

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

70829

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 02.12.1971 (P.151897)

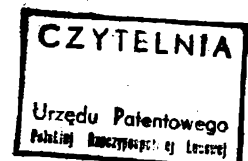
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.07.1974

Kl. 12i, 17/96

MKP·C01b 17/96



Twórcy wynalazku: Panajotis Papageorgios, Bogusława Łobacz, Jergijusz Goryanowicz
Uprawniony z patentu tymczasowego: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe
Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice (Polska)

Sposób oczyszczania roztworów wodnych siarczanów metali, amonu oraz aluminów od ołowiu

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania od jonów ołowiu roztworów wodnych siarczanów amonu, litu, sodu, potasu, magnezu, glinu, manganu, cynku, chromu, żelaza, kadmu, kobaltu, niklu, cyny i miedzi oraz aluminów do zawartości umożliwiającej stosowanie tych soli w analizie chemicznej, a przede wszystkim jako półprodukty w technice półprzewodnikowej, w fizyce ciała stałego i innych dziedzinach techniki. Z oczyszczonych roztworów mogą być wytwarzane inne związki tych metali, przykładowo siarczki, wodorotlenki, z których trudno jest bezpośrednio usunąć ołów.

Znane sposoby usuwania ołowiu z roztworów soli polegają na jego strąceniu. Przykładowo strąca się ołów za pomocą siarkowodoru lub dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego. Strącenie ołowiu jest niecałkowite, co nie pozwala na otrzymanie produktu o wysokim stopniu czystości. Można usunąć ołów z roztworu za pomocą kwasu pikrolonowego, salicylaldoksymu, tioacetamidu, tiomocznika, tionalitu, kwasu antranilowego oraz innych odczynników organicznych, dających z nim trudnorozpuszczalne połączenia. Sposób ten wymaga jednak odpowiedniego środowiska, nie zawsze dającego się stworzyć w praktyce przemysłowej, dlatego ma on praktyczne znaczenie, w zasadzie tylko, w analityce do wydzielania i oznaczania ołowiu.

Celem sposobu według wynalazku jest usunięcie ołowiu z roztworów wodnych soli siarczanowych, umożliwiającego ich otrzymanie o wysokim stopniu czystości.

Cel ten można osiągnąć dodając powoli do roztworów wodnych soli siarczanów amonu, litu, sodu, potasu, magnezu, glinu, manganu, cynku, żelaza, kadmu, kobaltu, niklu, cyny i miedzi oraz aluminów o dowolnym stężeniu, w czasie mieszania, wodne roztwory jonów barowych o dowolnym stężeniu, korzystnie nie mniejszym niż 0,005 gramojonu w jednym litrze roztworu, w takiej ilości aby ilość jonów barowych przekraczała dwukrotnie równoważną ilość jonów ołowiu w roztworze, a następnie roztwór po wymieszaniu i odstaniu filtruje się celem oddzielenia powstałego osadu. Jony barowe dodaje się korzystnie w postaci roztworów wodnych azotanu i/lub chlorku barowego. Okazało się niespodziewanie, że zawarty w roztworze ołów wśmóstraca się z siarczanem barowym w stopniu umożliwiającym obniżenie jego zawartości poniżej $1 \cdot 10^{-4}$ % wagowych. Tak oczyszczone roztwory siarczanów stosowane są do otrzymywania odpowiednich stałych produktów oraz do wytwarzania innych związków jak tlenków, siarczków itp. o odpowiedniej czystości.

Szczegółowo sposób według wynalazku wyjaśniony jest w przykładach wykonania.

Przykład 1. Do reaktora, w którym znajduje się 500 l 30% roztworu siarczanu cynku zawierającego 0,05 g/l ołowiu, wlewa się powoli w czasie ciągłego mieszania 28 litrów roztworu azotanu barowego zawierającego 0,01 gramojonu baru w jednym litrze. Po wlaniu całej ilości roztworu azotanu barowego, zawartość reaktora miesza się przez 2 godziny, pozostawia do opadnięcia osadu, a następnie filtruje oddzielając osad siarczanu baru ze współstrąconym ołowiem. Siarczan cynku zawiera $1,5 \cdot 10^{-5}$ % wagowych ołowiu.

Przykład 2. Do 300 l 30% roztworu siarczanu kadmu, zawierającego w 1 litrze 0,8 g ołowiu, wprowadza się powoli, w czasie intensywnego mieszania, 32 l roztworu chlorku barowego zawierającego w 1 l 0,05 gramojonu baru. Następnie, postępując jak w przykładzie 1, otrzymuje się produkt zawierający $1,4 \cdot 10^{-5}$ % wagowych ołowiu.

Przykład 3. Do reaktora, w którym znajduje się 400 l 20% roztworu siarczanu manganowego zawierającego w 1 l 0,05 g ołowiu, wlewa się powoli podczas mieszania 26 l roztworu chlorku barowego zawierającego w litrze 0,005 gramojonu baru, postępując dalej jak w przykładzie 1, otrzymuje się produkt zawierający $1,8 \cdot 10^{-5}$ % wagowych ołowiu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania roztworów wodnych siarczanów amonu, litu, sodu, potasu, magnezu, glinu, manganu, cynku, chromu, żelaza, kadmu, kobaltu, niklu, cyny i miedzi oraz aluminów od ołowiu, znamienny tym, że do roztworów wodnych tych soli, o dowolnym stężeniu i dowolnej zawartości ołowiu, wlewa się powoli podczas mieszania, wodny roztwór związku baru, o stężeniu jonów barowych korzystnie nie mniejszym niż 0,005 gramojonu baru w litrze, w takiej ilości, aby w roztworze oczyszczonym jony barowe przekraczały co najmniej dwukrotnie równoważną ilość jonów ołowiu, następnie roztwór miesza się i pozostawia do osadzenia osadu, który odfiltruje się, a filtrat przerabia znanymi sposobami.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że dodaje się do roztworów wodnych siarczanów, roztwory wodne azotanu i/lub chlorku barowego.