

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

65 333

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 19.VI.1969 (P 134 294)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 25.IV.1972

Kl. 421,3/01

MKP G01n 31/00

CZYTELNIA

UKD
Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej

Twórca wynalazku: Halina Święcka-Sobczuk

Właściciel patentu: Zakłady Ceramiki Radiowej, Warszawa (Polska)

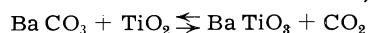
Sposób oznaczania węglanów i tlenków baru, strontu lub wapnia, nieprzereagowanych w procesach wytwarzania tytanianów i cynianów baru, strontu lub wapnia

1

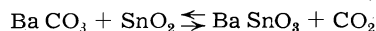
Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania węglanów i tlenków baru, strontu lub wapnia w tytanianie i cynianie baru, strontu lub wapnia.

Tytaniany i cyniany baru, strontu lub wapnia otrzymuje się przez spiekanie mieszaniny poszczególnych substratów w wysokich temperaturach (1000—1200)°C.

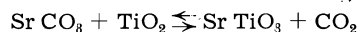
Syntezy przebiegają według schematu: tytanian baru



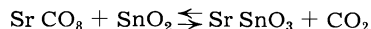
Składniki nieprzereagowane: Ba CO₃, BaO, TiO₂
cynian baru



Składniki nieprzereagowane: Ba CO₃, BaO, SnO₂
tytanian strontu

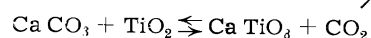


Składniki nieprzereagowane: Sr CO₃, SrO, TiO₂
cynian strontu

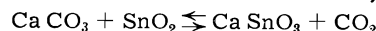


Składniki nieprzereagowane: Sr CO₃, SrO, SnO₂
tytanian wapnia

2



Składniki nieprzereagowane: Ca CO₃, CaO, TiO₂
cynian wapnia



Składniki nieprzereagowane: Ca CO₃, CaO, SnO₂.
Znane sposoby oznaczania nieprzereagowanych tlenków i węglanów baru, strontu lub wapnia w procesie wytwarzania tytanianów i cynianów baru, strontu lub wapnia oparte są na zasadzie rozpuszczalności tlenków baru, strontu lub wapnia w gorącej wodzie, a nierozpuszczalności tytanianów i cynianów baru, strontu lub wapnia. Dalsze oznaczenie przeprowadza się metodą wagową. Sposób ten znany jest z książki: Marceli Struszyński — Analiza ilościowa i techniczna tom II strona 218 wydanie 1954 r. Tym sposobem oznacza się całkowicie nieprzereagowany bar, stront lub wapń znajdujący się w postaci tlenku, natomiast bar, stront lub wapń znajdujący się w postaci węglanu oznacza się tylko częściowo, ponieważ jego rozpuszczalność w wodzie jest bardzo mała. W tytanianie i cynianie baru, strontu lub wapnia znajduje się minimalna ilość nieprzereagowanego strontu, baru lub wapnia w postaci tlenkowej, a większość jest w postaci węglanu. Węglan baru, strontu lub wapnia nie rozpuszcza się w wodzie i wobec powyż-

szego metoda ta nie nadaje się do bieżącej kontroli stopnia przereagowania.

Celem wynalazku jest usunięcie tych wad i opracowanie sposobu, który umożliwi szybkie i dokładne oznaczanie nieprzereagowanych składników.

Sposób według wynalazku polega na tym, że uzyskany sproszkowany tytanian i cynian baru, strontu lub wapnia ekstrahuje się w 0,005 — 0,05 molowym roztworze wersenianu dwusodowego. Bar, stront lub wapń znajdujący się w tytanianie i cynianie w postaci tlenku i węglanu, wiąże się z wersenianem dwusodowym i przechodzi do roztworu. Wersenian dwusodowy nie reaguje z tytanianem i cynianem baru, strontu lub wapnia.

W ten sposób zostaje oddzielony tytanian i cynian baru, strontu lub wapnia od węglanu i tlenku baru, strontu lub wapnia.

Po całkowitym wyekstrahowaniu nieprzereagowanych tlenków i węglanów mieszaninę sączy się lub odwirowuje. Roztwór poddaje się analizie ilościowej. W roztworze znajduje się skompleksowany bar, stront lub wapń z wersenianem dwusodowym oraz nadmiar nieprzereagowanego wersenianu dwusodowego.

