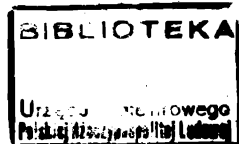




Gon 31/16



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44612

Kl. 42 I, 3/01

Zakłady Górnicze im. J. Marchlewskiego *)

Bytom, Polska

Sposób selektywnego usuwania zanieczyszczeń technicznych ksantogenianów w procesie ich analizy

Patent trwa od dnia 5 sierpnia 1959 r.

Wynalazek dotyczy sposobu usuwania zanieczyszczeń z technicznych ksantogenianów w procesie ich analizy.

Ksantogeniany, pochodne alkoholi alifatycznych, są podstawowymi kolektorami flotacyjnymi dla siarczkowych rud metali nieżelaznych. O wartości technicznego ksantogenianu jako odczynnika flotacyjnego i jego wartości przy wzbogacaniu rud decyduje zawartość substancji aktywnych oraz rodzaj i ilość zanieczyszczeń. Niektóre zanieczyszczenia, do których na przykład należą trójtłowieglany i tiosiarczany, wpływają szkodliwie na proces flotacji. Inne przyspieszają rozkład produktu lub też stanowią bezwartościowy balast, obniżając zawartość substancji aktywnych.

*) Właściciel patentu oświadczył, — że współtwórcami wynalazku są inż. Mirosław Okta-wiec, inż. Kazimierz Żmudziński, inż. Janusz Wójtowicz, inż. Tadeusz Liniewiecki i inż. Stanisław Wicher.

Przed zastosowaniem do procesu flotacyjnego każda partia technicznego ksantogenianu powinna być z powyższych powodów zbadana laboratoryjnie w celu oznaczenia i rozpoznania zawartości zanieczyszczeń. W zależności od stopnia zanieczyszczenia ustala się odpowiednie dawkowanie technicznego ksantogenianu, by z procesu flotacji rud uzyskać jak najlepsze wyniki. W najczęściej stosowanych bezpośrednich metodach jodometrycznej i alkalimetrycznej część zanieczyszczeń wykazywana była jako ksantogeniany. Zanieczyszczenia te, na przykład siarczki, trójtłowieglany, tiosiarczany i siarczyny, reagowały z jodem, a węglany, siarczki i siarczyny — z kwasem solnym. W tych bezpośrednich metodach oznaczania błędy dochodziły do pięciu i więcej procent, w zależności od stopnia zanieczyszczenia technicznych ksantogenianów.

Znany jest również sposób oznaczania ksantogenianów metodą pośrednią, po uprzednim usunięciu zanieczyszczeń z badanej próbki tech-

nicznego ksantogenianu. Ten sposób oznaczania jest dokładniejszy i właściwszy. Jednak usuwanie tych zanieczyszczeń natrafiało na duże trudności i niedogodności, a przy tym było kosztowne. Do usuwania zanieczyszczeń według tego sposobu stosowano chlorek baru lub świeżo strącony węglan cynku. Chlorek baru usuwał jednak tylko niewielką część z przeszkadzających w oznaczeniu zanieczyszczeń, zaś węglan cynku posiadał tę wadę, że był kłopotliwy w użyciu, gdyż wymagał sporządzenia codziennie świeżego preparatu oraz absorbował pewne ilości wyższych ksantogenianów. W rezultacie dotychczasowe metody usuwania zanieczyszczeń przed dokonaniem właściwego oznaczenia ksantogenianu były niedokładne, niedogodne i kosztowne.

Wynalazek eliminuje powyższe wady.

