

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

84538

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 05.07.74 (P. 172488)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.75

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1977

MKP C01g 51/00

Int. Cl.² C01G 51/00



Twórcy wynalazku: Zbigniew Hubicki, Stanisław Jusiak

Uprawniony z patentu: Uniwersytet Marii Curie Skłodowskiej,
Lublin (Polska)

Sposób oddzielania niklu i/lub miedzi od soli kobaltu

Przedmiotem wynalazku jest sposób oddzielania niklu i/lub miedzi od soli kobaltu metodą jonowymienną. Istnieje szereg metod oddzielania niklu i miedzi od soli kobaltu, jak metoda frakcjonowanej krystalizacji z roztworów wodnych lub metoda ekstrakcji kwasami tłuszczowymi. Nikiel od kobaltu można oddzielić również znaną metodą jonowymienną, stosując mocno zasadowe aniony.

Metoda ta polega na wykorzystaniu zdolności tworzenia kompleksów chlorkowych kobaltu w 10 n kwasie solnym, które podczas przepuszczania roztworu przez złożę zostają zaadsorbowane przez anionit, chlorek niklu natomiast przechodzi do wycieku, z którego odzyskiwany jest przez krystalizację. Niedogodnością tej metody jest konieczność prowadzenia procesu w środowisku stężonego kwasu solnego oraz możliwość uzyskania wyłącznie chlorku niklu, którego przeprowadzenie w inną sól jest kłopotliwe.

W metalurgii znana jest metoda Mond'a opierająca się na różnych właściwościach termicznych karbonylków niklu i kobaltu oraz metody wydzielania kobaltu z jego stopów z niklem, miedzią i żelazem polegające na rozpuszczeniu stopu w kwasie siarkowym i wielokrotnych operacjach strącania, sączenia i krystalizacji. Ze względu na konieczność wielokrotnego powtarzania operacji jednostkowych wszystkie te metody są bardzo żmudne i nie zawsze dają zadowalające rezultaty.

Obecnie stwierdzono, że dowolną sól kobaltu pozbawioną niemalże całkowicie niklu i/lub miedzi można uzyskać metodą jonowymienną stosując jako wymiennicz jonowy, jonit chelatujący, korzystnie iminodwuocetowy.

Wprowadzie w literaturze (B. Tremillon, „Jonity w procesach rozdzielnych” PWN 1970) wzmiankuje się o powinowactwie różnych jonów do jonitów, jednakże jak wykazały dalsze badania, np. K. Brajter „Badania właściwości kompleksujących wymiennicza Chelex 100” – Chemia Analityczna t. XVI z 3 str. 587 PWN 1971) zależności te zostały wyznaczone w warunkach wyidealizowanych, między innymi przy równych stężeniach badanych składników i w rzeczywistości nie znalazły praktycznego zastosowania. W trakcie prowadzonych

badani okazało się, że można oddzielać w prosty sposób metodą jonowymienną sole kobaltu od zanieczyszczających je jonów niklu i/lub miedzi, po doprowadzeniu stężenia jonów zanieczyszczających do wielkości w stosunku do stężenia soli kobaltu wynoszącej najwyżej 1 : 50 i przy pH roztworu wynoszącym 2–7, korzystnie 5,5–6,5 oraz przy szybkości przepływu 1,5 cm/minutę.

Jak wykazały badania, na wartość powinowactwa jonów do jonitu wpływa stężenie rozdzielanych jonów, ich wzajemny stosunek, siła jonowa roztworu, pH, rodzaj soli, szybkość filtracji, temperatura, forma jonitu, wielkość ziarna, stopień usieciowania, wzajemne położenie grup funkcyjnych, efekty sferyczne, niekiedy odległość grup funkcyjnych od matrycy; rodzaj matrycy itp.

Sposób według wynalazku polega na przepuszczeniu wodnego roztworu dowolnej soli kobaltu o pH 2–77 najlepiej 5,5–6,5 w którym zanieczyszczenia niklem i/lub miedzią nie przekraczają 2% przez złożę jonitu chelatującego, korzystnie iminodwuoctowego z szybkością do 1,5 cm/minutę w wyniku czego nikiel i/lub miedź zostają selektywnie związane przez jonit, natomiast z wycieku otrzymuje się czystą sól kobaltu o zawartości Cu^{+2} i Ni^{+2} nie przekraczającej 0,005 %. Kolumnę po wyczerpaniu złoża regeneruje się odpowiednim kwasem.

Przykład I. Siarczan kobaltu, zawierający 1% wagowy siarczanu niklu i 1% wagowy siarczanu miedzi, rozpuszczono w wodzie w ilości 40 g/litr. Otrzymany roztwór o pH 5,5 przepuszczono przez złożę jonitu chelatującego Wofatit MC–50 w formie wodorowej z szybkością 0,4 cm/minutę. Uzyskaną w wycieku sól kobaltu poddano krystalizacji. Analiza otrzymanego siarczanu kobaltu wykazała, że zawartość niklu i miedzi nie przekracza 0,05%.

Przykład II. Roztwór zawierający 40 g/litr handlowego azotanu kobaltu w klasyfikacji – czysty, zawierający 0,25% niklu przepuszczano przez złożę jonitu jak w przykładzie I. Z otrzymanego z kolumny wycieku wykrystalizowano azotan kobaltu, którego analiza wykazała ślady nie przekraczające 0,005% niklu.

Przykład III. Siarczan kobaltu zawierający 1% siarczanu miedzi rozpuszczono w wodzie w ilości 100 g/litr i przepuszczano przez złożę jonitu jak w przykładzie I. Z wycieku z kolumny wykrystalizowano siarczan kobaltu, którego analiza wykazała ślady miedzi nie przekraczające 0,005%.

Przykład IV. Roztwór o pH 6, zawierający 40 g/litr siarczanu kobaltu w klasyfikacji – czysty z domieszką 0,25% niklu, przepuszczano przez złożę jonitu chelatującego o strukturze makroporowatej Lewatit TP 207 w formie amonowej, z szybkością 0,5 cm/minutę. Z wycieku wykrystalizowano siarczan kobaltu, którego analiza wykazała ślady niklu nie przekraczające 0,005%.

Przykład V. Roztwór o pH 5,7 zawierający 100 g/litr handlowego chlorku kobaltu o klasyfikacji czda, z domieszką 0,15% niklu, przepuszczono z szybkością 0,5 cm/minutę przez złożę monofunkcyjnego jonitu chelatującego Diaion CR – 10 o grupach funkcyjnych iminodwuoctowych. Z wycieku wykrystalizowano chlorek kobaltu o zawartości niklu nie przekraczającej 0,002%.

Zaletą sposobu jest prostota w postępowaniu dającym w efekcie dowolną sól kobaltu wysokiej czystości. Stosowanie klasycznej metody krystalizacji frakcjonowanej, pozwalało na uzyskanie związków kobaltu o czystości najwyżej czda o dopuszczalnym zanieczyszczeniu niklem i miedzią do 0,05%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oddzielania niklu i/lub miedzi od soli kobaltu metodą jonowymienną, z n a m i e n n y t y m, że dowolny roztwór soli kobaltu o pH 2–7 najlepiej 5,5–6,5, zawierający domieszkę niklu i/lub miedzi w ilościach do 2% w stosunku do soli kobaltu, przepuszcza się z szybkością do 1,5 cm/minutę, korzystnie do 0,4 cm/minutę przez kolumnę ze złożem jonitu chelatującego, korzystnie iminodwuoctowego, który selektywnie wiąże nikiel i/lub miedź, a z wycieku przez prostą krystalizację uzyskuje się wysokiej czystości sól kobaltu.