

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

83447

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 27.01.1973 (P. 160430)

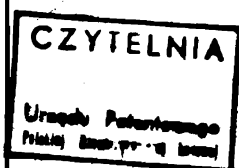
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.02.1974

Opis patentowy opublikowano: 15.06.1976

MKP C22b 13/04
C01g 21/00

Int. Cl.² C22B 13/04
C01G 21/00



Twórcy wynalazku: Stanisław Pasynkiewicz, Marek Bolesławski, Krzysztof Jaworski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Warszawska, Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania metalicznego ołowiu z mieszanin poreakcyjnych po syntezie związków alkilołowiwowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania ołowiu metalicznego z mieszanin poreakcyjnych po syntezie związków alkilołowiwowych, zwłaszcza otrzymywania koncentratów o wysokiej zawartości ołowiu ze szlamów poreakcyjnych, które powstają w wyniku syntezy związków alkilołowiwowych z soli ołowiwowych i związków trójkiloglinowych lub alkilochloroglinowych.

W reakcji soli dwuwartościowego ołowiu ze związkami alkiloglinowymi lub alkilochloroglinowymi, jak trójetylglin, dwumetylochloroglin, dwuetylochloroglin, seskwichlorek etylglinowy lub seskwichlorek metylglinowy, powstaje czteroetylołów lub czterometylołów oraz równomolowa ilość ołowiu metalicznego. Ołów metaliczny wraz z produktami glinoorganicznymi, nieprzereagowanymi solami ołowiu oraz niewielką ilością rozpuszczalnika tworzy masę trudną do usunięcia z reaktora. Dotychczas ołowiu tego nie odzyskiwano.

Celem wynalazku jest znalezienie dogodnego sposobu wydzielania ołowiu metalicznego ze szlamów poreakcyjnych po syntezie związków alkilołowiwowych z soli ołowiwowych i związków alkiloglinowych lub alkilochloroglinowych, który to sposób gwarantowałby całkowity odzysk ołowiu.

Okazało się, że można całkowicie odzyskać metaliczny ołów na drodze hydrolizy wodą lub alkoholem metylowym szlamu poreakcyjnego i co najmniej dwukrotnej sedimentacji otrzymanych osadów.

Sposób według wynalazku polega na tym, że do mieszanin poreakcyjnych, po uprzednim wydzieleniu związków alkilołowiwowych, rozpuszczalników i nieprzereagowanych związków glinoorganicznych, albo też bezpośrednio dodaje się rozpuszczalniki aromatyczne lub alifatyczne, a następnie dodaje się w temperaturze 20–150°C wodę lub alkohol metylowy i po zakończeniu hydrolizy koncentrat metalicznego ołowiu oddziela się na drodze co najmniej dwukrotnej sedimentacji z wodnych roztworów i suszy w temperaturze 20–100°C w ciągu 0,5–6 godzin. Koncentrat ten zawiera powyżej 80% wagowych metalicznego ołowiu, który dalej jest wydzielany w czystej postaci znanymi metodami.

Przedmiot wynalazku jest bliżej wyjaśniony na przykładach wykonania, które jednakże nie ograniczają zakresu jego zastosowania.

Przykład I. Z 70,7 g mieszaniny pozostałej po syntezie czterometylołowiu z 20 g (0,276 mola) trójmetyloglinu, 30,7 g (0,138 mola) tlenku ołowiwowego oraz 20 g ksyleny wydziela się na drodze destylacji

w temperaturze 115°C czterometylołów, a następnie zwiększając temperaturę do 142°C oddestylowuje się nieprzereagowany trójmetyloglin wraz z 10 g ksylenu. Następnie w tej samej temperaturze dodaje się w sposób ciągły wodę przy jednoczesnym mieszaniu. Wydzielające się gazy w trakcie hydrolizy przepuszcza się przez układ chłodniczy, w którym następuje kondensacja pozostałego w mieszaninie ksylenu wraz z parą wodną. Zhydrolizowaną masę poreakcyjną odstawia się na okres 48 godzin w celu sedymtacji ciał stałych, a następnie warstwę wodną zawierającą zhydrolizowane związki glinowe usuwa się, a powstały osad ponownie zalewa wodą, energicznie mieszając w celu wymycia soli glinowych i odstawia do ponownej sedymtacji. Po oddzieleniu warstwy wodnej pozostały osad zalewa się wodą, sedymtuje i oddziela warstwę wodną. Pozostały osad przemywa się 5 g acetonu, a następnie suszy w temperaturze 60°C. Uzyskuje się 16,4 g osadu, w którym znajduje się 87,0% wagowych czystego ołowiu.

