



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

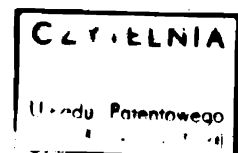
Int. Cl.³ C01G 3/00

Zgłoszono: 80 12 29 (P. 228809)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 07 05

Opis patentowy opublikowano: 1985 07 30



Twórcy wynalazku: Wanda Brzyska, Marta Kołodyńska

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

Sposób otrzymywania soli miedzi (II) wysokiej czystości

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania soli miedzi (II) wysokiej czystości, mający szczególnie zastosowanie do oczyszczania od jonów metali jedno- i dwuwartościowych, a zwłaszcza Mn, Co, Mg, Ca.

Preparaty miedzi o wysokim stopniu czystości otrzymuje się najczęściej na drodze chromatografii jonowymiennej polegającej na przepuszczaniu przez jonity konwencjonalne lub chelatujące roztworów soli miedzi, a następnie wymywaniu przy pomocy czynników kompleksujących zaadsorbowanych jonów lub przez ekstrakcję w układzie ciecz–ciecz.

Opisane metody aczkolwiek odznaczają się wysoką zdolnością rozdzielczą, między innymi dzięki możliwości wielokrotnego powtarzania jednostkowych operacji rozdzielczych w jednej instalacji, to jednak posiadają znaczne niedogodności. Odczynniki stosowane w chromatografii jonowymiennej są zwykle drogie, pracuje się z reguły w roztworach rozcieńczonych, a proces rozdzielania jest czasochłonny.

Znane jest także wydzielanie miedzi (II) z roztworów i oddzielanie od Ni (II) lub Co (II) metodą strącania przy pomocy tioacetamidu jako odczynnika strącania lub kwasu dwuoksymaleinowego. Metoda ta polega na wytrącaniu trudno rozpuszczalnego osadu, przeważnie z użyciem siarczku rtęci jako kolektora, z roztworów kwasu siarkowego lub amoniakalnych. Wydzielony osad soli miedzi rozpuszcza się następnie w mieszaninie kwasu azotowego i solnego.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymywania soli miedzi (II) wysokiej czystości i wydzielania jej z roztworów, polegającego na zastosowaniu takiego odczynnika strącającego, który w sposób prosty i szybki pozwalałby na otrzymywanie soli miedzi wysokiej czystości, a który jednocześnie byłby łatwo regenerowany.

Stwierdzono, że bardzo trudno rozpuszczalne w wodzie sole miedzi (II) można uzyskać przez działanie na roztwory zawierające Cu^{2+} kwasu izoftalowego lub roztworami soli kwasu izoftalowego bądź estrami kwasu izoftalowego. Przy czym jak stwierdzono, reakcja przebiega na zimno lub korzystniej w podwyższonej temperaturze w zakresie pH 4–5,5. Z nierozpuszczalnego w wodzie izoftalanu miedzi po przemyciu i zadaniu kwasem mineralnym uzyskuje się sól tego kwasu i wolny kwas izoftalowy, który po oddzieleniu może być stosowany do następnej operacji. Pozostające natomiast w roztworze izoftalany pierwiastków towarzyszących jak na przykład: Mn(II), Ni(II),

Co(II), Mg, Ca tworzą sole łatwo rozpuszczalne w wodzie, z których po zakwaszeniu odzyskuje się trudno rozpuszczalny w wodzie kwas izofofalanowy.

Sposobem według wynalazku uzyskuje się izofofalan miedzi $\text{CuC}_8\text{H}_4\text{O}_{11} \cdot \text{H}_2\text{O}$, który nie rozpuszcza się w nadmiarze odczynnika strącającego. Opisanym sposobem można wydzielić około 96–98% miedzi (II) z roztworów zawierających kationy, zwłaszcza Mn(II), Co(II), Ni(II), Mg, Ca oraz aniony, których kwasy tworzy z miedzią (II) sole łatwiej rozpuszczalne niż izofofalan. Przez powtórzenie procesu strącania, zawartość zanieczyszczeń można obniżyć jeszcze dwukrotnie.