Sposób według wynalazku polega na wytrąceniu z próbki badanego zanieczyszczonego ksantogenianu większości przeszkadzających w toku analizy zanieczyszczeń za pomocą rozpuszczalnych soli cynku i baru, na przykład chlorku cynku i chlorku baru, w środowisku wody i niektórych rozpuszczalników organicznych, mieszających się z wodą i rozpuszczających ksantogeniany cynku i baru, np. w środowisku alkoholowo-wodnym. Przy zastosowaniu soli cynku i baru, jako odczynników strącających, wytrąceniu ulegają następujące jony przeszkadzające w toku analizy ksantogenianów:

- S^{2-} — w postaci ZnS
- CS_3^{2-} — w postaci $ZnCS_3$
- OH^- — w postaci $Zn(OH)_2$
- SO_3^{2-} — w postaci $BaSO_3$
- CO_3^{2-} w w postaci $BaCO_3$
- SO_4^{2-} — w postaci $BaSO_4$

Zaletą sposobu jest stosowanie tanich odczynników nie wymagających poza rozpuszczeniem prostych soli cynku i baru żadnego przygotowywania. Inną zaletą jest całkowite usunięcie zanieczyszczeń, umożliwiające w dalszym etapie za pomocą znanych i tanich metod dokładne oznaczenie czystego ksantogenianu.

Środowisko alkoholowo-wodne, w którym rozpuszczalny jest ksantogenian cynku, może być wykorzystane do selektywnego usuwania jedynie niektórych zanieczyszczeń technicznych ksantogenianów, co daje możliwość ilościowego oznaczenia poszczególnych zanieczyszczeń. W przypadku dodania do rozpuszczonej w środowisku alkoholowo-wodnym próbki odpowiedniej ilości roztworu soli cynku np. $ZnCl_2$ nie

stosując przy tym soli baru, do osadu przechodzą siarczki, trójtłiwęgłany, węglany i wodorotlenki cynku. Po przemyciu osadu roztworem alkoholowo-wodnym i wodą, można oznaczyć np. metodą jodometryczną sumaryczną zawartość trójtłiwęgłanów i siarczków. Po odjęciu od wyniku analizy zawartości siarczków otrzymuje się zawartość trójtłiwęgłanów.

Przykład I. Z dostarczonej partii technicznego ksantogenianu pobiera się próbkę o wadze 0,7 g, którą wkłada się do naczynia kwasoodpornego, oraz dolewa się 50 ml alkoholu etylowego, 2,5 ml 10% roztworu $BaCl_2$ i 2,5 ml 10% $ZnCl_2$. Tak przygotowany roztwór po wymieszaniu pozostawia się na 10 minut do odstania, a następnie odsącza się ten osad, stosując średnie sączki ilościowe zwilżone alkoholem.

Osad na sączku przemycia się alkoholem do zaniku reakcji na ksantogenian z 1% siarczkiem miedzi (4 — 5 razy) i 2 — 3 — krotnie niewielkimi ilościami wody destylowanej. Wszystkie przesącze zebrane razem zawierają całą ilość ksantogenianu bez zanieczyszczeń, który można oznaczyć jedną z metod na przykład jodometryczną.

Przykład II. W środowisku alkoholowo-wodnym rozpuszcza się 2 g badanego technicznego ksantogenianu, dodając do tego roztworu 100 ml alkoholu oraz 4 ml 10% roztworu chlorku cynku. Po 10 minutach po odstaniu odsącza się wytrącony osad przez średnie sączki zwilżone alkoholem. Osad ten na sączku przemycia się alkoholem aż do zaniku reakcji na ksantogenian z solami miedzi i 2 do 3 razy wodą destylowaną. Z tak otrzymanego przemycanego osadu oznacza się jodometrycznie sumaryczną zawartość jonów S^{2-} i CS_3^{2-} .

Zastrzeżenie patentowe

Sposób selektywnego usuwania zanieczyszczeń z technicznych ksantogenianów w procesie ich analizy przez strącanie zanieczyszczeń rozpuszczalnymi solami cynku i baru, znamienny tym, że reakcję przeprowadza się w środowisku wody i niektórych rozpuszczalników organicznych mieszających się z wodą oraz rozpuszczających ksantogeniany cynku i baru, np. w środowisku alkoholowo-wodnym.

Zakłady Górnicze
im. J. Marchlewskiego

Zastępca: mgr Tadeusz Szczepanik
rzecznik patentowy