Przykład II. Z 64,2 g mieszaniny pozostałej po syntezie czterometylołowiu z 24,2 g (0,108 mola) tlenu ołowianego, 20 g (0,216 mola) dwumetylochlooroglinu oraz 20 g ksylenu wydziela się na drodze destylacji w temperaturze 115°C czterometylołów, a następnie zwiększając temperaturę do 142°C oddestylowuje się nieprzereagowany dwumetylochlooroglin wraz z 10 g ksylenu. W tej samej temperaturze dodaje się w sposób ciągły wodę przy jednoczesnym mieszaniu i postępuje analogicznie jak w przykładzie I. Otrzymuje się 12,5 g osadu, w którym znajduje się 90% wagowych czystego ołowiu.

Przykład III. Do 64,2 g mieszaniny o temperaturze 100°C pozostałej po syntezie czterometylołowiu z 24,2 g (0,108 mola) tlenu ołowianego, 20 g (0,216 mola) dwumetylochlooroglinu oraz 20 g ksylenu dodaje się 100 g ksylenu a następnie dodaje w sposób ciągły wodę do momentu, w którym przestają wydzielać się gazy i postępuje analogicznie jak w przykładzie I. Otrzymuje się 12,6 g osadu, w którym znajduje się 89% wagowych czystego ołowiu.

Przykład IV. Z 60,0 g mieszaniny pozostałej po syntezie czterometylołowiu z 20 g (0,175 mola) trójmetyloglinu, 20 g (0,0875 mola) tlenu ołowianego oraz 20 g ksylenu wydziela się na drodze destylacji pod ciśnieniem $p = 50$ mm Hg w temperaturze 100°C czterometylołów, ksylenu oraz nieprzereagowany trójmetyloglin. Następnie po wyrównaniu ciśnienia do atmosferycznego dodaje się w temperaturze 20°C w sposób ciągły wodę do momentu, w którym przestają wydzielać się gazy i postępuje analogicznie jak w przykładzie I. Uzyskuje się 11,4 g osadu w którym znajduje się 81,5% wagowych ołowiu.

Przykład V. Z 58,5 g mieszaniny pozostałej po syntezie czterometylołowiu z 20 g (0,168 mola) dwumetylochlooroglinu, 18,5 g (0,084 mola) tlenu ołowianego oraz 20 g ksylenu wydziela się na drodze destylacji pod ciśnieniem 40 mm Hg w temperaturze 110°C czterometylołów, ksylenu oraz nieprzereagowany dwumetylochlooroglin. Następnie po wyrównaniu ciśnienia do atmosferycznego dodaje się w temperaturze 20°C w sposób ciągły alkohol metylowy do momentu, w którym przestają wydzielać się gazy i po dodaniu 100 ml wody postępuje analogicznie jak w przykładzie I. Otrzymuje się 10,4 g osadu, w którym znajduje się 83% wagowych ołowiu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania metalicznego ołowiu z mieszanin poreakcyjnych po syntezie związków alkilołowowych, znamienny tym, że do mieszanin poreakcyjnych, po uprzednim wydzieleniu związków alkilołowowych, albo bezpośrednio dodaje się najpierw rozpuszczalniki aromatyczne lub alifatyczne, a potem dodaje się w temperaturze 20-150°C wodę lub alkohol metylowy, i otrzymany osad co najmniej dwukrotnie sedymtuje się oraz suszy w temperaturze 20°-100°C w ciągu 0,5-6 godzin.