



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 10.05.73 (P. 162470)

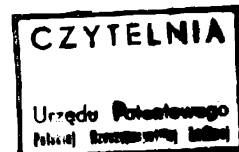
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.02.75

Opis patentowy opublikowano: 20.07.1977

MKP G01n 31/16

Int. Cl.² G01N 31/16



Twórcy wynalazku: Krystyna Zdybiewska, Władysław Cieśla

Uprawniony z patentu: Kombinat Górniczo-Hutniczy „Orzeł Biały”, Brzeziny Śląskie (Polska)

Sposób oznaczania aktywnego ksantogenianu w technicznych ksantogenianach

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania aktywnego ksantogenianu w technicznych ksantogenianach poprzez wytrącanie zanieczyszczeń z roztworu. Ksantogeniany są podstawowym odczynnikiem zbierającym, modyfikującym powierzchnie siarczkowych minerałów rud metali nieżelaznych w procesie ich flotacji.

Techniczne ksantogeniany, które otrzymuje się w wyniku reakcji chemicznej mieszaniny sproszkowanego wodorotlenku sodowego i odpowiedniego alkoholu z dwusiarczkiem węgla, zawierają oprócz substancji czynnej sporo zanieczyszczeń obniżających ich aktywność. Znajomość zawartości aktywnego ksantogenianu w technicznym produkcie ma istotny wpływ na wyniki procesu flotacji tych minerałów poprzez ustalenie odpowiedniego reżimu dawkowania tego ksantogenianu.

Znana z polskiego opisu patentowego nr 44 612 metoda polega na wytrąceniu z próbki badanego technicznego ksantogenianu większości przeszkadzających w toku analizy zanieczyszczeń za pomocą chlorku cynku i baru w środowisku alkoholowo-wodnym, w którym wytrąceniu ulegają jony S²⁻, CS₃⁻, OH⁻, SO²⁻, SO₄²⁻ i CO₃²⁻. Tak przygotowaną mieszaninę odstawia się na 10 minut i po upływie tego czasu odsąca się osad przez średni sączek ilościowy zwilżony alkoholem etylowym, po czym przemywa kilkakrotnie tym alkoholem i wodą. Przesącz analizuje się na zawartość ksantogenianu

2

znanymi sposobami np. sposobem alkacymetrycznym.

Powstałe w wodno-alkoholowym środowisku osady oddzielanych zanieczyszczeń mają strukturę drobnokrystaliczną, w związku z czym są bardzo trudne do odsączenia i przemycia, co wydłuża czas tych operacji i prowadzi do rozkładu ksantogenianu pod wpływem powietrza. Rozkład ksantogenianu w czasie tych długotrwałych operacji powoduje zanieżenie zawartości ksantogenianu. Przyczyną drobnopowierzchniowości osadu jest użycie do strącania zanieczyszczeń chlorku baru w środowisku alkoholowym.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie niedogodności stosowanej dotąd metody usuwania zanieczyszczeń z technicznych ksantogenianów w toku ich analizy. Dla osiągnięcia tego celu wytycza się do rozwiązania zadanie uzyskania gruboziarnistego osadu strącanych zanieczyszczeń.

Sposób według wynalazku polega na rozpuszczeniu próbki technicznego ksantogenianu w niewielkiej ilości wody w środowisku acetonowym. Następnie dodaje się roztwory chlorku wapniowego i chlorku cynkowego, które mają na celu strącenie niepożądanych zanieczyszczeń zawartych w badanej próbce i spowodowania wytworzenia się z nich grubokrystalicznych cząstek osadu.

Substancję aktywną w roztworze, po oddzieleniu tego osadu, miareczkuje się ługiem sodowym w obecności wskaźnika zieleni bromokrezolowej.

3

Powstałe w ten sposób osady CaSO_4 , CaSO_3 , CaS_2O_3 , ZnS , ZnCS_3 , i Zn(OH)_2 są bardzo łatwe do ilościowego wydzielenia z roztworu i przemycia, co znacznie skraca czas tej operacji i poprawia dokładność oznaczenia aktywnego ksantogenu.

Użycie zieleni bromokrezolowej jako wskaźnika powoduje wyraźną zmianę barwy roztworu w punkcie równoważnikowym dzięki czemu uzyskuje się również zwiększenie dokładności oznaczenia. Ponadto środowisko wodno-acetonowe zabezpiecza przed straceniem się soli cynkowej ksantogenu.

Przykład. Odważa się 20 g badanego ksantogenu, umieszcza w zlewce, rozpuszcza w 50 cm^3 wody destylowanej, a następnie przenosi się całość do kolby miarowej o pojemności 250 cm^3 , uzupełnia wodą do kreski i miesza. Z powyższego roztworu odmierza się 10 cm^3 do zlewki, dodaje 10 cm^3 acetonu, miesza i dodaje 0,5 g chlorku wapniowego i 0,2 g chlorku cynkowego, ponownie miesza i odstawia na 5 minut. Po upływie tego czasu odsąca się osad przez średnio twardy sączek ja-

4

kościowy, zwilża acetonem i przemywa acetonem.

Przesącz zbiera się do suchej kolbki stożkowej i zadaje w nadmiarze 0,1 n roztworem kwasu solnego. Po 15 minutach w przypadku etylo-ksantogenu i po 30 minutach w przypadku ksantogenu wyższych alkoholi, odmiareczkuje się nieprzereagowany kwas solny 0,1 n roztworem wodorotlenku sodowego wobec zieleni bromokrezolowej jako wskaźnika. Zawartość ksantogenu oblicza się z ilości zużytego kwasu solnego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania aktywnego ksantogenu w technicznych ksantogenach metodą alkacymetryczną, **znamienny tym**, że badaną próbkę rozpuszcza się w niewielkiej ilości wody w środowisku acetonowym, dodaje się chlorek wapniowy w ilości od 0,5 do 1,0 g i chlorek cynkowy w ilości 0,2 do 0,3 g po czym po oddzieleniu osadu roztwór miareczkuje się ługiem sodowym do pH 5,4.