



⑳ Numer zgłoszenia: 285621

⑤ IntCl⁵:
C01G 9/00

㉑ Data zgłoszenia: 13.06.1990

CZYTELNIWA
OGÓLNA

⑤④

Sposób wydzielenia związków cynku z roztworów poreakcyjnych

④③

Zgłoszenie ogłoszono:
16.12.1991 BUP 25/91

⑦③

Uprawniony z patentu:
Politechnika Śląska, Gliwice, PL

④⑤

O udzieleniu patentu ogłoszono:
29.04.1994 WUP 04/94

⑦②

Twórcy wynalazku:
Roman Mazurkiewicz, Gliwice, PL
Andrzej Skibiński, Zabrze, PL

⑤⑦

1. Sposób wydzielenia związków cynku z roztworów poreakcyjnych otrzymanych w różnych procesach chemicznych, **znamienny tym**, że roztwór po wydzieleniu produktu reakcji alkalizuje się amoniakiem, po czym zadaje się kwasem solnym do uzyskania pH 6,5- 8,5 i odsąca strącony związek cynku.

Sposób wydzielenia związków cynku z roztworów poreakcyjnych

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wydzielenia związków cynku z roztworów poreakcyjnych otrzymanych w różnych procesach chemicznych, **znamienny tym**, że roztwór po wydzieleniu produktu reakcji alkalizuje się amoniakiem, po czym zadaje się kwasem solnym do uzyskania pH 6,5- 8,5 i odsącza strącony związek cynku.

2. Sposób wydzielenia związków cynku z roztworów poreakcyjnych otrzymanych w różnych procesach chemicznych, **znamienny tym**, że roztwór przed wydzieleniem produktu reakcji alkalizuje się amoniakiem, po czym po wydzieleniu produktu reakcji zadaje się kwasem solnym do uzyskania pH 6,5-8,5 i odsącza związek cynku.

* * *

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielenia związków cynku z roztworów powstałych w wyniku roztwarzania metalicznego cynku lub użycia soli cynku w różnorodnych procesach chemicznych.

Cynk metaliczny jest stosowany w różnych procesach w technologii chemicznej, np. w reakcjach redukcji nitro związków, nitrozozwiązków, oksymów, wiązania podwójnego węgla, grupy karbonylowej, w reakcjach dehalogenowania i dehydrohalogenowania, w reakcji Reformatskiego i innych. W wielu procesach chemicznych używane są również różne sole cynku, głównie chlorek cynkowy. Uciążliwym produktem ubocznym tych procesów chemicznych są roztwory soli cynku. Odprowadzanie takich roztworów do ścieków bez wydzielenia związków cynku jest niedopuszczalne z punktu widzenia zasad ochrony środowiska. Z drugiej strony, wydzielone związki cynku mogą być cennym surowcem wtórnym, możliwym do przekształcenia w użyteczne związki cynku lub cynk metaliczny. Nie opisano dotąd ogólnej, skutecznej metody wydzielenia związków cynku z takich roztworów.

Sposób wydzielenia związków cynku z roztworów poreakcyjnych według wynalazku polega na tym, że roztwór przed lub po wydzieleniu produktu reakcji alkalizuje się amoniakiem, po czym, po wydzieleniu produktu reakcji, zakwasza się kwasem solnym do pH 6,5-8,5 i odsącza strącony kompleksowy związek cynku. Niewodne roztwory poreakcyjne rozcieńcza się wodą, po czym postępuje w sposób opisany wyżej.

Metoda według wynalazku pozwala wydzielić do 98% ilości cynku zawartego w roztworze reakcyjnym. Strącona kompleksowa sól cynku zawiera, po wysuszeniu 35 - 37% cynku i może być surowcem do produkcji użytecznych związków cynku, bądź też może być przekształcona w procesie hutniczym w cynk metaliczny. Reagenty stosowane w celu strącenia związków cynku (amoniak, kwas solny) są tanie i łatwo dostępne, przy czym alkalizacja mieszaniny reakcyjnej jest w wielu przypadkach niezbędnym elementem procesu wydzielenia produktu reakcji.

