



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(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:
• CEPROCI S.A., BD. PRECIZIEI NR. 6,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• CIONOIU CARMEN,
ALEEA PETRĂCHEȘTI NR. 24, BL. 1, ET. 1,
AP. 108, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;

• TOADER MARGARETA,
STR. GHIRLANDEI NR. 32, BL. 78, SC.3,
AP. 43, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• MARIA ȘTEFANIA IOAN,
STR. ARIEȘUL MARE NR. 3, BL. I 10,
SC. C. ET. 4, AP. 45, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) METODĂ RAPIDĂ DE DETERMINARE A SO₃ CU
SCHIMBĂTOR DE IONI - PRIN CONTACT DIRECT

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de determinare a conținutului de SO₃ dintr-o probă de ciment. Metoda conform invenției constă din dispersarea probei de ciment în apă fierbinte la care, sub agitare, se adaugă o rășină schimbătoare de cationi activată, după 3 min, suspensia se filtrează, filtrul se spală cu apă fierbinte, filtratul se tratează din nou cu aceeași rășină schim-

bătoare de cationi, spălând filtrul cu apă fierbinte, după care filtratele colectate se reunesc și se titrează fierbinte cu NaOH 0,1 N, în prezență de roșu de metil, până la virarea culorii de la roz la galben, conținutul de SO₃ fiind calculat în mod uzual.

Revendicări: 1



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

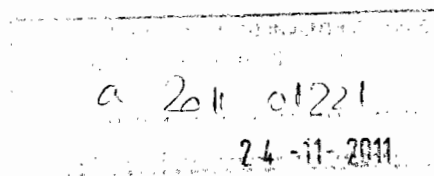
Principiu

Metoda se bazează pe procesele de schimb ionic și anume pe reacțiile de dublu schimb ce au loc în sisteme eterogene solid - lichid (schimbător de ioni-soluție de electrolit). Se folosește un schimbător de ioni de tip cationit HR puternic acid la care se înlocuiește ionul de schimb (H^+) cu ioni (Ca^{2+}) din soluția de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Prin contactul direct între schimbătorul de ioni și cimentul de analizat, schimbul ionic se realizează concomitent cu disocierea $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ în apă, prin agitare.

Aparatura

- Balanță 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 și materiale

- Apă distilată;
- Indicator roșu de metil 0,01 g în 100 ml $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (etanol) absolut;
- Hârtie de filtru de porozitate medie (bandă albă), $\phi=12,5$ mm;
- Hârtie indicatoare de pH;
- Rășină schimbatoare de ioni cationit HR activată¹⁾ (vezi ANEXA 1) pentru lucru; rășina este regenerabilă²⁾ (vezi ANEXA 1) și reutilizabilă;
- Soluție NaOH Titrisol 0,1 n Merck;
- Soluție NaOH 2 %;
- Soluție HCl 2n și 4n.

Mod de lucru

Se cântărește o probă de 0,5 g ciment pregătită conform SR EN 196-2 cap. 6 și se introduce într-un pahar cilindric de 150 ml. Se adaugă cca 10 g rășină și 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 și se spală paharul și filtru de 3 ori cu câte 50 ml apă fierbinte. În filtratul prins într-un pahar de 250 ml se adaugă cca 10 g rășină și se agită conținutul paharului cu bagheta de sticlă timp de 3 minute.

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

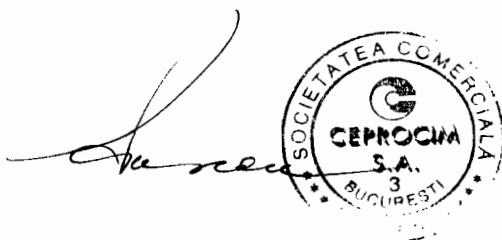
Calcul

Conținutul în sulfat exprimat în SO_3 este calculat cu formula:

$$\text{SO}_3 = \frac{0.004 \times V \times f}{m} \times 100 \quad [\%]$$

unde:



- 0.004 - cantitatea de SO_3 corespunzătoare 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).



Repetabilitate si reproductibilitate

Condiția de repetabilitate este de maxim $\pm 0,07 \%$.

Condiția de reproductibilitate este de maxim $\pm 0,08\%$.

ANEXA 1

Nota 1) Activare rășină

Se spală 100 g rășină de câteva ori cu apă prin decantare pentru a se înlătura 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 și se menține timp de 1 zi.

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

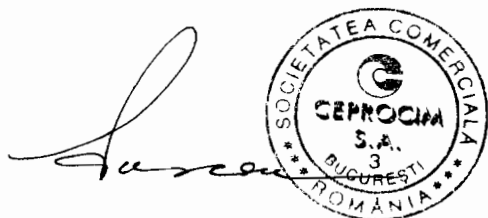
Nota 2) Regenerare rășină

Cantitatea de rășină utilizată la cele două filtrări se regenerează separat pentru reutilizare. Imediat după filtrare, pentru a fi protejată, rășina 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 rășină de la prima filtrare

Rășina de la prima filtrare (cea care vine în contact direct cu cimentul) se regenerează astfel: se adaugă peste rășina din pahar o soluție caldă ($\approx 40^{\circ}\text{C}$) de NaOH 2 %, se agită 1-2 min. cu o baghetă de sticlă și se lasă până a doua zi în pahar. Se scurge soluția de deasupra rășinii, se spală de mai multe ori cu apă până când se ajunge la pH 6.

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




b) Regenerare rășină de la a doua filtrare

Rășina 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 rășina din biuretă este transferată într-un pahar de laborator acoperit și poate fi reutilizată.

Rășina regenerată se păstrează acoperită de o peliculă de apă.



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 și anume pe reacțiile de dublu schimb ce au loc în sisteme eterogene solid - lichid (schimbător de ioni-soluție de electrolit) folosindu-se un schimbător de ioni de tip cationit HR puternic acid la care se înlocuiește ionul de schimb (H^+) cu ioni (Ca^{2+}) din soluția de $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Prin contactul direct între schimbătorul de ioni și cimentul de analizat, schimbul ionic se realizează concomitent cu disocierea $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ în apă, prin agitare.

De asemenea metoda este condiționată de pregătirea rășinii pentru lucru și pe recuperarea acesteia după folosirea ei.

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



deputat ultramarin

Nr: 1006535/13 03 2012