

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

CO19, 25/04

Nr 4398.

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

12 m 25/04

Sposób oddzielania mieszaniny halogenidów cyrkonu i hafnu.

Zgłoszono 2 sierpnia 1924 r.

Udzielono 10 marca 1926 r.

Pierwszeństwo: 15 września 1923 r. (Niderlandy).

Wynalazek odnosi się do sposobu oddzielania mieszaniny związków cyrkonu i hafnu, szczególnie halogenidów cyrkonu i hafnu.

Cyrkon i hafn, względnie ich związki, są pod względem chemicznym bardzo podobne. Wskutek tego nastroczają się pewne trudności w sposobie ich oddzielania.

Oddzielenie mieszaniny dwóch składowych daje się osiągnąć w ogólności w sposób dosyć prosty, jeśli można mieszaninę przy ciśnieniu atmosferycznym doprowadzić do stanu płynnego, a potem poddać mieszaninę frakcjonowanej destylacji.

Dla sztucznego oddzielania jest dalej istotne, żeby krzywe pary i płynu nie miały przebiegu znanadto podobnego. Okazało się,

że nie jest łatwo możliwem przeprowadzać mieszaninę halogenidów cyrkonu i hafnu w stan płynny. Tak np. ma mieszanina chlorku cyrkonu i hafnu właściwość, że przy ciśnieniu atmosferycznym przechodzi w parę, nie stapiając się uprzednio.

Podług wynalazku osiąga się oddzielenie mieszaniny halogenidów cyrkonu i hafnu dzięki temu, że do mieszaniny dodaje się pewną ilość halogenidu lub kilku halogenidów pierwiastków piątej i szóstej grupy układu perjodycznego, a potem następuje oddzielenie mieszaniny tak powstałej za pomocą frakcjonowanej destylacji.

Jak wiadomo, pierwiastkami piątej i szóstej grupy układu perjodycznego są te pierwiastki, których najwyższa liczba war-

tościowa jest 5 względnie 6, jak np. fosfor, arsen, antymon względnie molibden, wolfram.

Można podług wynalazku do mieszaniny chlorków cyrkonu i hafnu dodać pewną ilość pięciochlorku fosforu, poczem osiąga się rozłączanie mieszaniny tak powstałej zapomocą frakcjonowanej destylacji.

Przykład wykonania sposobu bliżej objaśnienia niniejszy wynalazek.

Dwie części mieszaniny chlorku cyrkonu i hafnu miesza się z jedną częścią pięciochlorku fosforu. Mieszanina ta zawiera nadwyżkę pięciochlorku fosforu służącą na to, aby w danym razie przeprowadzić utworzony tlenek cyrkonowy lub oksychlorek (tlenek hafnu lub oksychlorek) znów w chlorek cyrkonowy (chlorek hafnowy).

Przy mniej więcej 200°C stapia się masa, przyczem tworzą się związki pomiędzy PCl_5 względnie POCl_3 z jednej strony, a chlorkami cyrkonu i hafnu z drugiej strony. Przy tej temperaturze przedestylowuje już cokolwiek PCl_5 , POCl_3 i o ile są obecne lotne zanieczyszczenia, jak chlorek tytanowy. Pomiedzy mniej więcej 230° i 360°C przedestylowuje frakcja bogata w hafn, podczas kiedy dopiero przy około 360°C przedestylowuje związek cyrkonu z POCl_3 , a przy mniej więcej 410°C związek z PCl_5 . W pozostałości znajduje się żelazo połączone ze związkami fosforu.

Można teraz frakcję bogatą w cyrkon względnie frakcję bogatą w hafn na nowo

poddąć cząstkowej destylacji i tę dalej prowadzić, aż do osiągnięcia mieszaniny z pożądaną wysoką zawartością cyrkonu, względnie hafnu.

Z utworzonych związków cyrkonu i hafnu tworzy się po dodaniu wody fosforan bardzo trudny do przerobienia. Po dodaniu zasady tworzy się natomiast ze związków cyrkonu i hafnu tlenek cyrkonu względnie hafnu, i materiał ten może służyć jako punkt wyjścia dla innych poświadanych związków cyrkonu względnie hafnu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oddzielania mieszaniny halogenidów cyrkonu i hafnu, znamienny tem, że do mieszaniny dodaje się halogenid lub kilka z halogenidów pierwiastków piątej lub szóstej grupy układu periodycznego i wtedy rozłączenie mieszaniny tak powstałej następuje zapomocą cząstkowej destylacji.

2. Sposób oddzielania mieszaniny chlorku cyrkonowego i hafnowego według zastrz. 1, znamienny tem, że do mieszaniny dodaje się pięciochlorku fosforowego, poczem następuje oddzielenie mieszaniny tak powstałej zapomocą cząstkowej destylacji.

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