează fierbinte cu NaOH 0,1 N, în prezenţă de roşu de metil, până la virarea culorii de la roz la galben, conţinutul de SO_3 fiind calculat în mod uzual.

Revendicări: 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecţia conferită potrivit dispoziţiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepţia cazurilor în care cererea de brevet de invenţie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecţiei conferite de cererea de brevet de invenţie este determinată de revendicările conţinute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).

RO 128778 A2

Metodă rapidă de determinare a SO_3 cu schimbători de ioni – prin contact direct

Principiu

Metoda se bazează pe procesele de schimb ionic şi anume pe reacţiile de dublu schimb ce au loc în sisteme eterogene solid - lichid (schimbător de ioni-soluţie de electrolit). Se foloseşte un schimbător de ioni de tip cationit HR puternic acid la care se înlocuieşte ionul de schimb (H^+) cu ioni (Ca^{2+}) din soluţia de $CaSO_4\ 2H_2O$.
Prin contactul direct între schimbătorul de ioni şi cimentul de analizat, schimbul ionic se realizează concomitent cu disocierea $CaSO_4 2H_2O$ în apă, prin agitare.

Aparatura

- Balanţă analitică cu precizia de 0,0001 g;
- Biureta gradată de 50 ml de clasa A;
- Biuretă de regenerare;
- Bec de gaz Teclu;
- Baghetă de sticlă;
- Fiola de cântărire;
- Pahare cilindrice de 150 ml, 250 ml, 600 ml;
- Pâlnie de filtrare cantitativă.

Reactivi şi materiale

- Apă distilată;
- Indicator roşu de metil 0,01 g în 100 ml C_2H_5OH (etanol) absolut;
- Hârtie de filtru de porozitate medie (bandă albă), ϕ=12,5 mm;
- Hârtie indicatoare de pH;
- Răşină schimbatoare de ioni cationit HR activată[1)] (vezi ANEXA 1) pentru lucru; răşina este regenerabilă[2)] (vezi ANEXA 1) şi reutilizabilă;
- Soluţie NaOH Titrisol 0,1 n Merck;
- Soluţie NaOH 2 %;
- Soluţie HCl 2n şi 4n.

SOCIETATEA COMERCIALĂ CEPROCIM S.A. 3 BUCUREŞTI ROMÂNIA

Mod de lucru

Se cântăreşte o probă de 0,5 g ciment pregătită conform SR EN 196-2 cap. 6 şi se introduce într-un pahar cilindric de 150 ml. Se adaugă cca 10 g răşină şi 100 ml apă fierbinte. Se agită conținutul paharului cu o baghetă de sticlă timp de 3 minute. Se filtrează cantitativ pe hârtie de filtru bandă albă şi se spală paharul şi filtru de 3 ori cu câte 50 ml apă fierbinte. In filtratul prins într-un pahar de 250 ml se adaugă cca 10 g răşină şi se agită conținutul paharului cu bagheta de sticlă timp de 3 minute.

Se filtrează din nou pe hârtie de filtru bandă albă şi filtratul se prinde într-un pahar de 600 ml. Se spală paharul şi filtru cu câte 50 ml apă fierbinte. Se adaugă în filtrat 3-4 picături de indicator roşu de metil şi se titrează fierbinte cu soluție NaOH 0,1 n până la virarea culorii din roz în galben.

Calcul

Conținutul în sulfat exprimat în SO_3 este calculat cu formula:

$$SO_3 = \frac{0.004xVxf}{m} x\ 100 \quad [\%]$$

unde:

0.004 - cantitatea de SO_3 corespunzatoare la 1 ml soluție NaOH 0,1 n;

V - volumul de soluție de NaOH 0,1 n utilizat la titrare (ml);

f - factorul soluției de NaOH 0,1 n (f=1 pentru Fixanal);

m - masa probei de ciment (g).

SOCIETATEA COMERCIALĂ CEPROCIM S.A. 3 BUCUREŞTI

Q-2011-01221--
24-11-2011

13

Repetabilitate si reproductibilitate

Condiția de repetabilitate este de maxim ± 0,07 %.