Strącony związek cynku ma postać grubokrystalicznego, łatwo sączącego się osadu, a ług po oddzieleniu soli cynku posiada odczyn zbliżony do neutralnego, co jest dodatkową zaletą tej metody.

P r z y k ł a d I. Mieszaninę reakcyjną po redukcji 1,5 kg chlorku benzenosulfonylowego za pomocą 3,0 kg pyłu cynkowego wobec 20,5 dm³ 25% kwasu siarkowego poddano destylacji z parą wodną, uzyskując 0,85 kg tiofenolu. Otrzymany roztwór wodny soli cynku zalkalizowano amoniakiem do pH 10,8, po czym dodano stężonego kwasu solnego aż do uzyskania pH 7,5. Po ochłodzeniu do 5°C odsączono 8,4 kg krystalicznej soli kompleksowej cynku o zawartości 35,1% cynku, co odpowiada 98,2% ilości cynku użytego do reakcji.

P r z y k ł a d II. Do oziębionej mieszaniny uzyskanej po reakcji 69 cm³ bromooctanu etylu i 72 cm³ aldehydu benzoowego z 50g pyłu cynkowego prowadzonej w mieszaninie

100 cm³ bezwodnego benzenu i 25 cm³ bezwodnego eteru dietylowego dodano 250 cm³ 10% kwasu siarkowego, po czym rozdzielono warstwy, warstwę organiczną przemyto dwukrotnie 60 cm³ 5% kwasu siarkowego. Kwaśne roztwory wodne połączono i ekstrahowano 100 cm³ eteru. Z połączonych roztworów organicznych po przemyciu 10% wodnym roztworem wodorowęglanu sodu, wysuszeniu i oddestylowaniu rozpuszczalników uzyskano 73g 3-fenilo-3-hydroksypropionianu etylu. Pozostały po ekstrakcji kwaśny roztwór wodny soli cynku zalkalizowano amoniakiem do pH 9,5 następnie zadano stężonym kwasem solnym do uzyskania pH 6,5, po czym, po ochłodzeniu do około 0°C odsączono 116g krystalicznej kompleksowej soli cynku o zawartości 35,9% cynku, co stanowi 85,3% ilości cynku użytego do reakcji.

P r z y k ł a d III. Mieszaninę reakcyjną po redukcji 2,64 kg N,N-dimetylo-p-nitrozoaniliny za pomocą 2,9 kg pyłu cynkowego w obecności kwasu solnego zaalkalizowano amoniakiem do pH około 10. Alkaliczny roztwór ekstrahowano eterem dietylowym, eter oddestylowano, pozostałość destylowano pod próżnią uzyskując 2,16 kg N,N-dimetylo-p-fenylendiaminy. Roztwór po ekstrakcji traktowano stężonym kwasem solnym do uzyskania pH 7,5, po czym, po oziębieniu mieszaniny do 0°C odsączono grubokrystaliczną sól kompleksową cynku. Uzyskano 7,72 kg soli cynku o zawartości 36,7% cynku, co odpowiada 97,7% ilości cynku użytego do reakcji.

P r z y k ł a d IV. Mieszaninę po redukcji 3,78 kg chlorowodoru N,N-dietylo-p-nitrozoaniliny za pomocą 3,0 kg cynku w obecności kwasu solnego zaalkalizowano wodą amoniakalną do pH 10,5. Alkaliczny roztwór ekstrahowano benzenem, rozpuszczalnik odparowano, pozostałość destylowano pod próżnią uzyskując 2,67 kg N,N-dietylo-p-fenylendiaminy (92,4%). Roztwór po ekstrakcji zakwaszono stężonym kwasem solnym do pH 7,6, po czym, po oziębieniu do 0°C odsączono łatwo sączący się osad. Uzyskano w ten sposób 8,18 kg związku cynku o zawartości 35,4% cynku, co odpowiada 96,6% ilości cynku użytego do redukcji.

163 604

Departament Wydawnictw UP RP Nakład 90 egz.
Cena 10 000 zł