

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

55807

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono 31.III.1967 (P 119 776)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.IX.1968

Kl. 12 i, 7/14

MKP C 01 b

7/14

UKD

Współtwórcy wynalazku: Leon Rzepka, mgr Aleksander Szczodry, mgr
inż. Elżbieta OczkowskaWłaściciel patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie
Odczynniki Chemiczne”, Gliwice (Polska)

Sposób otrzymywania jodu o wysokiej czystości

1

Jod jako substancja chemicznie aktywna zawiera zazwyczaj liczne zanieczyszczenia, które nie dają się całkowicie usunąć na drodze destylacji lub sublimacji. W licznych przypadkach wymagane jest stosowanie jodu o wysokiej czystości. Dla potrzeb farmaceutycznych wymagane jest, aby ilość nielotnych zanieczyszczeń nie przekraczała 0,05%, podczas gdy dla potrzeb klasycznej analizy chemicznej zawartość tych zanieczyszczeń nie powinna być większa niż 0,03—0,01%. Mimo, że jod „czysty do analizy” charakteryzuje się stosunkowo wysokim stopniem czystości, okazał się on nieprzydatny dla licznych celów nowoczesnej techniki, np. w dziedzinie półprzewodników, analizy, zwłaszcza analizy spektralnej itp.

Znane są liczne sposoby wytwarzania jodu o wysokiej czystości, w których fizyczny proces oczyszczania przez destylację lub sublimację jest uzupełniany działaniem odpowiednich substancji chemicznych jak np. jodku potasu, siarczanu żelazawego, kwasu siarkowego, kwasu fosforowego, kwaśnych siarczanów, kwaśnych fosforanów, tlenku wapnia, utleniaczy. Sposoby te prowadzą jednak jedynie do otrzymania produktu, odpowiadającego wymaganiom farmaceutycznym lub wymaganiom klasycznej analizy chemicznej. Otrzymany tymi sposobami jod zawiera na ogół jeszcze około 10⁻³% żelaza, 10⁻⁴% manganu, 10⁻⁴% magnezu, 10⁻⁵% ołowiu, 10⁻⁵% niklu, 10⁻⁵% tytanu,

2

10⁻⁴% glinu, 10⁻⁴% wapnia, 10⁻⁵% miedzi, 10⁻⁵% kobaltu oraz inne zanieczyszczenia.

W celu otrzymania jodu o wyższym stopniu czystości poddaje się go sublimacji, przy czym pary jodu przepuszcza się przez szereg kolejnych filtrów wypełnionych różnymi adsorbentami i odczynnikami, takimi jak np. kwas cytrynowy lub dwuetylodwutiokarbaminian sodowy. Znany jest ponadto sposób sublimacji jodu, pokrytego warstwą materiału porowatego. Proces prowadzi się w temperaturze 95—98°C przy ciśnieniu 5—6 mm Hg. W ten sposób otrzymuje się jod o zawartości około 10⁻⁵% glinu, 2 · 10⁻³% żelaza, 10⁻⁵% wapnia, 2 · 10⁻⁵% magnezu, 0,1 · 10⁻⁵% manganu, 0,2 · 10⁻⁵% miedzi 10⁻⁵% niklu, 10⁻⁵% ołowiu, 0,5 · 10⁻⁵% srebra, 0,1 · 10⁻⁵% tytanu, 10⁻⁵% chromu. Sposób ten opiera się głównie na kondensacji kapilarnej zanieczyszczeń w materiale porowatym.

Sposób według wynalazku pozwala na otrzymywanie jodu o jeszcze wyższej czystości, przez zastosowanie odpowiedniej substancji porowatej aktywnej chemicznie w stosunku do zanieczyszczeń. Według wynalazku jod miesza się przed sublimacją z proszkiem grafitowym otrzymanym przez rozdrobnienie elektrod grafitowych spektralnie czystych wyprażonych w temperaturze 2500°C, w czasie 40—50 sekund przy dostępie powietrza. Grafit taki posiada liczne drobne pory do których przechodzą zanieczyszczenia na znanej zasadzie kondensacji kapilarnej. Niezależnie od powyższego

grafit wiąże się chemicznie z zanieczyszczeniami metalicznymi na trudnołotne węgliki. Tak uzyskany proszek grafitowy miesza się z jodem korzystnie w stosunku wagowym 1 część grafitu z 2 częściami jodu i poddaje sublimacji w sublimatorze w temperaturze 95—100°C. Jod pozostały w osadzie sublimatora można odzyskać znanymi sposobami np. przez wyprażenie pozostałości lub przez redukcję do rozpuszczalnego jodku metalicznego i wyługowanie.

Przykład. 100 g jodku, o zawartości $7,2 \cdot 10^{-3}\%$ żelaza, $2,5 \cdot 10^{-4}\%$ manganu, $6,8 \cdot 10^{-4}\%$ magnezu, $3,6 \cdot 10^{-6}\%$ ołowiu, $6,4 \cdot 10^{-5}\%$ niklu, $1,8 \cdot 10^{-5}\%$ tytanu, $4,8 \cdot 10^{-4}\%$ glinu, $8,6 \cdot 10^{-6}\%$ wapnia, $1,4 \cdot 10^{-5}\%$ miedzi i $3,3 \cdot 10^{-3}\%$ kobaltu miesza się z 50 g proszku grafitowego otrzymanego przez rozdrobnienie spektralnie czystych elektrod grafitowych wyprażonych w temperaturze 2500°C w czasie 50 sekund przy dostępie powietrza. Mieszaninę rozciera się w moździerzu

agatowym do uzyskania ziaren o średnicy mniejszej od 0,2 mm, umieszcza w sublimatorze laboratoryjnym i sublimuje w temperaturze 95°C.

Otrzymuje się 80 g jodu o zawartości poniżej $1,9 \cdot 10^{-6}\%$ żelaza, $10^{-6}\%$ manganu, $3,6 \cdot 10^{-6}\%$ magnezu, $10^{-6}\%$ ołowiu, $10^{-6}\%$ niklu, $10^{-6}\%$ tytanu, $1,5 \cdot 10^{-6}\%$ glinu, $2 \cdot 10^{-5}\%$ wapnia, $10^{-6}\%$ miedzi, $10^{-6}\%$ srebra i $10^{-6}\%$ chromu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania jodu o wysokiej czystości przez zmieszanie zanieczyszczonego jodu z substancją o strukturze porowatej i następną sublimację, **znamienny tym**, że jod miesza się z proszkiem grafitowym, otrzymanym przez ogrzewanie spektralnie czystych elektrod grafitowych w temperaturze około 2500°C z dostępem powietrza, korzystnie w stosunku wagowym 2:1, po czym podaje sublimacji.