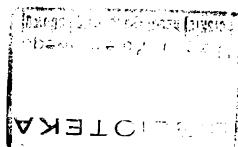


15 lutego 1929 r.

URZĄD PATENTOWY



COlg 21/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 9790.

Kl. 12 ~~n r.~~

12 n, 21/00

Stanley Cochran Smith
(Londyn, Wielka Brytania).

Sposób otrzymywania soli ołowiowych.

Zgłoszono 1 lutego 1928 r.
Udzielono 24 grudnia 1928 r.

Do otrzymania soli ołowiu z kwasami arsenu, antymonu, chromu, tungstenu, molibdenu lub uranu do reakcji z łatwo rozpuszczalnymi solami wymienionych kwasów stosowano rozpuszczalne sole ołowiu, wytwarzane pośrednio lub bezpośrednio z ołowiu metalicznego.

Przy pewnych procesach hydrometalurgicznych ołów otrzymuje się w postaci chlorku ołowiu i stwierdzono już oddawna, że skuteczna przemiana tego związku na rozmaite nierozpuszczalne i technicznie wartościowe sole ołowiu jest bardzo pożądana.

Ze względu na powolną i słabą rozpuszczalność chlorku ołowiu w wodzie, wodne roztwory tej soli okazały się nieodpowiednie, jako namiastki soli łatwiej roz-

puszczalnych, jak octan, a to z powodu dużych objętości cieczy, jakieby w tym przypadku należało przerabiać. Jako odpowiedni do reakcji roztwór ołowiu zalecano roztwór chlorku ołowiu w roztworze chlorku alkaliów, lecz chociaż roztwór taki zawiera więcej chlorku ołowiu, niż roztwór w czystej wodzie, jednakże jeszcze niezbędna jest duża ilość cieczy, obecność zaś chlorku alkaliów wytwarza zmętnienie. Przy otrzymywaniu chromianu ołowiu stosowano również chlorek ołowiu w postaci stałej podwójnej soli chlorku ołowiu z chlorkiem wapniowca, najlepiej w zawieszynie wodnej, chociaż obecność chlorku wapniowca jest niepożądana. Próby technicznego otrzymywania czystych produktów z zawiesziny chlorku ołowiu w wodnych

roztworach rozpuszczalnych soli kwasów arsenu, chromu i tym podobnych nie powiodły się, prawdopodobnie skutkiem pokrywania się kryształów chlorku ołowiu produktem nierozpuszczalnym.

Według niniejszego wynalazku można z powodzeniem stosować chlorek ołowiu jako materiał wyjściowy do otrzymywania tych soli bez dodawania chlorków alkaliów lub chlorków wapniowców podczas reakcji, zaś tę ostatnią można przeprowadzić w objętości cieczy, dającej się porównać z objętością, wymaganą przy reakcji łatwo rozpuszczalnej soli ołowiu, jak octanu, przyczem otrzymuje się produkty zupełnie wolne od chlorku. Sposób ten polega na tem, że podczas reakcji chlorek ołowiu, otrzymany przez strącenie wodą z roztworu chlorku ołowiu w chlorku alkaliów lub w kwasie solnym, utrzymuje się w postaci zawiesiny w wodnym roztworze soli jednego z wymienionych kwasów lub w wodnym roztworze wolnego odpowiedniego kwasu. Analiza wykazała, że użyty produkt, otrzymany w ten sposób, jest czystym chlorkiem ołowiu, nie zaś podwójną solą chlorku alkaliów z chlorkiem ołowiu.

W patencie polskim Nr 4871 wynalazca zwrócił uwagę, że ta szczególna postać chlorku ołowiu jest bardzo czynna i w dalszym ciągu opisu będzie o niej mowa jako o czynnym chlorku ołowiu. Najlepiej do otrzymania go nasycać wrzącą wodę chlorkiem sodowym i chlorkiem ołowiu, dodając następnie taką samą ilość zimnej wody. Po usunięciu z cieczy chlorku ołowiu i spłókanii zeń kąpieli, zawierającej ług macierzysty, otrzymuje się produkt czysty, który można zastosować jako zawiesinę w wodzie zamiast roztworu rozpuszczalnej soli ołowiu, jak np. octanu, do otrzymywania wymienionych nierozpuszczalnych związków ołowiu.

Czynny chlorek ołowiu można suszyć bez szkody dla jego aktywności, lecz z powodzeniem można go stosować na wilgotno

świeżo po strąceniu. Zgodnie z wynalazkiem utrzymuje się go jako zawiesinę w wodnym roztworze rozpuszczalnej soli wymienionych kwasów, zwykle soli sodowej, przeważnie w temperaturze wrzenia roztworu pod chłodnicą zwrotną w aparacie z mieszadłem.

