

Konrad OGIOŁDA

Katedra Chemii Nieorganicznej

OTRZYMYWANIE SIARCZANU CYNKU WYSOKIEJ CZYSTOŚCI

Siarczan cynku wysokiej czystości obok innych związków cynku znajduje zastosowanie jako luminofor w telewizji czarno-białej i kolorowej. W nielicznych pracach poświęconych otrzymywaniu związków cynku wysokiej czystości [1-3] poszczególne zanieczyszczenia wydzielano na drodze chromatografii, wymiany jonowej, krystalizacji, a ponadto strącania amoniakiem, dwumetylogliksymem oraz dwuetylodwutiokarbaminianem sodu.

Celem niniejszej pracy było opracowanie metody otrzymywania siarczanu cynku wysokiej czystości o zawartości poszczególnych zanieczyszczeń 10^{-4} - $10^{-5}\%$. W metodzie tej jako surowiec wybrano siarczan cynku cz.d.a. w którym stwierdzono obecność następujących pierwiastków: Ag, Al, As, Ca, Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Sb, Si i Sn.

Roztwór siarczanu cynku o stęż. 130 Zn g/l poddawano oczyszczaniu stosując cementację pyłem cynkowym, współstrącanie z wodorotlenkiem i dwuetylodwutiokarbaminianem cynku ($\text{Zn}(\text{DDTK})_2$) oraz trzykrotną ekstrakcję przy użyciu 10^{-3} M roztworu $\text{Zn}(\text{DDTK})_2$ w CHCl_3 względnie CCl_4 , przy stosunku objętości faz 1:10 i czasie kontaktu faz 30 min. Pierwszy etap oczyszczania prowadzono w roztworze słabo-kwaśnym o pH = 4-5, a następny w roztworze amoniakalnym o pH ok. 9. Najlepsze wyniki uzyskano przy zastosowaniu ekstrakcji $\text{Zn}(\text{DDTK})_2$ w CHCl_3 i CCl_4 . Metoda ta pozwala na wydzielenie: Ag, Bi, Cd, Co, Cu, In, Ni, Pb i Tl z roztworów soli cynku

do stężenia niewykrywalnego metodą bezpośredniej analizy spektralnej [4]. Ponadto użycie do ekstrakcji soli cynku kwasu dwuetylo-dwutiokarbaminowego zamiast soli sodowej [2, 3, 5, 6] wydaje się bardziej korzystne z uwagi na fakt, że w tym przypadku nie wprowadza się do oczyszczonego roztworu obcego kationu.

Z oczyszczonego roztworu wytrącano osad zasadowej soli cynku kwasem siarkowym sp.cz. 1:10. Otrzymany osad po wyprażeniu w temp. 800°C roztwarzano w kwasie siarkowym sp.cz. i po odparowaniu roztworu do stanu nasycenia wykrystalizowano siarczan cynku przez ochłodzenie do temp. pokojowej. Dla zmniejszenia rozpuszczalności $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ do roztworu dodawano alkoholu etylowego w stosunku objętościowym 1:1.

Otrzymany siarczan cynku poddano analizie spektralnej na spektrografie średniej dyspersji Q-24 F-my Zeiss. W widmie bezpośrednio wzbudzanych próbek w 8 A łuku prądu stałego, czasie ekspozycji 60 s, przy szerokości szczeliny 0,015 mm, przesłonie kamery 1:15, na płytach Blau Hart ORWO stwierdzono jedynie obecność zaledwie widocznych linii Mg 2852,129 Å oraz Si 2881,578 Å. Ponadto metodą spektrochemiczną stwierdzono następujące zawartości pierwiastków: Cd < 0,01 ppm, Co < 0,05 ppm, Cu < 0,05 ppm, Ni < 0,01 ppm, Pb < 0,05 ppm, Ag < 0,01 ppm.

Wnioski

Opracowana metoda pozwala otrzymać siarczan cynku wysokiej czystości o zawartości pierwiastków: Cu, Co, Pb < 0,05 ppm, Cd, Ni, Ag < 0,01 ppm.

LITERATURA

- [1] Gregorowicz Z.: Chem.Anal., 2, 281 (1957).
- [2] Angielow I.J.: Chem.Abstr., 55, 3255 i (1961).
- [3] Angielow I.J., Pjatnikskaja G.N.: ibid., 57, 13396 f (1962).
- [4] Ogiołda K.: Ekstrakcja śladowych ilości pierwiastków z roztworów soli cynku dwuei lodwutiokarbaminianem cynku w rozpuszczalnikach organicznych. Praca doktorska, Politechnika Śląska 1966.
- [5] Pienkina J.S. i współpracownicy: Cwietn. Mietałły 11, 78 (1959).
- [6] Przemysłowy Instytut Elektroniki w Warszawie, Patent polski 45091 (1961).

ПОЛУЧЕНИЕ СУЛЬФАТА ЦИНКА ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

PREPARATION OF HIGH PURITY ZINC SULPHATE