



Patent dodatkowy
do patentu 56632

Zgłoszono: 09.VI.1965 (P 109 469)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.I.1969

Kl. 12 n, 17/00

12 n, 17/00 4

MKP C 01 g, 17/00

UKD 661.28 :
: 546.289

Twórca wynalazku
i
właściciel patentu: Roman Kaliński, Kraków (Polska)

Sposób oczyszczania związków germanu zanieczyszczonych
związkami arsenu

1

Przedmiotem patentu głównego nr 56632 jest sposób oczyszczania związków germanu zanieczyszczonych związkami arsenu. Sposób ten polega na tym, że związki germanu przeprowadza się w roztwór zawierający Ge^{IV} i As^{III} , przez roztworzenie związków germanu zanieczyszczonych związkami arsenu i następną redukcję As^{V} do As^{III} . Uzyskany roztwór traktuje się kwasem huminowym rozpuszczonym w NaOH w celu związania germanu w kompleks chelatowy. Kompleksowanie następuje w warunkach utrzymania pH roztworu na poziomie 6,6—7,3.

Z roztworu po dodaniu związku huminowego wydziela się arsen znanymi sposobami, po czym rozkłada się kompleks chelatowy, przy czym wytrąca się osad kwasu huminowego, a z roztworu, po oddzieleniu tego kwasu wydziela się czysty związek germanu.

Sposób według opisu patentowego nr 56632 umożliwia oddzielenie germanu od arsenu za pomocą kwasów huminowych, przy stosowaniu których, kompleksowanie zachodzi przy utrzymaniu pH na poziomie 6,6—7,3. Wadą tego sposobu jest zbyt wąski zakres wartości pH , w którym można prowadzić kompleksowanie, co utrudnia zastosowanie tego sposobu w przemyśle.

Stwierdzono, że wadę tę można wyeliminować, jeżeli kompleksowanie germanu przeprowadzi się za pomocą pochodnych kwasów huminowych, otrzymanych z węgla brunatnych, torfu lub czystego

2

kwasu huminowego przez ich depolimeryzację na drodze stopniowego i powolnego utleniania i wielokrotną hydrolizę oraz ekstrakcję organicznymi rozpuszczalnikami. Pochodnymi kwasów huminowych stosowanymi w sposobie według wynalazku są kwasy pyrohymatomelanowy, dehydrohuminowy i hymatomelanowy.

Stosując do kompleksowania kwas pyrohymatomelanowy otrzymuje się trwałe kompleksy chelatowe germanu w granicach $\text{pH} = 6,30—7,30$, stosując kwas dehydrohuminowy — w granicach $\text{pH} = 6,56—7,36$, a kwas hymatomelanowy — w granicach 6,10—7,50.

Sposobem według wynalazku związki germanu zanieczyszczone związkami arsenu rozpuszczają się w kwasie siarkowym, ewentualnie w warunkach utleniających, np. w obecności H_2O_2 , następnie związki arsenu^V redukuje się za pomocą ciekłego lub gazowego SO_2 , siarczynu metalu alkalicznego lub amonu, lub kwasu siarkawego, po czym do tak otrzymanego roztworu zawierającego Ge^{IV} i As^{III} dodaje się roztworu kwasu pyrohymatomelanowego, dehydrohuminowego lub hymatomelanowego w takiej ilości aby otrzymać roztwór o zakresie pH odpowiadającym wyżej podanym wartościom. Następnie po wydzieleniu arsenu na drodze elektrolizy w postaci arsenowodoru, pozostały w roztworze german w postaci kompleksu chelatowego z jednym z wymienionych kwasów wolny już od arsenu, zakwasza się kwasem siarkowym do $\text{pH} = 2,5—$

0,5 przy czym wytrąca się użyty do reakcji kwas, a po oddzieleniu tego kwassu wydziela się związek germanu znanymi sposobami na drodze elektrolizy, w postaci germanowodoru. Czysty związek germanu można znanymi sposobami przeprowadzić w czysty metaliczny german.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania związków germanu zanieczyszczonych związkami arsenu, na drodze prze-

5 prowadzania tych związków w roztwór zawierający Ge^{IV} i As^{III} przez ich roztwarzanie w kwasie siarkowym i następną redukcję As^{V} do As^{III} , kompleksowanie germanu za pomocą związku huminowego i oddzielanie z uzyskanego roztworu związków arsenu według patentu nr 56632 **znamienny** 10 **tym**, że do kompleksowania germanu stosuje się pochodne kwasów huminowych, otrzymane na drodze depolimeryzacji kwasów huminowych, a mianowicie kwasy pyrohymatomelanowy, dehydrohyminowy lub hymatomelanowy.