Nadmiar nieprzereagowanego wersenianu dwusodowego odmiareczkowuje się znany sposóbem 0,005—0,05 molowym roztworem oznaczanego pierwiastka. Miareczkowanie przeprowadza się w środowisku zburowanym wobec wskaźników. Najdogodniejszym buforem jest 25% roztwór amoniaku, a wskaźnikiem 0,2% roztwór wodny wskaźnika mieszanego (metaloftaleina plus zieleń naftolowa w stosunku wagowym 9:1).

Prosty sposób oraz krótki czas oddzielania nieprzereagowanych tlenków i węglanów określa z dokładnością 5% (przy zawartości 0,5% nieprzereagowanych związków) ilości nieprzereagowanych tlenków i węglanów w procesach przemysłowych.

Przykład I. Mieszaninę stechiometryczną węglanu baru i dwutlenku tytanu wypala się w temperaturze 1000—1200°C w czasie 7 godzin. Po rozdrobnieniu pobiera się próbkę w ilości 2—5 g i dodaje 100 mililitrów 0,005—0,05 molowego wersenianu dwusodowego i ekstrahuje w przeciągu jednej godziny. Po tym czasie, zawartość odsącza się w celu oddzielenia roztworu. Następnie pobiera się 50 mililitrów badanego roztworu, dodaje 5 mililitrów 25% roztworu amoniaku i 3 krople wskaźnika mieszanego. Miareczkuje się 0,005—0,05 molowym roztworem chlorku baru do zmiany barwy wskaźnika z bladej różowej na fioletową. Wynik oblicza się zgodnie z równaniami chemicznymi.

Przykład II. Mieszaninę stechiometryczną wę-

glanu baru i dwutlenku cyny wypala się w temperaturze 1100—1350°C w czasie 10 godzin.

Dalej postępuje się w sposób identyczny jak w przykładzie I.

Przykład III. Mieszaninę stechiometryczną węglanu strontu i dwutlenku tytanu wypala się w temperaturze 1100—1200°C w czasie 10 godzin. Po rozdrobnieniu pobiera się próbkę w ilości 2—5 g i dodaje się 100 mililitrów 0,005—0,05 molowego wersenianu dwusodowego i ekstrahuje w czasie trzech godzin. Po tym czasie zawartość odsącza się w celu oddzielenia roztworu. Następnie pobiera się 50 mililitrów badanego roztworu, dodaje 5 mililitrów 25% roztworu amoniaku, 3 krople wskaźnika mieszanego. Miareczkuje się 0,005 — 0,05 molowym chlorkiem strontu. Wynik oblicza się zgodnie z równaniami chemicznymi.

Przykład IV. Mieszaninę stechiometryczną węglanu strontu i dwutlenku cyny wypala się w temperaturze 1200—1300°C.

Dalej postępuje się w sposób identyczny jak w przykładzie III.

Przykład V. Mieszaninę stechiometryczną węglanu wapnia i dwutlenku tytanu wypala się w temperaturze 1000—1100°C w czasie 6 godzin. Po rozdrobnieniu pobiera się próbkę w ilości 2—5 g i dodaje 100 mililitrów 0,005—0,05 molowego wersenianu dwusodowego i ekstrahuje w czasie jednej godziny. Dalej postępuje się w sposób identyczny jak w przykładzie I z tym, że nadmiar nieprzereagowanego wersenianu dwusodowego odmiareczkowuje się 0,005—0,05 molowym chlorkiem wapnia.

Przykład VI. Mieszaninę stechiometryczną węglanu wapnia i dwutlenku cyny wypala się w temperaturze 1100—1200°C w czasie 8 godzin.

Dalej postępuje się w sposób identyczny jak w przykładzie V-tym.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania węglanów i tlenków baru, strontu lub wapnia, nieprzereagowanych w procesach wytwarzania tytanianów i cynianów baru, strontu lub wapnia polegających na reakcji między węglanem baru, strontu lub wapnia z dwutlenkiem tytanu lub z dwutlenkiem cyny, **znamienny tym**, że uzyskany sproszkowany tytanian i cynian baru, strontu lub wapnia ekstrahuje się w 0,005—0,05 molowym roztworze wersenianu dwusodowego w celu związania węglanów i tlenków baru, strontu lub wapnia, zaś nadmiar nieprzereagowanego wersenianu dwusodowego odmiareczkowuje się w znany sposób.