

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

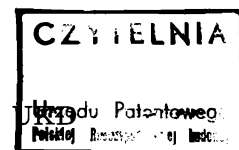
Zgłoszono: 08.IV.1969 (P 132 844)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 31. III. 1973

Kl. 40a,61/00

MKP C22b 61/00



Twórca wynalazku: Marek Goliński

Właściciel patentu: Instytut Badań Jądrowych, Warszawa (Polska)

Sposób oddzielania indu od cyny przez ekstrakcję w układzie  
ciecz — ciecz

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oddzielania indu od cyny na drodze ekstrakcji cyny w układzie ciecz—ciecz za pomocą rozpuszczalnika organicznego. Metoda oczyszczania indu od cyny znajduje zastosowanie dla otrzymywania beznośnikowego promieniotwórczego indu<sup>113m</sup>, przy produkcji indu wysokiej czystości oraz podczas przerobu innych materiałów, składających się z indu i cyny.

Znane są metody oddzielania indu od cyny przez selektywne strącanie cyny lub przez ekstrakcję indu za pomocą eteru dwuetylowego lub kwasów alkilofosforowych.

Metody ekstrakcji indu za pomocą mieszaniny kwasów alkilopirofosforowych lub mono- i dwualkilofosforowych z roztworów kwasu solnego, siarkowego oraz azotowego stosowano między innymi do oddzielania indu od cyny. Przy ekstrakcji z roztworów kwasu solnego, do roztworu wodnego dodawano fluorek amonowy, który kompleksował cynę czterowartościową (IV), hamując jej ekstrakcję.

Podczas ekstrakcji z roztworów kwasu siarkowego, cynę dwuwartościową (II), przechodzącą do ekstraktu wraz z indem wmywano z niego roztworami 14—20 n kwasu siarkowego, a cynę (IV) roztworem fluorku amonowego. Ind reekstrahowano z fazy organicznej 8—9 n kwasem solnym. Inna metoda rozdzielania była oparta na wspólnej ekstrakcji indu i cyny przez kwas dwu(2-etyloheksylo)fosforowy z roztworów kwasu fluorokrzemowego,

2

a rozdzielanie następowało przez wykorzystanie różnic w prędkościach reekstrakcji indu i cyny przez kwas solny.

Wadami wymienionych metod jest niski stopień oczyszczenia indu od cyny, powstawanie emulsji w czasie ekstrakcji szczególnie w obecności cyny (IV) oraz konieczność stosowania roztworów fluorków, co w warunkach technologicznych wymaga użycia specjalnego rodzaju aparatury odpornej na korozję i zabezpieczającej otoczenie przed kontaktem z fluorkami.

Sposób będący przedmiotem wynalazku ma za zadanie otrzymanie indu zawierającego mniej niż 0,01% cyny, przy użyciu takich substancji, które nie stwarzają trudności w doborze materiału na aparaturę (korozja) oraz nie powodują powstawania emulsji utrudniających technologiczne wykorzystanie metody.

Dla osiągnięcia postawionego celu zastosowano ekstrakcję cyny z roztworów rozcieńczonego kwasu solnego przy użyciu roztworów trój-n-butylofosforanu w węglowodorach aromatycznych. Zaletami przedstawionej metody jest stosowanie odczynników nie stwarzających specjalnych trudności aparaturowych (konstrukcyjnych i materiałowych). W czasie ekstrakcji i reekstrakcji nie tworzą się emulsje. Ekstrakcja cyny trój-n-butylofosforanem pozwala otrzymać ind zawierający mniej niż 0,01% cyny z surowców o dowolnym wzajemnym stonunku tych metali.

Stosowanie rozcieńczonych roztworów kwasu solnego i użycie trój-n-butylofosforanu stwarza warunki dla selektywnej ekstrakcji cyny do fazy organicznej; w tych warunkach ind jest tylko nieznacznie (1—5%) ekstrahowany wraz z cyną przez stosowany ekstrahent. Prowadząc ekstrakcję z roztworów 0,5—5 normalnego kwasu solnego otrzymuje się współczynniki rozdzielania cyny od indu w granicach 10—1000, w zależności od stosowanych warunków ekstrakcji.

Powtarzając ekstrakcję cyny trzy do czterokrotnie nowymi porcjami ekstrahenta lub w przeciwnym kierunku osiąga się w roztworze wodnym stężenie cyny w odniesieniu do indu mniejsze od 0,01—0,001%. Następnie ekstrakt organiczny zawierający cynę i nieznaczne ilości indu przemywa się roztworem 0,5—2 n kwasu solnego, co prowadzi do odzysku niemal całego indu, który uległ ekstrakcji razem z cyną. Roztwór wodny z przemywania fazy organicznej zawraca się do cyklu ekstrakcji. Potem cynę reekstrahuje się z ekstraktu roztworem 0,5—1 molarne kwasu szczawowego. Ostatnim etapem jest wydzielenie w znany sposób na drodze elektrolizy indu z roztworu wodnego oczyszczonego od cyny, a cynę z wodnego reekstraktu otrzymuje się jedną ze znanych metod na przykład przez strącanie lub elektrolizę.

Przykład. Ekstrakcję wykonywano przy użyciu 26,6% roztworu trój-n-butylofosforanu w toluenie z roztworów wodnych zawierających 2,37 g/l cyny i 40 g/l indu. Współczynniki ekstrakcji cyny i indu oraz obliczone na ich podstawie współczynniki rozdzielania cyny od indu w funkcji stężenia kwasu solnego, podano w poniższym zestawieniu.

| Stężenie<br>HCl n | Współczyn-<br>nik eks-<br>trakcji Sn | Współczyn-<br>nik eks-<br>trakcji In | Współczyn-<br>nik rozd.<br>Sn : In |
|-------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|
| 1,22              | 6,34                                 | 0,016                                | 409                                |
| 2,22              | 15,59                                | 0,038                                | 414                                |
| 4,22              | 36,94                                | 0,242                                | 153                                |

Ekstrakcję cyny powtórzono dwukrotnie nowymi porcjami ekstrahenta, z tych samych wyjściowych roztworów wodnych. Następnie połączono roztwory wodne i wydzielono z nich ind na drodze elektrolizy. Stężenie cyny w metalicznym indzie było mniejsze od 0,005%. Z fazy organicznej reekstrahowano cynę 0,5 m roztworem kwasu szczawowego, w tych warunkach otrzymano ponad 99,5% wydajność reekstrakcji cyny, którą wydzielono za pomocą elektrolizy.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób oddzielania indu od cyny przez ekstrakcję w układzie ciecz-ciecz, **znamienny tym**, że ekstrakcję cyny prowadzi się z roztworów 0,5—5 n normalnego kwasu solnego za pomocą 1—100% roztworu trój-n-butylofosforanu rozcieńczonego obojętnym rozpuszczalnikiem organicznym, po czym z oczyszczonego od cyny roztworu wodnego ind wydziela się w znany sposób na drodze elektrolizy, zaś ekstrakt zawierający cynę przemywa się 0,5—2 normalnym kwasem solnym, po czym cynę reekstrahuje się 0,5—1 molarnym roztworem kwasu szczawowego, z którego wydziela się cynę w znany sposób przez strącanie lub elektrolizę.