

2

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

68198

Patent dodatkowy
do patentu

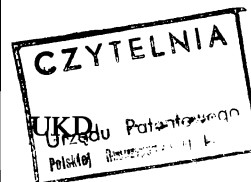
Kl. 40a,17/04

Zgłoszono: 06.XI.1969 (P 136 726)

Pierwszeństwo:

MKP C22b 17/04

Opublikowano: 1.X.1973



Twórca wynalazku: Adolf Kiszka

Właściciel patentu: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania spektralnie czystego kadmu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania spektralnie czystego kadmu.

Dotychczas znane sposoby otrzymywania spektralnie czystego kadmu polegają na destylacji próżniowej i topieniu strefowym. Otrzymanie spektralnie czystego kadmu sposobem destylacji próżniowej polega na ogrzewaniu kadmu w naczyniu grafitowym z nałożoną nasadką pod bardzo wysoką próżnią.

Wadą tego sposobu jest konieczność prowadzenia procesu rafinacji porcjami oraz stosowanie bardzo wysokiej próżni. Sposób topienia strefowego polega na przesuwaniu wzdłuż pręta kadmowego w próżni stopionej strefy do której przechodzą zanieczyszczenia. Wadą tego procesu jest również prowadzenie procesu rafinacji porcjami oraz poddawanie rafinacji materiału już wstępnie oczyszczonego.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu ciągłej rafinacji kadmu hutniczego do czystości — spektralnie czysty zaś zadaniem wynalazku jest opracowanie sposobu ciągłej elektrorafinacji, który zapewni osiągnięcie tego celu.

Cel ten został osiągnięty przez przeprowadzenie elektrorafinacji kadmu hutniczego w stopionym roztworze chlorku kadmu z chlorkiem dwumetyloammoniumowym.

Proces elektrorafinacji sposobem według wynalazku prowadzi się w dwóch etapach. W pierwszym etapie elektrolizę prowadzi się w stopionym elektrolicie sporządzonym z soli tak zwanych czystych. Anodą jest tu płytką z kadmu hutniczego zaś katodą blacha z kadmu czystego. Elektrolizę prowadzi się w temperaturze 120°C

2

przy gęstości katodowej 0.1 Amp. cm⁻². W drugim etapie elektrorafinację prowadzi się w stopionej soli kompleksowej kadmu o składzie $CdCl_2 \cdot 4[(CH_3)_2NH_2 + Cl^-]$, oczyszczonej przez krystalizację z chloroformu. Anodę stanowi tu katoda z pierwszego etapu elektrorafinacji zaś katodą jest blacha z kadmu spektralnie czystego. Spektralnie czysty kadm osadza się na katodzie pod postacią krystalicznych dendrytów, które po wyjęciu ze stopionej soli i opłukaniu w wodzie destylowanej przetwarzają się na wlewki, pręty itp.

Zasadniczą korzyścią techniczną wynikającą ze stosowania sposobu otrzymywania spektralnie czystego kadmu według wynalazku jest poddawanie procesowi elektrorafinacji kadmu hutniczego, a więc nie wstępnie oczyszczonego, ciągły sposób prowadzenia procesu, niska temperatura elektrolizy, prosty i łatwy do oczyszczenia elektrolit oraz 100 procentowa wydajność prądowa.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładzie wykonania.

Przykład. Etap I. Do 360 g czystego bezwodnego chlorku kadmu w ogrzewanym elektrolizerze szklanym o pojemności 1 litra dodaje się 640 g chlorku dwumetyloammoniumowego czystego i ogrzewa elektrycznie do stopienia a następnie podnosi się temperaturę do 120°C. Do stopionej soli wkłada się dwie anody z kadmu hutniczego w postaci płytki o wymiarach 5×25×0,5 cm a pomiędzy nie katodę z kadmu czystego też w postaci płytki o wymiarach 5×25×0,1 cm. Elektrorafinację

prowadzi się w temperaturze 120°C przy katodowej gęstości prądowej równej 0,1 Amp·cm⁻². Po 5 godzinach wyjmuje się katodę, płucze wraz z narośniętymi dendrytami, kadmowymi w wodzie destylowanej i suszy.

Etap II. Mieszaninę 360 g czystego bezwodnego chlorku kadmowego i 700 g czystego chlorku dwumetyloammonowego topi się w kolbie w temperaturze 85°C i po całkowitym wymieszaniu wlewa na gorąco do 500 g chloroformu. Po ostudzeniu krystalizuje z roztworu biały krystaliczny osad soli kompleksowej o wzorze CdCl₂·4[(CH₃)₂NH₂+Cl-], który filtruje się i suszy w suszarce próżniowej w temperaturze 55°C. Suchą sól kompleksową poddaje się topieniu w analogicznym elektrolizerze szklanym i ogrzewa do 120°C. Proces elektorafinacji prowadzi się tu pomiędzy dwoma anodami kadmowymi, którymi są katody z narośniętymi

dendrytami z pierwszego etapu elektorafinacji oraz katodą w postaci blachy z kadmu spektralnie czystego.

Elektrolizę prowadzi się w temperaturze 120°C przy katodowej gęstości prądowej 0,1 Amp·cm⁻². Po 5 godzinach wyjmuje się katodę, płucze wraz z narośniętą warstwą dendrytów w wodzie destylowanej i suszy. Osad dendrytów z powierzchni katody zdziera się za pomocą szpachelki porcelanowej i przechowuje w słoiku szklanym do przetopienia.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania spektralnie czystego kadmu, **znamienny tym**, że proces elektorafinacji kadmu hutniczego prowadzi się w stopionym roztworze chlorku kadmu z chlorkiem dwumetyloammonowym.