Przykład I. Do 100 cm^3 roztworu CuCl_2 zawierającego 0,63 g Cu^{2+} wprowadzono 10 cm^3 roztworu CoCl_2 zawierającego 0,147 g Co^{2+} i rozcieńczono do 250 cm^3 . Roztwór ogrzano prawie do wrzenia i wprowadzono 160 cm^3 0,1 M roztworu izofofalanu amonowego o pH 5. Wydzielony osad ogrzewano w roztworze macierzystym przez 0,5 godziny, następnie odsączono, przemyto wodą do zaniku jonów Cl^- i zadano 20 cm^3 2N roztworu HCl i 100 cm^3 wody. Uzyskaną zawiesinę ogrzewano 5 minut, następnie roztwór CuCl_2 odsączono, do wydzielonego kwasu izofofalanowego. W uzyskanym roztworze CuCl_2 oznaczono zawartość Co^{2+} metodą spektrograficzną. Zawartość Co^{2+} w roztworze:

przed oczyszczeniem	22,8%
po oczyszczeniu	< 0,1%

Wydzielono w ten sposób 98% Cu^{2+} wprowadzonej do roztworu.

Przykład II. Do 200 cm^3 roztworu CuCl_2 zawierającego 1,26 g Cu^{2+} wprowadzono 10 cm^3 roztworu CoCl_2 zawierającego 0,144 g Co^{2+} i rozcieńczono do 400 cm^3 . Roztwór ogrzano prawie do wrzenia i wprowadzono 350 cm^3 0,1 M roztworu izofofalanu amonowego o pH 5. Wydzielony osad ogrzewano w roztworze macierzystym przez 0,5 godziny, odsączono, przemyto wodą do zaniku jonów Cl^- i zadano 40 cm^3 2N roztworem HCl i 100 cm^3 wody. Uzyskaną zawiesinę ogrzewano 5 minut, następnie roztwór CuCl_2 odsączono do wydzielonego kwasu izofofalanowego. W uzyskanym roztworze CuCl_2 oznaczono zawartość Co^{2+} spektrograficznie. Zawartość Co^{2+} w roztworze:

przed oczyszczeniem	11,4%
po oczyszczeniu	< 0,01%

Przykład III. Do 500 cm^3 roztworu CuCl_2 zawierającego 5 g Cu^{2+} wprowadzono 25 cm^3 roztworu NiCl_2 zawierającego 0,22 g Ni^{2+} i rozcieńczono do 1000 cm^3 . Roztwór ogrzano prawie do wrzenia i wprowadzono 800 cm^3 0,2 M gorącego roztworu izofofalanu amonowego o pH 5. Wydzielony osad ogrzewano w roztworze macierzystym 0,5 godziny, następnie odsączono, przemyto wodą do zaniku jonów Cl^- i zadano 50 cm^3 2N roztworu HCl i 200 cm^3 wody. Uzyskaną zawiesinę ogrzewano 5 minut, następnie roztwór CuCl_2 odsączono od wydzielonego kwasu izofofalanowego. W uzyskanym roztworze CuCl_2 oznaczono zawartość Ni^{2+} spektrograficznie. Zawartość Ni^{2+} :

przed oczyszczeniem	4,4 %
po oczyszczeniu	< 0,01%

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania soli miedzi (II) wysokiej czystości przez wydzielanie miedzi (II) z roztworów zawierających zwłaszcza jony Mn^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Mg, Co na drodze wytrącania trudno rozpuszczalnych soli miedzi i następnie przeprowadzanie tych soli w związki rozpuszczalne, **znamienny tym**, że na roztwory zawierające sole miedzi działa się roztworem kwasu izofofalanowego, jego solami lub estrami w granicach pH 4–5,5, korzystnie w podwyższonej temperaturze, po czym utworzony izofofalan miedzi (II) przemywa się wodą i zadaje odpowiednim kwasem mineralnym, uzyskując roztwór rozpuszczalnej soli miedzi (II) o wysokim stopniu czystości i wolny kwas izofofalanowy, który stosuje się do następnej operacji.