

Jerzy KUBAŁA

Katedra Chemii Nieorganicznej

### OTRZYMYWANIE TLENKU KADMU WYSOKIEJ CZYSTOŚCI

Tlenek kadmu należy do półprzewodników niestechiometrycznych wykazujących interesujące własności, które znalazły szerokie zastosowanie w technice. Posiada strukturę sieci typu NaCl i dlatego prawdopodobnie jego półprzewodnikowe własności są odmienne od innych związków kadmu (i cynku), a defekty siatki CdO są donorami, dzięki czemu wykazuje on wysokie przewodnictwo elektronowe [1].

Do badań nad półprzewodnikowymi własnościami niezbędny jest tlenek kadmu o najwyższej czystości.

Celem niniejszej pracy było opracowanie metody otrzymywania tlenku kadmu zawierającego zanieczyszczenia  $10^{-4}$  -  $10^{-5}\%$ .

#### Część doświadczalna

W badaniach poświęconych otrzymywaniu CdO wysokiej czystości wyróżniono 4 etapy:

1. Oczyszczanie roztworu  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$
2. Strącanie  $\text{CdCO}_3$  z oczyszczonego roztworu  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  przy użyciu roztworu  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ .
3. Termiczny rozkład  $\text{CdCO}_3$  na CdO
4. Oczyszczanie CdO i ponowne prażenie otrzymanego produktu.

Próbki z poszczególnych etapów oczyszczania oraz otrzymany CdO analizowano przy użyciu spektrografu średniej dyspersji Q-24, f-my C. Zeiss, na elektrodach - ELS-395 (Racibórz). Przerwa analityczna - 4 mm, szerokość szczeliny - 0,015 mm, przesłona pośrednia 5 mm,

przesłona kamery 1:15, płyta spektr. - Spektral-Platte, Blau Hart WU2, ORWO Wolfen. Wzbudzalnik Abreissbogenerzeuger ABR3 (aktywny prąd prądu zmiennego, natężenie 10 A), czas wzbudzenia 60 sek.

Jako surowiec wybrano  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  cz.d.a. f-my POCh. Unika się wówczas usuwania innych anionów, a  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  podczas prażenia przechodzi w  $\text{CdO}$ .

Analiza spektralna wykazała występowanie w surowcu następujących pierwiastków: Ag, Al, Bi, Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Si, Tl, Zn. Ad 1. Oczyszczanie roztworu  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  prowadzono przy pomocy metod fizykochemicznych. Jedną z metod polega na ekstrakcji śladowych ilości pierwiastków w postaci chelatów rozpuszczalnikami organicznymi [2].

Spośród wielu zbadanych ekstrahentów najlepsze wyniki uzyskano stosując do ekstrakcji dwumetyloglioksym ( $\text{pH} = 6,5 - \text{CHCl}_3$ ), kupferron ( $\text{pH} = 3,5 - \text{CHCl}_3$ ), a następnie ditizon ( $\text{pH} = 2 - 0,01\% \text{ w } \text{CCl}_4$ ).

Stwierdzono, że na drodze ekstrakcji poszczególnymi ekstrahentami można zmniejszyć zawartość śladowych zanieczyszczeń do  $10^{-4} - 10^{-5}\%$  z wyjątkiem: Ca, Mg, Si i Zn. W celu znacznego zmniejszenia pierwiastków wymienionych wyżej przeprowadzano  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  w  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$  w środowisku  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ , a następnie rozkładano gorącą wodą azotan dwuanilinokadmowy i oddzielano  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$  przez ekstrakcję eterem etylowym.

Ad 2. Z oczyszczonego i ogrzanego do wrzenia roztworu  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  o stężeniu ok. 1 mol/1000  $\text{cm}^3$  strącano  $\text{CdCO}_3$  przy użyciu 2 M  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  sporządzonego przez wysycanie  $\text{H}_2\text{O}$  fazowym  $\text{NH}_3$  i  $\text{CO}_2$ . Strącony  $\text{CdCO}_3$  odmywano przez dekantację, odwirowywano i suszono w temp.  $105^\circ\text{C}$ .

Ad 3. Termiczny rozkład  $\text{CdCO}_3$  na  $\text{CdO}$  przeprowadzano w naczyniach kwarcowych w temp.  $550^\circ$  przez 3 godz. W tej temperaturze  $\text{CdCO}_3$  oraz śladowe ilości  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  ulegają rozkładowi na  $\text{CdO}$  [3].

Ad 4. W celu usunięcia śladowych ilości: Ca, Mg i Si otrzymany  $\text{CdO}$  kontaktowano przez 24 godz. z 0,01 M  $\text{H}_2\text{O}_3$  w naczyniach z po-

lietylemu, dekantowano ciecz z nad osadu, przemywano kilkakrotnie  $H_2O$ , suszono w temp.  $90^{\circ}C$  a następnie prażono w temp.  $550^{\circ}$  przez 3 godz.

#### Wnioski

Opisane powyżej postępowanie pozwala uzyskać  $CdO$  wysokiej czystości o zawartości zanieczyszczeń  $10^{-4}$  -  $10^{-5}\%$ .

#### LITERATURA

- [1] Jarzębski Z.M., Wiad.Chem., 22, 45 (1968).
- [2] Starý J.: The solvent extraction of metal chelates, Pergamon Press (1964).
- [3] Duval C.: Inorganic thermogravimetric analysis, Elsevier Publishing Comp. (1963).

ПОЛУЧЕНИЕ ОКИСИ КАДМИЯ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

PREPARATION OF HIGH PURITY CADMIUM OXIDE