

24 lutego 1927 r.

URZĄD PATENTOWY



CO 1 g 27/00

BIBLIOTEKA

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 4947.

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken
(Eindhoven, Niderlandy).

Kl. 12 m 9.

42 m 27/00

Sposób rozpuszczania mieszaniny fosforanów hafnu i cyrkonu i oddzielania hafnu od cyrkonu.

Zgłoszono 18 maja 1925 r.

Udzielono 18 maja 1926 r.

Pierwszeństwo: 6 czerwca 1924 r. (Niderlandy).

Niniejszy wynalazek odnosi się do sposobu rozpuszczania fosforanów hafnu i cyrkonu i oddzielania w otrzymanym roztworze hafnu od cyrkonu.

Podług wynalazku niniejszego sposób ten może polegać na tem, że mieszaninę fosforanów hafnu i cyrkonu rozpuszcza się w ośrodku, zawierającym wolny kwas szczawiowy, stężony kwas siarkowy lub kwas fosforowy. Ośrodek, zawierający wolny kwas szczawiowy, może np. składać się z roztworu kwasu szczawiowego lub z roztworu szczawianów z taką ilością kwasu, że kwas szczawiowy zostaje uwolniony.

Z otrzymanego roztworu soli hafnu i cyrkonu można podług wynalazku niniejszego zapomocą zasady lub ciał, posiada-

jących odczyn zasadowy o wystarczająco wysokiej koncentracji jonów wodorotlenowych, wytrącić tlenki hafnu i cyrkonu.

Celem rozdzielania mieszaniny związków hafnu i cyrkonu podług wynalazku niniejszego używa się, jako produktu wyjściowego, roztworu mieszaniny fosforanów hafnu i cyrkonu w ośrodku, zawierającym wolny kwas szczawiowy, stężony kwas siarkowy lub kwas fosforowy. Roztwór ten można rozdzielić podług wielu znanych metod. Według wynalazku niniejszego otrzymuje się bardzo korzystne wyniki przez poddanie tego roztworu frakcjonowanemu strącaniu; celem jest podług niniejszego wynalazku użyć do tego strącania kwasu solnego.

Niżej podane przykłady wykonania służy dla bliższego wyjaśnienia niniejszego wynalazku.

Jeżeli 1 l zawiesiny mieszaniny fosforanu hafnu i cyrkonu, zawierającej około 25 g metalu wprowadzi się do nasyconego roztworu kwasu szczawiowego, wtedy okazuje się, że należy użyć 1,5 l tego roztworu do rozpuszczenia zawiesiny fosforanu.

100 cm³ zawiesiny mieszaniny fosforanów hafnu i cyrkonu, zawierającej około 0,6 g metalu, rozpuszcza się zupełnie po dodaniu 200 cm³ stężonego kwasu siarkowego.

W podobny sposób można zupełnie rozpuścić 100 cm³ zawiesiny mieszaniny fosforanów hafnu i cyrkonu, zawierającej około 0,6 g metalu przez dodanie 300 cm³ kwasu fosforowego o ciężarze właściwym 1,75.

Jeżeli tak otrzymany roztwór wleje się do tak wielkiej ilości roztworu zasady, żeby płyn aż do końca tej operacji posiadał odczyn alkaliczny, wtedy otrzyma się osad mieszaniny tlenków hafnu i cyrkonu.

Jeśli 100 cm³ zawiesiny mieszaniny fosforanów hafnu i cyrkonu, zawierającej w stosunku do cyrkonu 4% hafnu, rozpuści się w 200 cm³ stężonego kwasu siarkowego i do tak otrzymanego roztworu, wykazującego ciężar właściwy 1,68, doda się 30 cm³ wody, to po kilku dniach wydzieli się osad. Okazuje się, że osad ten zawiera 10% hafnu w stosunku do cyrkonu. Po dodaniu do pozostałego roztworu dalszych 30 cm³, okazuje się, że osad, który teraz opada, zawiera 6% hafnu w stosunku do cyrkonu. Ciężar właściwy roztworu spadł w tym czasie do 1,48. Po rozcieńczeniu tego roztworu równą objętością wody okazuje się, że utworzony osad zawiera tylko 2% hafnu w stosunku do cyrkonu. Dalej okazuje się, że osad, który otrzymuje się przez strącenie pozostałego roztworu przy pomocy sody żrącej, jest wolny od hafnu. ▲

Jeżeli rozpuścić pewną ilość mieszaniny fosforanów hafnu i cyrkonu, zawierającej mniej więcej 4% hafnu w stosunku do cyrkonu, w 24 l kwasu szczawiowego, to można wytrącić ten roztwór częściowo przy pomocy 2,5 l stężonego kwasu solnego. Otrzymany osad odssany rozpuszcza się powtórnie w 5,5 l kwasu szczawiowego, poczem wytrąca go się powtórnie 2 l kwasu solnego. Raz jeszcze rozpuszcza się osad w 6 l kwasu szczawiowego i wytrąca 2 l kwasu solnego. Wtedy okazuje się, że otrzymany tak osad zawiera 30% hafnu w stosunku do cyrkonu. Postępując w opisany sposób jeszcze dwa razy, otrzyma się osad zawierający 50% hafnu w stosunku do cyrkonu, a przy dłuższem powtarzaniu tej metody, można otrzymać osad wykazujący bardzo wysoką zawartość hafnu.

Zamiast strącania osadu zapomocą kwasu solnego, można stosować jeszcze inne do tego celu prowadzące środki, np. alkohol. W wielu wypadkach można także wytrącać osad przez ogrzanie.

Podczas gdy w dotychczas opisanych przykładach osiągało się rozdział zapomocą frakcjonowanego strącania osadu, w poniżej przytoczonym przykładzie oddzielenie polega na metodzie frakcjonowanej ekstrakcji.

100 cm³ zawiesiny mieszaniny fosforanów hafnu i cyrkonu, zawierającej 4% hafnu, rozpuszcza się częściowo przy użyciu 50 cm³ kwasu fosforowego o ciężarze właściwym 1,75. Jeżeli po przesączeniu wytrąci się z tego roztworu wodorotlenek przez dodanie zasady, to okaże się on praktycznie wolnym od hafnu. Jeżeli pozostałą zawiesinę potraktować po raz wtóry kwasem fosforowym, wtedy okaże się, że otrzymany roztwór również jest ubogi w hafn, i że pozostała zawiesina zawiera znacznie więcej, aniżeli 4% hafnu w stosunku do cyrkonu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób rozpuszczania mieszaniny fosforanów hafnu i cyrkonu, znamienny tem, że wprowadza się wymienione sole hafnu i cyrkonu do ośrodka, zawierającego wolny kwas szczawowy, stężony kwas siarkowy lub kwas fosforowy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że z roztworu wytrąca się przy pomocy zasady lub ciała o odczynie zasadowym dość wysokiej koncentracji jonów wodorotlenowych mieszaninę tlenków hafnu i cyrkonu.

3. Sposób oddzielania związków hafnu od związków cyrkonu, znamienny tem, że jako produktu wyjściowego używa się roztworu otrzymanego według zastrz. 1.

4. Sposób według zastrz. 3, znamienny tem, że oddzielenia dokonywa się przy pomocy frakcjonowanego strącania osadu.

5. Sposób według zastrz. 4, znamienny tem, że osad strąca się kwasem solnym.

N. V. Philips,
Gloeilampenfabrieken.
Zastępca: W. Suchowiak,
rzecznik patentowy.