



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2011 01222

(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, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:  
• POP ALICE MĂDĂLINA,  
STR. EROU IONESCU GHEORGHE NR. 9,  
BL. 139, SC. 1, AP. 10, SECTOR 4,  
BUCUREȘTI, B, RO;

• TOADER MARGARETA,  
STR. GHIRLANDEI NR. 32, BL. 78, SC.3,  
AP. 43, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;  
• CIONOIU CARMEN, ALEEA  
PETRĂCHEȘTI NR. 24, BL. 1, ET. 1,  
AP. 108, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(54) METODĂ DE DOZARE FOTOCOLORIMETRICĂ A  
CROMULUI TRIVALENT

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de dozare a cromului trivalent. Metoda conform invenției constă din dezagregarea probei de analizat cu un amestec de fondant oxidant, urmată de macerarea topiturii în apă,

separarea cationilor și dozarea cromului în soluție acidă, prin fotometrare la lungime de undă de 540 nm.

Revendicări: 1



2011 01222

24-11-2011

## Metodă de dozare fotocolorimetrică a cromului trivalent

### Principiul metodei

Metoda presupune dezagregarea probei de analizat cu amestec de fondant oxidant, urmată de macerarea topiturii în apă, separarea cationilor și dozarea cromului în soluție acidă, prin fotometrare la lungimea de undă de 540 nm.

### Reactivi

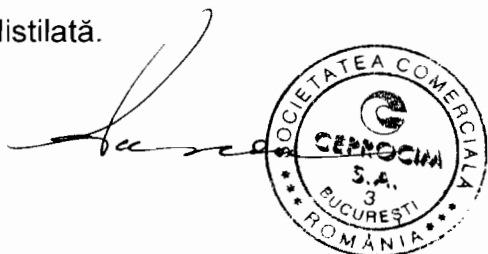
Se utilizează numai reactivi de puritate analitică și apă distilată.

- Carbonat de sodiu anhidru și soluție 1 %;
- Peroxid de sodiu;
- Etanol;
- Acid sulfuric, soluție (1+1);
- Soluție etalon de baza: Se dizolvă 0.2829 g  $K_2Cr_2O_7$  în apă distilată. Soluția obținută se trece într-un balon cotat de 1000 ml, se aduce la semn și se omogenizează. Soluția conține 1 mg  $Cr^{6+}$ /ml.
- Soluție etalon de lucru: Se pipetează 5 ml din soluția etalon de bază, se trece într-un balon cotat de 1000 ml, se aduce la semn cu apă distilată și se omogenizează. Soluția conține 5  $\mu g$   $Cr^{6+}$ /ml.
- Soluție de indicator: Se dizolvă 1 g 1,5 difenilcarbazidă  $(C_6H_5NHNH)_2CO$ , în 100 ml acetonă și se acidulează cu o picătură de acid acetic glacial. Soluția se păstrează în sticlă brună, la rece, cel mult 2 săptămâni dacă nu se decolorează.

### Trasarea curbei de etalonare

Din soluția etalon de lucru se pipetează 0.5 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml și 5,0 ml. Aceste volume se transvazează în pahare de laborator de 100 ml. Se diluează la ~ 40 ml, cu apă distilată. Se adaugă 2 ml soluție de  $H_2SO_4$ . Se verifică pH-ul. Dacă valoarea acestuia nu este 1-2, se mai adaugă soluție de  $H_2SO_4$ .

În baloane cotate de 100 ml se pun câte 2 ml soluție de indicator și apoi, în fiecare, se adaugă câte una din soluțiile obținute anterior din etalonul de lucru. Se aduc baloanele cu apă la semn. Se lasă soluțiile să stea 15 minute, după care se fotometrează la lungimea de undă de 540 nm. Conținutul de crom în aceste baloane este de 2,5  $\mu g$ ; 5  $\mu g$ ; 10  $\mu g$ ; 15  $\mu g$ ; 20  $\mu g$  și respectiv 25  $\mu g$ . Proba oarbă este apa distilată.



### Mod de lucru

La 0.3 g probă de analizat se adaugă 0.2 g  $\text{Na}_2\text{O}_2$  și 5 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Se dezagregă, pe bec de gaz Mecker, la început la flacără mică și apoi la foc normal timp de 90 de minute.

În pahar de 250 ml se pun 50 ml apă fierbinte și apoi se pune creuzetul cu dezagregarea. Se lasă la cald pe baie până la macerarea topiturii. Se spală creuzetul și se scoate din pahar. În soluție se adaugă ~2 ml etanol. Se pune creuzetul pe baie și se ține la cald până nu mai miroase a alcool. Se filtrează proba prin hârtie de filtru de porozitate medie, în pahar cilindric de 400 ml. Se spală cu 50 ml soluție fierbinte de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1 %, în porțiuni mici.

Se pune paharul cu filtrat pe baie și se concentrează până la ~60 ml. Se ia paharul de pe baie, se lasă să se răcească la temperatura camerei și apoi se adaugă, picătură cu picătură,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1 până la pH 1+2. Se lasă să stea ~1 h, agitând din timp în timp pentru eliminarea dioxidului de carbon.

În balon cotat de 100 ml se pun 2 ml soluție de difenilcarbazidă și apoi se adaugă soluția obținută anterior. Se spală paharul și se adună apele de spălare în balon. Se aduce balonul la semn cu apă distilată și se omogenizează. Se fotometrează la lungimea de undă de 540 nm.

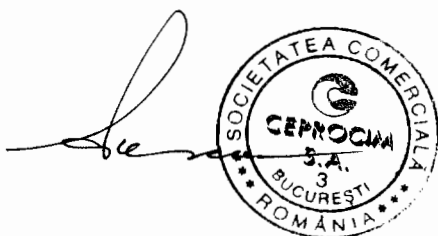
Schema de aplicare a metodei este prezentată în anexă.

