

292 805



PATENTE DE INTRODUCCION

Fl. H 538

292805

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de preparación de soluciones estabilizadas de indicadores específicos de metales, para determinaciones complexométricas".

Solicitante: Gebrüder Heyl K.G. Gesellschaft für Analysetechnik, entidad alemana, residente en Orleansstr. 75, Hildesheim, Alemania.

Para la determinación cuantitativa del calcio y del magnesio, la complexometria ha encontrado un empleo general, durante los últimos años, tanto - en el laboratorio como en las operaciones industria-

5. les.

292805



Para determinaciones exactas en el laboratorio, la utilización de agentes líquidos de titulación o valoración es indispensable. Los métodos basados en el empleo de estos agentes, adolecen, principalmente,

5. de los dos inconvenientes siguientes:

1 - El indicador tiene una capacidad limitada de conservación;

2 - El pH corriente es difícil de regular.

Por lo que refiere al primer punto, conviene

10. señalar que hasta ahora no ha sido posible hacer conservables en forma líquida, los indicadores del tipo del Negro Ericchrome T (a continuación denominado, abreviadamente Eric T). En realidad, cada vez había que añadir a la muestra de agua a examinar, indicador machacado, por ejemplo preparado en forma de polvo con cloruro de sodio o cloruro amónico, o en forma de comprimido, o bien había de prepararse para cada operación una solución reciente de colorante. La literatura técnica, describe efectivamente soluciones de Eric T en el alcohol, en presencia de trietanolamina, que tendrían una capacidad de conservación ligeramente más elevada. Sin embargo, esta capacidad de conservación de las soluciones citadas, se halla todavía limitada, y no han podido utilizarse, por ejemplo, como productos comerciales.

Por lo que se refiere al segundo inconveniente antes mencionado, la regulación del pH correcto se realizaba en general por adición a la muestra de agua a examinar, de una pequeña cantidad de una solución acuosa de amoníaco, así como de una cantidad

292805



- determinada de cloruro amónico, para lograr una pH - constante de, aproximadamente, 10. Dado que en el - transcurso de la titulación o valoración se produce una liberación de iones de hidrógeno, resulta frecuen
5. temente difícil conservar constante el pH; cuando el agua examinada es muy dura, hay que proceder, bien a una adición suplementaria de amoniaco, o bien a una dilución previa de la muestra de agua, con agua desti
10. lada. Además, existe el peligro de introducción de im purezas con el amoniaco.

Este invento se refiere a un procedimiento de trabajo que permite racionalizar y simplificar los exámenes de aguas, así como las determinaciones de - calcio, magnesio, zinc, etc. en el laboratorio.

15. Los solicitantes han realizado el descubrimiento sorprendente de que los poliglicoles, por ejem
20. plo la glicerina, o los glicoles polietilénicos, o - las mezclas de estas sustancias podían estabilizar los colorantes del tipo del Bric T de tal modo que és
25. tos permanecían conservables durante periodos prolongados, incluso en soluciones hidrófilas y/o acuosas. Los poliglicoles pueden tener pesos moleculares cuales
30. quiera; se prefieren los de pesos moleculares que lle quen hasta 1.000.
- Pueden también añadirse a la solución del - indicador coloreado, estabilizada de acuerdo con este invento, aminoalcoholes, por ejemplo el tris-(hidroxi
- metil)-amino-metano, a continuación llamado abreviada
- mente tris, la diisopropanolamina y otros aminoalcoho
- les o una mezcla de varios de ellos, en cantidad tal

292805



que la muestra de agua a examinar alcance simultáneamente por adición de la solución de indicador estabilizada, el valor óptimo de pH, de 9-10 lo cual permite evitar el empleo de un amortiguador de amoniaco-cloruro amónico.

5.

Es además recomendable el añadir también a la solución de indicador, una sal compleja de magnesio o de zinc, del ácido etileno diamino tetracético, para asegurarse de la existencia de un virado de color

10. efectivo, en el punto final de la titulación o valoración. Con el mismo objeto, puede también añadirse un colorante amarillo indiferente, soluble en agua, por ejemplo la heliantina, a fin de modificar el virado de color del Eric T; éste que se realiza normalmente del violeta al azul, es en tal caso, del rojo al verde.

15. Para evitar una caída de pH en el transcurso de la titulación, se recomienda también de acuerdo con este invento, la adición a la solución de titulación conjuntamente al agente de quelación, de aminas, por ejemplo tris, en cantidad tal que los iones H liberados durante la titulación, queden absorbidos. El empleo del agente de titulación a que este invento se refiere, permite determinar cuantitativamente, el calcio y/o el magnesio y/o zinc, etc con la misma facilidad que se realiza, por ejemplo, una titulación o valoración alcalimétrica.

20. Se añaden algunas gotas de la solución de indicador coloreado, estabilizada, a una muestra de agua exactamente medida. El agua adquiere en tal caso un color violeta, o bien, cuando se emplea una solución del

25.

