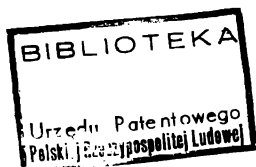


Opublikowano dnia 30 czerwca 1955 r.



C07c 154/02

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36655

Kl. 12 o, 23/03

Instytut Metali Nieżelaznych *)

(Gliwice, Polska)

Sposób otrzymywania krystalicznych ksantogenianów, pochodnych alkoholi alifatycznych

Udzielono patentu z mocą od dnia 30 kwietnia 1953 r.

Podstawowymi odczynnikami flotacyjnymi przy wzbogacaniu siarczkowych rud metali są ksantogeniany. W praktyce używa się najczęściej ksantogenianów: etylowego, amylowego i butylowego.

Ksantogeniany produkuje się przeważnie w postaci silnie zanieczyszczonych roztworów wodnych. Najważniejszymi ich wadami są duża zawartość szkodliwych domieszek, bardzo mała trwałość i zmienne stężenie. Wady te utrudniają ich magazynowanie oraz transport i dawkowanie.

Ksantogeniany krystaliczne otrzymywane opracowaną według wynalazku metodą wykazują dużą czystość i trwałość, oraz wysoką zdolność flotacyjną. Przy ich użyciu można uzyskiwać, jak wykazały przeprowadzone liczne próby flotacji różnych krajowych rud siarczkowych, bardzo dobre wyniki.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są inż. Mirosław Oktawiec i Stefan Borucki.

Sposób otrzymywania krystalicznych ksantogenianów, pochodnych alkoholi alifatycznych od etylowego do heksylowego w postaci soli sodowych lub potasowych, polega według wynalazku na wyeliminowaniu z procesu wody, jako rozpuszczalnika.

Ług sodowy lub potasowy stosowany jest w stanie stałym, po rozdrobnieniu na proszek. Zmielnego ługu dodaje się stopniowo do wybranego alkoholu, użytego w ilości stechiometrycznej lub z niewielkim nadmiarem, przy czym tworzy się alkohol. Dzięki stosowaniu mieszadła o odpowiedniej konstrukcji alkohol stanowi jednorodną masę, której konsystencja zależy od rodzaju alkoholu i ługu oraz ich stosunku ilościowego. Do utworzonego alkoholu dodaje się następnie, stosując chłodzenie, stechiometryczną ilość dwusiarczku węgla. Prędkość dodawania dwusiarczku węgla winna być taka, by temperatura masy reakcyjnej nie przekroczyła 35° C. Po dodaniu całej ilości dwusiarczku kontynuuje się mieszanie do

chwili, gdy temperatura masy reakcyjnej zacznie opadać, co świadczy o ukończeniu reakcji. Otrzymany surowy ksantogenian zawiera, obok niewielkiej ilości produktów ubocznych, wodę utworzoną w czasie reakcji i wprowadzoną z surowcami, przede wszystkim alkoholem i ługiem. Woda ta, w przypadku ksantogenianów sodowych, jest związana jako woda krystalizacyjna, w wypadku ksantogenianów potasowych, jest niezwiązana i może być łatwo usunięta.

Przykład. 40 części wagowych wodorotlenku sodowego (przeliczone na 100% NaOH) zmielonego do ziarn 1 mm, dodaje się stopniowo, stosując odpowiedniej konstrukcji mieszalnik, do 46 części wagowych alkoholu etylowego (przeliczone na alkohol 100%). Po otrzymaniu jednorodnego alkoholu dodaje się do niego 76 części wagowych dwusiarczku węgla w takim tempie, by temperatura mieszaniny reakcyjnej nie przekroczyła 35° C. Reaktor musi posiadać w tym celu urządzenia chłodnicze, np. płaszcz wodny, przez który przepływa woda chłodząca lub solanka. Po dodaniu całej ilości dwusiarczku węgla, kontynuuje się mieszanie do chwili, gdy temperatura mieszaniny reakcyjnej zacznie opadać. Otrzymuje się około 160 części wagowych produktu barwy jasnożółtej o wyglądzie lekko wilgotnawej mączki krystalicznej. Produkt ten zawiera około 84% ksantogenianu etylowo-sodowego, resztę stanowi woda krystalizacyjna i niewielkie ilości zanieczyszczeń. W stanie surowym produkt ten można przechowywać, bez widocznego rozkładu, w ciągu co najmniej dwóch miesięcy. Wysuszenie produktu na przykład w próżni, zwiększa znacznie jego trwałość. W ce-

lu ułatwienia mieszania masy reakcyjnej, można użyć alkoholu w nadmiarze, mogącym dochodzić do 50%. Przy niedużych nadmiarach alkoholu nie opłaca się go odzyskiwać, natomiast przy większych nadmiarach, jest to rzeczą wskazaną. Zamiast alkoholu etylowego można użyć równoważną ilość innego alkoholu alifatycznego od C_3H_7OH do $C_8H_{18}OH$, a zamiast ługu sodowego, można użyć równoważną ilość ługu potasowego. Pewnym zmianom ulegnie wtedy konsystencja mieszaniny reakcyjnej w toku reakcji.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania krystalicznych ksantogenianów pochodnych alkoholi alifatycznych z dwusiarczku węgla, alkoholi alifatycznych oraz wodorotlenku sodowego lub potasowego, znamienny tym, że reakcję prowadzi się bez dodatku wody jako rozpuszczalnika.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się alkohole alifatyczne od C_2H_5OH do $C_8H_{18}OH$ w nadmiarze do 20% w stosunku do ilości obliczonej według równania stechiometrycznego.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że reakcję prowadzi się w temperaturze poniżej 40° C w mieszalniku do mas półsuchych z urządzeniem chłodniczym.
4. Sposób według zastrz. 1—3, znamienny tym, że stosuje się stały wodorotlenek sodowy lub potasowy zgranulowany do średnicy ziarn poniżej 2 mm.

Instytut Metali Nieżelaznych