### Calcul

Se calculează conținutul de Cr total, exprimat în mg/kg, astfel: Se determină conținutul de crom din ecuația curbei de etalonare (c), după care se calculează conținutul de crom total din materialul analizat cu formula:

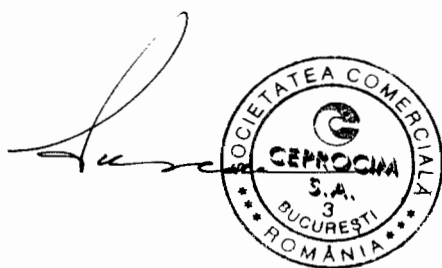
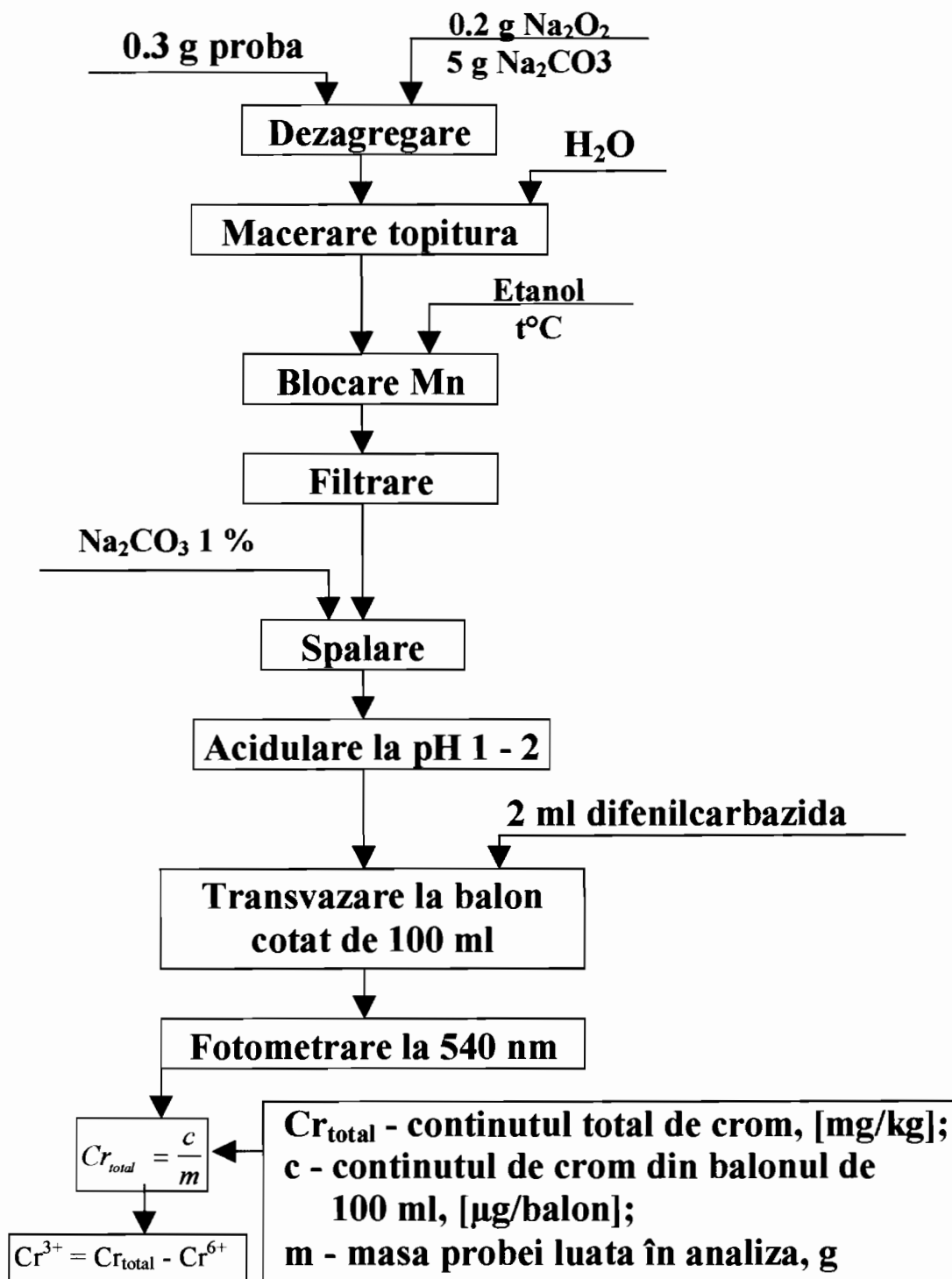
$$Cr_{total} = \frac{c}{m}; \quad \text{în care } m \text{ este masa de probă luată în lucru.} \quad (1)$$

Conținutul de  $\text{Cr}^{3+}$  se determină prin diferența între conținutul de  $\text{Cr}_{total}$  și conținutul de  $\text{Cr}^{6+}$ .



## ANEXA

### Schema metodei de determinare a $\text{Cr}^{3+}$



a-2011-01222--

REVENDICARE



0 5 -02- 2012

**Metoda de dozare fotocolorimetrică a cromului trivalent este o metodă caracterizată prin aceea că dezagregarea probei de analizat se efectuează cu amestec de fondant oxidant, urmată de macerarea topitului în apă, separarea cationilor și dozarea cromului în soluție acidă, prin fotometrare la lungimea de undă de 540 nm.**



- Nr. 1003435 / 05.02. 2012  
- depunere nitrocolorimetrică