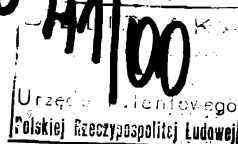


Opublikowano dnia 10 października 1961 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45174

Kl. 40 a, ^{44/100}~~46/30~~

Skarb Państwa*)
(Ministerstwo Obrony Narodowej)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania związków germanu i germanu metalicznego

Patent trwa od dnia 27 marca 1954 r.

Związki germanu i german metaliczny otrzymuje się dotychczas prawie wyłącznie ze szlamów pocynkowych, które zawierają związki germanu w postaci trudnej do wydzielenia.

Znane są również sposoby otrzymywania związków germanu i germanu metalicznego z pyłów i popiołów otrzymywanych przez spalanie różnych rodzajów węgla kamiennego.

W publikacjach na temat germanu, a zwłaszcza w ostatnich pracach japońskich, podano, że związki germanu zawarte w węglu przechodzą w czasie procesu odgazowywania do gazowych produktów suchej destylacji, po wykropieniu których gromadzą się w smołe pogazowej.

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono nieoczekiwanie, że german znajduje się również i w koksie, a po jego zgazowaniu przechodzi do gazu generatorowego w

postaci pary lub pyłu. Z gazu generatorowego po jego spalaniu i po spalaniu resztek koksu znajdujących się w pyłe otrzymuje się trudniej lotne związki germanu, które osadzają się w postaci pyłu w temperaturze poniżej 900°C w kanałach ogniowych, cyrkulacyjnych i regenerujących ciepło.

Sposób otrzymywania związków germanu i germanu metalicznego według wynalazku polega więc na zastosowaniu jako materiału wyjściowego pyłów znajdujących się w gazie generatorowym, powietrznym, wodnym lub mieszanym, albo pyłów znajdujących się w gazach otrzymanych po spalaniu tego gazu generatorowego przy czym pyły te pobiera się z kanałów przelotowych, ogniowych, cyrkulacyjnych lub regenerujących ciepło, z miejsc, których temperatura nie przekracza 900°C.

Wzbogacenie wyżej określonych pyłów w związki germanu można przeprowadzać w różny sposób. W przypadku gdy pyły zawierają niewypalony koks, poddaje się je przed wydobywaniem z nich związków germanu, prażeniu

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są: prof. dr inż. Kornel Weśółowski, dr inż. Andrzej Górski i mgr inż. Andrzej Czaplicki.

w celu wypalenia koksu, w temperaturze nie przekraczającej 900°C. Wypalony pył wzbogaca się następnie, po ewentualnym przeprowadzeniu germanu w odpowiednie związki, np. germanu dwuwartościowego przez sublimację lub sedymentację.

Wydzielenie czystych związków germanu z pyłów niewzbogaconych lub wzbogaconych, można również przeprowadzać różnymi znanymi sposobami. Na ogół korzystnie jest podać pyły przed wydobywaniem z nich związków germanu, stapianiu z solami lub zasadami, posiadającymi właściwość częściowego lub całkowitego przeprowadzania pyłu w stan rozpuszczalny. Można również stosować rozpuszczanie pyłów w roztworach zasad, kwasów lub soli mających właściwość całkowitego lub częściowego rozpuszczania składników pyłu. Czyste związki germanu wydziela się najkorzystniej w znany sposób przez utlenianie Ge^{+2} do Ge^{+4} za pomocą stosowanych powszechnie środków utleniających, destylacji chlorku germanowego wobec kwasu solnego lub kwasu solnego i chloru i wytrącanie z destylatu germanu w postaci siarczku lub tlenku.

Otrzymanie germanu metalicznego z czystych związków germanu odbywa się według znanych sposobów, np. przez redukcję wodorem lub tlenkiem węgla, a rafinacja np. przez przeprowadzenie germanu w jego związki i oczyszczenie tych związków przez: rektyfikację, wymianę jonową lub chromatografię, a następnie przez redukcję otrzymanych związków o wysokiej czystości z powrotem do germanu metalicznego.

Rafinację można też przeprowadzać przez stopienie pod próżnią, lub przez napyłanie katodowe.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania związków germanu i germanu metalicznego z pyłów pochodzących ze spalania węgla, znamienny tym, że jako materiał wyjściowy stosuje się pyły znajdujące się w gazie generatorowym: powietrznym, wodnym lub mieszanym, albo pyły znajdujące się w gazach otrzymanych po spalaniu tego gazu generatorowego, przy czym pyły te pobiera się z kanałów przelotowych, ogniowych, cyrkulacyjnych lub regenerujących ciepło z miejsc, których temperatura nie przekracza 900°C.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że pyły zawierające niewypalony koks, przed wydobywaniem z nich związków germanu, poddaje się prażeniu, w celu wypalenia koksu, w temperaturze nie przekraczającej 900°C.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że wypalony pył poddaje się wzbogaceniu przez sublimację.
4. Sposób według zastrz. 1, 2 i 3, znamienny tym, że pyły przed wydobywaniem z nich w znany sposób związków germanu, poddaje się stapianiu z solami lub zasadami posiadającymi właściwość częściowego lub całkowitego przeprowadzenia składników pyłu w stan rozpuszczalny.

Skarb Państwa

(Ministerstwo Obrony Narodowej)