30.

222805



indicador que contiene un colorante amarillo indiferente adicional, un color rojo.

Se añade inmediatamente, del modo corriente, mediante una bureta, la solución a regular de pH alcalino correspondiente, y agente de quelación, por ejemplo ácido etileno diamina tetraacético, hasta el virado en azul o verde; el consumo de solución de titulación, permite calcular el contenido de metal de la muestra.

5. La determinación de la dureza residual, en las aguas prácticamente ablandadas o corregidas por completo, es todavía más sencilla: se añaden algunas gotas de una solución de indicador preparada de acuerdo con uno de los ejemplos siguientes, a una cantidad de agua exactamente medida, y se observa el color. Cuando el color es azul o verde, la dureza es igual a 0°. Para las durezas superiores a 0,06° francés, la muestra se colorea en violeta o rojo. Cuando las tonalidades coloreadas observadas están situadas entre estos dos colores, un observador práctico puede determinar visulmente la dureza comprendida entre 0 y 0,06° de dureza, frances.
10. Como es natural, la solución de indicador de este invento, puede utilizarse en aparatos industriales de control automático o semi-automático, de funcionamiento fotoeléctrico, tales como por ejemplo los dispositivos de control de agua de alimentación de las calderas de vapor.

25. Como es natural, la solución de indicador de este invento, puede utilizarse en aparatos industriales de control automático o semi-automático, de funcionamiento fotoeléctrico, tales como por ejemplo los dispositivos de control de agua de alimentación de las calderas de vapor.

292805



Ejemplos de Soluciones de indicadores

- | | |
|---|---------|
| 1 - Negro Eriochrome T | 0,2 g |
| Tris-(hidroximetil)-aminometano | 2,0 g |
| etileno diamina tetracetato de dipotasio | |
| 5. y de magnesio | 1,0 g |
| Se disuelve o se dispersa finamente en el -
glicol polietilenico 300, hasta un volumen final de
100 ml y se llena en un frasco cuentagotas de polieti-
leno. | |
| 10. 2 - Eric T | 4,8 g |
| heliantina | 1,4 g |
| Diisopropanolamina | 100,0 g |
| Trishidroximetilaminometano | 30,0 g |
| Etileno diamina tetracetato de dipotasio | |
| 15. y de magnesio | 6,0 g |
| Agua destilada | 140,0 g |
| Glicol polietilenico 400 | 723,0 g |
| 3 - Azul negro Eriochrome | 40 mg |
| Etileno diamina tetracetato de dipotasio | |
| 20. y de magnesio | 1,0 g |
| Trishidroximetilaminometano | 4,0 g |
| Agua destilada | 30,0 g |
| Glicol polipropilenico 300 | 65,0 g |
| 4 - Diisopropanolamina | 130,0 g |
| 25. etileno diamina tetracetato de dipotasio | |
| y de magnesio | 5,0 g |
| Agua destilada | 140,0 g |
| Eric T | 4,8 g |
| Heliantina | 1,4 g |
| 30. Etileno diamina tetraacetato disodico | 2,8 g |

292803



Glicol polietilénico 200 723,0 g

Cuando se utiliza ésta solución, se produce un virado del verde al rojo, para una dureza de 0,49 francés, al añadir solución a una muestra de 5 ml de agua.

5.

5 - Eric T 20 mg

Glicol polietilénico 400 50,0 g

Esta solución solo puede utilizarse asociada con una sustancia amortiguadora.

10.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones

15.

de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años, en España "Procedimiento de preparación de soluciones estabilizadas de indicadores específicos de metales, para determinaciones complexométricas", caracterizándose por lo siguiente:

20.

1.- "Procedimiento de preparación de soluciones estabilizadas de indicadores específicos de metales, para determinaciones complexométricas", caracterizado por a)

25.

Se disuelve o se dispersa, de modo homogéneo, un indicador coloreado o una mezcla específica de colorantes de los metales, en poliglicoles, tal como la glicerina o los glicoles polietilénicos, o mezclas de éstas sustancias añadiendo, eventualmente,

30.

agua;

292805



b) Se añade además a las soluciones de indicadores coloreados, un aminoalcohol, tal como Tris-(hidroximetil)-aminometano, o una mezcla de aminoalcoholes, en cantidad tal que la adición de algunas gotas de la solución de indicador al producto a examinar, comunique a éste último un pH comprendido entre 9,5 y 10,5.

2.- Procedimiento según reivindicación anterior, caracterizado porque se añade una pequeña cantidad de sal compleja de zinc o de magnesio del ácido etileno diamina tetraacético.

3.- "Procedimiento de preparación de soluciones estabilizadas de indicadores específicos de metales, para determinaciones complexométricas"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

23 OCT. 1963

Gebrüder Heyl K.G. Gesellschaft
für Analystechnik,

J. DOMÉZ ACIBO Y MODEJ
S.A.