



URZĄD
PATENTOWY
RP

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 86 12 31 (P. 263444)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 88 09 15

Opis patentowy opublikowano: 1991 06 28

Int. Cl.⁵ C01G 55/00

CZYTELNIA
OGÓLNA

Twórcy wynalazku: Franciszek Kozera, Jan Dobrowolski, Anna Krakowiak,
Zbigniew Hubicki, Irena Kwiatkowska, Ryszard Pastuszak

Uprawniony z patentu: Politechnika Gdańska,
Gdańsk (Polska)

Sposób otrzymywania uwodnionego chlorku rutenu trójwartościowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania uwodnionego chlorku rutenu trójwartościowego. Uwodniony chlorek rutenu rozpuszczony w wodzie jest podstawowym produktem do licznych syntez związku rutenu trójwartościowego oraz do wytwarzania powłok tlenkowych na elektrodach stosowanych do produkcji chloru metodami elektrolizy chlorku sodu.

Znany i stosowany jako sposób otrzymywania uwodnionego chlorku rutenu trójwartościowego, polegający na rozтворzeniu w kwasie solnym uwodnionych tlenków rutenu, a następnie rozcieńczeniu i filtracji roztworu chlorkowych kompleksów rutenu. Uzyskany roztwór poddaje się filtracji jonowymiennej przez kolumnę wypełnioną silnie kwaśnymi kationami polistyrenosulfonowymi w formie wodorowej. Otrzymany roztwór uwodnionego chlorku rutenu poddaje się zateżaniu do stałej postaci i suszy.

Istotą wynalazku jest sposób otrzymywania uwodnionego chlorku rutenu trójwartościowego, polegający na rozтворzeniu w kwasie solnym uwodnionych tlenków rutenu, rozcieńczeniu i filtracji roztworu chlorkowych kompleksów rutenu, poddaniu uzyskanego roztworu filtracji jonowymiennej przez kolumnę wypełnioną silnie kwaśnymi kationitami polistyrenosulfonowymi w formie wodorowej, a następnie zateżaniu do stałej postaci uwodnionego chlorku rutenu trójwartościowego, który według wynalazku charakteryzuje się tym, że rozтворzanie rutenu w kwasie solnym prowadzi się w temperaturze 80–105°C, w czasie co najmniej 2 godzin i do zawartości kwasu co najmniej 8 M/dcm³ a rutenu 250 g/dcm³. Roztwór chlorkowych kompleksów rozcieńcza się wstępnie, do zawartości rutenu co najmniej 120 g/dcm³, całość filtruje się i rozcieńcza ponownie do takiej objętości żeby stężenie rutenu było nie większe niż 40 g/dcm³, a stężenie wolnego kwasu solnego wynosiło 0,2–0,65 M/dcm³ i bezpośrednio, w czasie nie dłuższym niż 24 godziny roztwór przepuszcza się przez kolumnę z prędkością 0,2–1,0 cm/min.

Układ otrzymany przez rozcieńczenie stężonych roztworów HCl–RuCl₃ jest układem metastabilnym. O ile przed rozcieńczeniem i bezpośrednio po rozcieńczeniu układ zawiera kompleksy anionowe rutenu, które nie ulegają sorpcji na kationicie razem z Fe⁺³ i Na⁺, to po pewnym czasie od

chwili rozcieńczenia część rutenu (III) tworzy kompleksy kationowe ulegające sorpcji i uniemożliwiające oczyszczenie od jonów żelaza i sodu. Okazało się, że dobranie odpowiednich warunków rozcieńczania uwodnionych tlenków rutenu, określonych w zastrzeżeniach, ograniczają znacznie tworzenie się form kationowych kompleksów Ru (III) i zapewniają dostatecznie silną sorpcję jonów sodu i żelaza na kationicie. Z podobnych względów istotna jest szybkość przepływu roztworu przez kolumnę. Zaproponowane, w naszym wynalazku szybkość i czas przepływu zapewniają taki kontakt ze złożem, który ogranicza do minimum tworzenie się nadmiernych ilości kationowych kompleksów Ru(III).

Sposób zaproponowany w wynalazku zapewnia otrzymanie uwodnionego chlorku rutenu trójwartościowego o wysokim stopniu czystości.

Sposób otrzymywania według wynalazku pokazany jest w przykładzie wykonania.

Przykład. 6,124 kg osadu uwodnionego tlenku o zawartości 10,97% RuO₂ oraz 0,27% Na/I/ i 0,37% Fe /III/ roztwarza się w temperaturze 90°C przy użyciu 1,3 dcm³ stężonego (36%) kwasu solnego, a następnie zatęża w temperaturze 100°C, do objętości 1,8 dcm³ przez okres 2 godzin. Roztwór chlorkowych kompleksów zawierający 287,5 g/dcm³ Ru /III/ oraz 11,37 M/dcm³ kwasu solnego, w tym 2,77 M/dcm³ kwasu wolnego i 8,59 M/dcm³ kwasu związanego z rutenem, rozcieńcza się wstępnie dodając wodę do objętości 4 dcm³ i zawartości rutenu 129,4 g/dcm³. Całość filtruje się, rozcieńcza ponownie do zawartości rutenu 25 g/dcm³ i stężenia wolnego kwasu 0,24 M/dcm³, po czym bezpośrednio roztwór poddaje się filtracji jonowymiennej przez kolumnę wypełnioną silnie kwaśnym kationitem polistyreno-sulfonowym, przemytym uprzednio 0,4 M kwasem solnym, o średnicy 100 mm i wysokości złoża 600 mm. Po zakończeniu filtracji przemywa się kolumnę 0,4 M roztworem kwasu solnego łącząc wymyty roztwór z uzyskanym uprzednio wyciekem. Oczyszczone roztwory zatęża się w temperaturze 100–105°C aż do uzyskania lepkiej brunatnej cieczy, a pozostałość wody i kwasu odparowuje się na łaźni wodnej przy częstym mieszaniu aż do pełnego zestalenia. Stały produkt suszy się w suszarce powietrznej w temperaturze 100°C. Otrzymuje się 1,31 kg uwodnionego chlorku rutenu trójwartościowego zawierającego 39–40% Ru, 10⁻³% Na /I/ oraz 10⁻⁴% Fe /III/.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania uwodnionego chlorku rutenu trójwartościowego, polegający na rozтворzeniu w kwasie solnym uwodnionych tlenków rutenu, rozcieńczeniu i filtracji roztworu chlorkowych kompleksów rutenu, po czym poddaniu uzyskanego roztworu filtracji jonowymiennej przez kolumnę wypełnioną silnie kwaśnymi kationitami polistyrenosulfonowymi w formie wodorowej, a następnie zatężeniu do stałej postaci uwodnionego chlorku rutenu trójwartościowego, **znamienny tym**, że roztwarzanie rutenu w kwasie solnym prowadzi się w temperaturze 80–105°C, w czasie co najmniej 2 godzin i do zawartości kwasu co najmniej 8 M/dcm³ i rutenu 250 g/dcm³, po czym roztwór chlorkowych kompleksów rozcieńcza się wstępnie do zawartości rutenu co najmniej 120 g/dcm³, całość filtruje się i rozcieńcza ponownie do takiej objętości żeby stężenie rutenu było nie większe niż 40 g/dcm³, a stężenie wolnego kwasu solnego wynosiło 0,2–0,65 M/dcm³ i bezpośrednio, w czasie nie dłuższym niż 24 godziny roztwór przepuszcza się przez kolumnę z prędkością 0,2–1,0 cm/minutę.