Wynalazek daje łatwy sposób otrzymywania soli ołowiu z kwasami: chromu, arsenu, antymonu, tungstenu, molibdenu lub uranu bezpośrednio z rud ołowianych, jeśli te ostatnie dają się łatwo przerabiać na chlorek ołowiu.

Następujące przykłady służą do wyjaśnienia wynalazku.

Przykład I. Chromian ołowiu. Do wrzącej wody w aparacie, zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną, dodano chlorku sodowego i chlorku ołowiu aż do nasycenia cieczy w temperaturze wrzenia obydwoma solami. Przezroczysty nasycony płyn wprowadzono, przy stałym mieszaniu, do takiej samej objętości zimnej wody, gdzie się strąciło 16,33 g chlorku ołowiu na 100 cm³ gorącego nasyconego roztworu; po przemyciu zimną wodą ten chlorek ołowiu stanowił 85,5% ilości chlorku wprowadzonego do roztworu. 50 części wagowych tak otrzymanego chlorku ołowiu zawieszono w 100 częściach wody i zawiesinę gotowano pod chłodnicą zwrotną. Rozpuszczono 42,1 części chromianu sodowego $Na_2CrO_4 \cdot 4H_2O$ w 100 częściach wody i roztwór dodano stopniowo w ciągu 30 minut do wrzącej zawiesiny. Produkt odsączono i przemyto wodą.

Ciecz zawierała mniej niż 1% chromianu sodowego, zaś chromian ołowiu tylko—0,21% chloru, co odpowiada przemianie w ilości 99,08%.

Doświadczenie wykonane w tych samych warunkach z nieaktywowanym chlorkiem ołowiu dało przemianę zaledwie 24% w ciągu 4 godzin, przyczem przemiana w ciągu dalszych godzin nie posunęła się znacznie naprzód.

Przykład II. Arsenian ołowiu. 50 części wagowych chlorku ołowiu, otrzymanego według przykładu I, zawieszono w 100 częściach wody i zawiesinę zagotowano pod chłodnicą zwrotną.

64,25 części arsenianu sodowego $Na_2HAsO_4 \cdot 12H_2O$ rozpuszczono w 100 częściach wody i roztwór zobojętniono kwasem solnym. Obojętny roztwór dodano do wrzącej zawiesiny w 20 porcjach w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny. Produkt odsączony i przemyty wodą był arsenianem ołowiu i zawierał tylko 1,5% chloru.

Przykład III. Tungstenian ołowiu. 42,12 części chlorku ołowiu, otrzymanego według przykładu I, zawieszono w 100 częściach wody i zawiesinę gotowano pod chłodnicą zwrotną. 50 części tungstenianu sodowego $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ rozpuszczono w 100 częściach wody, dodano roztwór do zawiesiny chlorku ołowiu i całość gotowano w ciągu godziny. Następnie produkt odsączono i przemyto wodą; stwierdzono, że jest to tungstenian ołowiu, zawierający zaledwie 1,6% chlorku.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób otrzymywania soli ołowiowych z kwasami arsenu, antymonu, chromu, tungstenu, molibdenu lub uranu, znamienny tem, że aktywny chlorek ołowiu wprowadza się w reakcję z wodnym roztworem soli odpowiedniego kwasu lub z roztworem samego kwasu.

2. Sposób otrzymywania istotnie czystych soli ołowiowych z kwasami arsenu, antymonu, chromu, tungstenu, molibdenu lub uranu, znamienny tem, że stały czynny chlorek ołowiu utrzymuje się w postaci zawiesiny w gorącym lub wrzącym roztworze wodnym soli odpowiedniego kwasu.

3. Sposób otrzymywania istotnie czystych soli ołowiowych z kwasami arsenu, antymonu, chromu, tungstenu, molibdenu lub uranu z chlorkiem ołowiu, znamienny tem, że chlorek ołowiu przekształca się na czynny chlorek ołowiu, a ten utrzymuje się w postaci zawiesiny w gorącym lub wrzącym roztworze wodnym soli odpowiedniego kwasu.

4. Sposób otrzymywania istotnie czystych soli ołowiowych z kwasami arsenu, antymonu, chromu, tungstenu, molibdenu albo uranu z chlorku ołowiu, znamienny tem, że wrzącą wodę nasyca się chlorkiem ołowiu i chlorkiem sodowym, gorący roztwór wlewa się do równej w przybliżeniu objętości wody zimnej, odsącza się lub w inny sposób oddziela od cieczy strącony chlorek ołowiu, przemywa się go wodą, a następnie utrzymuje się ten chlorek ołowiu w postaci zawiesiny w gorącym lub wrzącym roztworze wodnym soli odpowiedniego kwasu.

Stanley Cochran Smith.
Zastępca: M. Brokman,
rzecznik patentowy.