Condiția de reproductibilitate este de maxim ± 0,08%.

SOCIETATEA COMERCIALĂ CEPROCIM S.A. BUCUREȘTI

a-2011-0122--
24-11-2011

12

ANEXA 1

Nota 1) Activare răşină

Se spală 100 g răşină de câteva ori cu apă prin decantare pentru a se înlătură pulberile fine (praf, particule sparte, etc.); se menține în apă timp de 2-3 zile pentru umflare; se schimbă apa cu 300 ml soluție de acid clorhidric HCl 2n pentru dizolvarea impurităților şi se menține timp de 1 zi.

Se spală cu apă distilată prin decantare până la pH=6. Răşina în stare activată se păstrează acoperită de o peliculă de apă, pentru protejare.

Nota 2) Regenerare răşină

Cantitatea de răşină utilizată la cele două filtrări se regenerează separat pentru reutilizare. Imediat după filtrare, pentru a fi protejată, răşina este colectată cu ajutorul unui jet de apă într-un pahar de laborator de 400 ml, având grijă ca aceasta să fie în permanență acoperită cu apă.

a) Regenerare răşină de la prima filtrare

Răşina de la prima filtrare (cea care vine în contact direct cu cimentul) se regenerează astfel: se adaugă peste răşina din pahar o soluție caldă (≈40°C) de NaOH 2 %, se agită 1-2 min. cu o baghetă de sticlă şi se lasă până a doua zi în pahar. Se scurge soluția de deasupra răşinii, se spală de mai multe ori cu apă până când se ajunge la pH 6.

Răşina se transferă într-o biuretă de capacitate mare, (≈ 1000 ml), în care se adaugă soluție HCl 4 n şi se lasă să se scurgă în picatură în aşa fel încât tot timpul răşina să fie acoperită de lichid. Se spală cu apă şi apoi cu soluție HCl 2n. După ce se scurge şi aceasta se spală de mai multe ori cu apa rece, pâna la pH 6.

SOCIETATEA COMERCIALĂ CEPROCIM S.A. 3 BUCUREŞTI ROMÂNIA

b) Regenerare răşină de la a doua filtrare

Răşina de la a doua filtrare se adaugă direct în biureta de regenerare fără a mai fi necesară spălarea cu soluție NaOH 2 %, având grijă ca aceasta să fie în permanență protejată de o peliculă de apă.

Dupa terminarea spălării răşina din biuretă este transferată într-un pahar de laborator acoperit şi poate fi reutilizată.

Răşina regenerată se păstrează acoperită de o peliculă de apă.

SOCIETATEA COMERCIALĂ CEPROCIM S.A. 3 BUCUREŞTI ROMÂNIA

a-2011-01221--

O.S.I.M.
FILĂ REFORMULATĂ

13-03-2012

REVENDICARE

Metodă rapidă de determinare a SO_3 cu schimbători de ioni – prin contact direct este o **metodă caracterizată prin aceea că** se bazează pe procesele de schimb ionic şi anume pe reacţiile de dublu schimb ce au loc în sisteme eterogene solid - lichid (schimbător de ioni-soluţie de electrolit) folosindu-se un schimbător de ioni de tip cationit HR puternic acid la care se înlocuieşte ionul de schimb (H^+) cu ioni (Ca^{2+}) din soluţia de $CaSO_4\ 2H_2O$ .Prin contactul direct între schimbătorul de ioni şi cimentul de analizat, schimbul ionic se realizează concomitent cu disocierea $CaSO_42H_2O$ în apă, prin agitare.

De asemenea metoda este condiţionată de pregătirea răşinii pentru lucru şi pe recuperarea acesteia după folosirea ei.

Aplicarea acestei metode reduce timpul de lucru de la 16 ore la 20 de minute.

SOCIETATEA COMERCIALĂ CEPROCIM BUCUREŞTI ROMÂNIA

2012

depunere ulterioară
Nr. 1006530/13.03.2012