

URZĄD PATENTOWY



C. D. 19; 27/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 4077.

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken
(Eindhoven, Niderlandy).Kl. ~~12 m 9.~~

12 m 27/00

Sposób rozłączania cyrkonu i hafnu.

Zgłoszono 31 grudnia 1923 r.

Udzielono 29 stycznia 1926 r.

Pierwszeństwo: 26 kwietnia 1923 r. (Niderlandy).

Wynalazek dotyczy rozłączania cyrkonu i pierwiastka, którego liczba atomowa wynosi 72, t. j. hafnu, które znajdują się często wspólnie w kruszczach i mają właściwości chemiczne do siebie bardzo podobne.

Podług wynalazku rozłączenie tych pierwiastków uskutecznia się w ten sposób, że jako produktu wyjściowego używa się roztworu fluorków podwójnych hafnu i cyrkonu lub kwasów odpowiednich.

Pod fluorkami podwójnymi rozumie się związki o wzorach $nXFlZrFl_4$ i $nXFlHfFl_4$, np. X_2ZrFl_6 i X_2HfFl_6 , w których X oznacza metal, jak potas, a Hf hafn. Pod kwasami odpowiednimi rozumie się kwasy H_2ZrFl_6 i H_2HfFl_6 . Oddzielenie z roztworu fluorków podwójnych lub kwasów odpowiednich może nastąpić podług wynalazku przez krystalizację frakcjonowaną w obec-

ności kwasu fluorowodorowego i szczególnie też w obecności nadwyżki kationu, przy-
czem tę ostatnią osiąga się przez dodatek odpowiedniej ilości soli rozpuszczalnej, w której metal X jest tym samym, jak w fluorkach podwójnych hafnu i cyrkonu.

Dobre wyniki osiąga się, stosując jako produkt wyjściowy roztwór podwójnych fluorków alkalicznych, np. roztwór fluorków podwójnych potasowych. Zaleca się przed poddaniem krystalizacji frakcjonowanej, usunąć z roztworu fluorków podwójnych wszystkie w nim obecne inne metale.

Do wytwarzania roztworu fluorków podwójnych lub odpowiednich kwasów z minerałów cyrkonowych, zawierających hafn, można użyć rozmaitych sposobów.

Do minerałów, np. do tlenku cyrkonu, który można nabyć w handlu, można do-

5
mieszać odpowiednią ilość dwufluorku potasowego $KFl-HFl$ i potem mieszaninę obydwóch ciał stopić. Osiąga się w ten sposób fluorki podwójne potasowe hafnu i cyrkonu K_2ZrFl_6 i K_2HfFl_6 .

Inny sposób polega na tem, że rozpuszcza się w pierw minerał w kwasie fluorowodorowym i następnie dodaje potrzebną ilość dwufluorku potasowego.

Podług sposobu trzeciego może ciało, jako produkt wyjściowy, być stopione z odpowiednim środkiem i związki mogą wtedy po dodaniu fluorku, dwufluorku lub kwasu fluorowodorowego być przemienione na pożądate fluorki podwójne lub kwasy.

Poniżej podaje się przykład zastosowania sposobu podług wynalazku.

Minerał, np. alwit, stapia się z ilością potrójną dwufluorku potasowego, tak że tworzą się fluorki podwójne potasowe hafnu i cyrkonu. Związek uzyskany w ten sposób rozpuszcza się we wrzącym roztworze 10% kwasu fluorowodorowego i 5% fluorku potasowego. W ten sposób rozpuszcza się tylko związki cyrkonu i hafnu i może obecnych tytanu, niobu, tantalu, żelaza, glinu i t. p. metali; inne zanieczyszczenia natomiast pozostają. Rozczyn uzyskany cedi się i chłodzi, przez co wykryszalizowuje główna ilość.

Ponieważ fluorek podwójny hafnu jest łatwiej rozpuszczalny, niż fluorek podwójny cyrkonu, masa krystalizowana zawiera znacznie mniejszą ilość hafnu, niż pierwotny roztwór. Ług macierzysty natomiast zawiera znacznie większą ilość hafnu, niż roztwór pierwotny, i cyrkon można zupełnie usunąć przez powtórna krystalizację w sposób podobny, tak że praktycznie pozostaje tylko fluorek podwójny hafnu.

Domieszki tytanu, niobu, tantalu i tym podobnych pierwiastków można usunąć w jakikolwiek znany sposób z roztworu uzyskanego, tak że ostatecznie pozostaje istotnie czysty roztwór fluorku potasowego hafnu. Najkorzystniej uskutecznić jest to usunięcie, nim się przechodzi do krystalizacji.

Rozczyn wspomniany wyparowuje się

do suchości, poczem można przeprowadzić fluorek podwójny hafnu w jakikolwiek inny związek hafnu i w metal, np. w sposób stosowany przy cyrkonie.

Hafn można w podobny sposób zupełnie usunąć z masy krystalicznej, rozpuszczając kryształy uzyskane w świeżym roztworze kwasu fluorowodorowego i doprowadzając ten znów do krystalizacji i t. d. Jest dlatego możliwe wytwarzanie istotnie czystego cyrkonu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób rozłączania cyrkonu i hafnu, znamienny tem, że się używa, jako produktu wyjściowego roztworu fluorków podwójnych hafnu i cyrkonu lub z odpowiednich kwasów.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że się używa, jako produktu wyjściowego roztworu podwójnych fluorków alkalicznych.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamienny tem, że kruszce cyrkonowe, zawierające hafn, stapia się z łatwo topliwym materiałem i jednocześnie razem lub potem z dodatkiem odpowiednich związków tworzy się pożądate fluorki podwójne hafnu i cyrkonu.

4. Sposób według zastrz. 1, 2 lub 3, znamienny tem, że rozłączanie uskutecznia się przez krystalizację frakcjonowaną w obecności kwasu fluorowodorowego.

5. Sposób według zastrz. 4, znamienny tem, że poza kwasem fluorowodorowym dodaje się również nadwyzkę kationu.

6. Sposób według zastrz. 4, znamienny tem, że kruszec cyrkonowy, zawierający hafn, stapia się z dwufluorkiem potasowym, rozpuszcza się stop i potem poddaje krystalizacji, przyczem usuwa się ewentualnie obecne domieszki najkorzystniej przed krystalizacją.

N. V. Philips'
Gloeilampenfabrieken.
Zastępca: M. Zoch,
rzecznik patentowy.