

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

253033

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 17 09 85
(21) PV 6619-85

(51) Int. Cl.⁴
C 01 G 49/00

(40) Zveřejněno 15 01 87

(45) Vydáno 16 05 88

(75)
Autor vynálezu

TRAN DUC HIEP RNDr. CSc., HANOJ, VDR,
LOUČKA TOMÁŠ ing. CSc., ÚSTÍ nad Labem CS

(54) Způsob odstraňování iontů Fe^{3+}

Odstraňování iontů Fe^{3+} z roztoků Al^{3+} selektivní sorpcí se dosáhne tak, že ionty Fe^{3+} se z roztoku odstraní selektivní sorpcí na nosiči zakotvenou chelatační skupinou dietylen-triamintetraoctovou nebo trietylen-tetraaminpentaoctovou a to při teplotě pod $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ a v rozmezí pH 1 až 3,5.

Vynález se týká způsobu odstraňování iontů Fe^{3+} z roztoků sloučenin hliníku.

Oddělení trojmocného železa od trojmocného hliníku v roztoku představuje vzhledem k podobným vlastnostem těchto iontů velmi obtížný problém. Při přípravě velmi čistých hliníkových sloučenin pro speciální účely se vyžaduje obsah železa pod 5 ppm. Běžné metody čištění jako je krystalizace nebo dělení pomocí obvyklých iontoměníšů nejsou schopny těmto požadavkům vyhovět. Účinné speciální metody čištění se nepublikují. Z analytické chemie je známo, že rozdíl logaritmů konstant stability volných koordinačních sloučenin iontů Fe^{3+} a Al^{3+} s etylendiamintetraoctanem činí cca 8.

Řešením problému odstraňování iontů železa z roztoků sloučenin hliníku se jeví způsob odstraňování iontů Fe^{3+} z roztoků sloučenin hliníku způsobem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že ionty Fe^{3+} se z roztoku odstraní selektivní sorpcí na nosiči se zakotvenou cheletační skupinou dietyltriamintetraoctovou nebo trietylentetraaminpentaoctovou při teplotě pod $50\text{ }^\circ\text{C}$ a v rozmezí pH 1 až 3,5.

Způsobem podle vynálezu se dosáhne prakticky kvantitativního odstranění trojmocného železa z kamenců, síranu hlinitého a jiných hlinitých sloučenin, sloužících k přípravě velmi čistých látek, aplikovatelných ve světelné technice a jinde.

Kvantitativní odstranění železa pod hranici $1 \cdot 10^{-6}$ mol Fe^{3+} se dosáhne při výchozím obsahu iontů Fe^{3+} v sloučeninách hliníku od 1 ppm až do desítek procent. Hodnotu pH roztoku je nutno udržovat od 1 do 3,5, obvyklá pracovní teplota je cca $25\text{ }^\circ\text{C}$ a nesmí překročit $50\text{ }^\circ\text{C}$. Dosažitelná sorpční kapacita je závislá na kvalitě sorbentu i na konkrétních zvolených podmínkách. Regenerace funkčních skupin se provádí desorpcí iontů Fe^{3+} minerálními kyselinami o koncentraci 1 až 3 moly. Po regeneraci je možno cheletační sorbent znovu použít.

V praxi lze způsob podle vynálezu realizovat tak, že se roztok sloučenin hliníku s určitým obsahem trojmocného železa propouští přes kolonu naplněnou perlovou celulózą nebo jiným nosičem s cheletačními skupinami dietyltriamintetraoctovými na postranním řetězci. Pro vstupní koncentraci čištěného roztoku z hlediska koncentrace neplatí prakticky žádná omezení.

V dalším je vynález osvětlen a dokumentován příklady provedení.

Příklad 1

Při $23\text{ }^\circ\text{C}$ se připravil nasycený roztok síranu hlinitoamonného $(\text{NH}_4)_2\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{ H}_2\text{O}$ o pH 3,1, který vedle 135,1 g $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{ H}_2\text{O}$ v litru obsahoval 3,7 ppm Fe^{3+} , 0,1 ppm Ca, 0,1 ppm Mg, 0,1 ppm Na a 5 ppm K. 1000 ml tohoto roztoku bylo přes kolonu o průměru 15 mm naplněnou perlovou celulózą se zakotvenými funkčními skupinami dietyltriamintetraoctovými rychlostí 4 ml/min při výšce náplně v koloně 85 mm.

Obsah zachyceného železa byl po desorpci 0,0068 mol, t.j. 9,38 mg železa. Z čištěného síranu hlinitoamonného tak bylo odstraněno 76 % původně přítomného trojmocného železa. Obsah Fe^{3+} ve vyčištěném roztoku činil 0,9 ppm.

Příklad 2

Roztok síranu hlinitoamonného z příkladu 1 byl dopován ionty Fe^{3+} na koncentraci $6 \cdot 10^{-5}$ molů Fe^{3+} , tj. 25 ppm Fe^{3+} vztaženo na síran hlinitoamonný. Při pH 3 a teplotě $20\text{ }^\circ\text{C}$ bylo prováděno čištění roztoku průtokem přes kolonu naplněnou perlovou celulózą s funkčními skupinami dietyltriamintetraoctovými rychlostí 10 ml/min při průměru kolony 15 mm a výšce náplně 150 mm. 1000 ml roztoku bylo zbaveno iontů Fe^{3+} až na obsah pod 1 ppm.

Příklad 3

Z roztoku o složení uvedeném v příkladu 1 byl připraven roztok o koncentraci 0,0876 molů síranu hlinitoamonného. Železo bylo doplněno na obsah $6,7 \cdot 10^{-4}$ molů Fe^{3+} , tj. na obsah 946 ppm Fe^{3+} vztaheno na síran hlinitoamonný. Při pH 3 a teplotě 23°C bylo prováděno odstraňování iontů železa průtokem roztoku přes kolonu naplněnou perlovou celulózou se zakotvenými funkčními skupinami dietyltri-amin-tetraoctovými rychlostí 10 ml/min při výšce náplně 150 mm a průměru 15 mm. 1000 ml roztoku bylo zbaveno iontů Fe^{3+} pod hranicí 1 ppm, dalších 500 ml roztoku obsahovalo méně než 8 ppm železa.

Příklad 4

Do roztoku síranu hlinitého obsahující 179 g/l $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$, tj. 0,585 molů Al^{3+} byly přidány ionty Fe^{3+} do koncentrace 0,001 molů Fe^{3+} . pH roztoku bylo upraveno na 3. Průtokem přes kolonu průměru 15 mm a naplněnou do výšky 86 mm perlovou celulózou se zakotvenými funkčními skupinami dietyltri-amin-tetraoctovými rychlostí 4 ml/min bylo z prvních 600 ml roztoku odstraněno veškeré železo. Obsah Fe^{3+} v 100 ml eluátu činil 2 ppm.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob odstraňování iontů Fe^{3+} z roztoků sloučenin hliníku vyznačený tím, že ionty Fe^{3+} se z roztoku odstraní selektivní sorpcí na nosiči se zakotvenou chelatační skupinou dietyltri-amin-tetraoctovou nebo trietyl-tetra-amin-pentaoctovou při teplotě pod 50°C . a v rozmezí pH 1 až 3,5.