



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ

ВЕДОМСТВО

(12) Описание изобретения

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) C01B 33/035

(22) 28.11.2022

(46) Бюл. 202, 2023

(71) Научно исследовательский институт ТНУ

(72) (73) Шеров Курбонали Мирзоалиевич (TJ)

Гадоев Сухроб Шокирович (TJ)

Лолаев Саймумин Шералиевич (TJ)

**(54) СПОСОБ ХЛОРИРОВАНИЯ
МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ МЕДИ**

(56) Источники информации

1. Р.А. Лидин, В.А. Молочко, Л.Л. Андреева.

Химические свойства неорганических
веществ. М. Химия. 2000. 480с(57) Изобретение относится к области химии и
может быть использовано для анализа металличе-
ской меди и получения чистых хлоридов меди.
Для хлорирования меди использовали четырех

2

хлористый углерод, который заранее был очищен методом конденсации холодных паров. Процесс хлорирования проводили в аналитическом автоклаве при температуре 215 – 225 °С в соотношении масс медь: четыреххлористый углерод = 1:30 – 1:40. В результате хлорирования образуется хлорид меди и углерод, который удерживает примеси состава меди. Изучены оптимальные условия хлорирования меди с четыреххлористым углеродом. Проведен элементный анализ продуктов хлорирования.

Предложенный способ можно использовать для получения безводного хлорида меди. Полученный в результате хлорирования продукт можно использовать для анализа металлической меди методом атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым источником возбуждения атомов.

3

Изобретение относится к области химии и может быть использовано для анализа металлической меди и получения чистых безводных хлоридов меди.

Известен способ хлорирования меди газообразным хлором. Суть этого метода заключается в том, что пробу измельчают на куски величиной 1 – 2 мм, загружают в реакционную трубку и через него пропускают влажный газообразный хлор. Процесс хлорирования протекает при комнатной температуре, но для его осуществления требуется много времени. В результате образуется CuCl_2 . Известен также способ хлорирования металлической меди парами HCl . Процесс проводят при температуре 500-600 °С в результате которого образуется CuCl [1, 286].

К недостаткам перечисленных способов относятся: Сложности получения газообразного хлора;

1447

4

Сложности техники хлорирования.

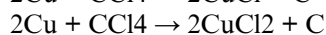
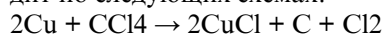
Цель изобретения заключается в разработке способа хлорирования металлической меди с применением хлорорганических соединений при повышенном давлении и температуры.

Сущность изобретения заключается в хлорировании металлической меди парами четыреххлористого углерода. Хлорирование осуществляли в аналитических автоклавах при температуре реакционной смеси 220 ± 5 °С в соотношении масс металлической меди с четыреххлористым углеродом 1:30-1:40, в течение $3,5 \pm 0,5$ ч с последующей охлаждении до комнатной температуры и отделение продукта реакции. Процесс хлорирования металлической меди и образование безводного хлорида меди протекает в один цикл.

Результат элементного анализа продуктов хлорирования, проведенного на элементном CSNH-

анализаторе vario micro cube показал, что в продуктах реакции имеется углерод. Результат рентгенофазового анализа полученных продуктов показал, что при хлорировании образуются смеси CuCl и CuCl₂. В рентгенограмме не обнаружено линии, принадлежащие кристаллического углерода. Полученные результаты свидетельствуют о том, что при хлорировании металлической меди образуется смеси CuCl, CuCl₂ и аморфного углерода.

Предполагается что хлорирование меди происходит по следующим схемам:



Результаты исследования продуктов хлорирования показало, что при увеличении времени хлорирования доля CuCl₂ увеличивается по сравнению с CuCl.

Экспериментально было установлено, что при температуре менее чем 180°C процесс хлорирования не происходит. При увеличении температуры до 200 °C наблюдали начало процесс хлорирования, однако для полного хлорирования требуется намного больше времени. При повышении температуры до 240°C увеличивалась скорость хлорирования.

Автоклавное хлорирование меди исследовали в однокамерных и двухкамерных реакционных емкостях. Преимущества двухкамерных реакционных емкостях, по сравнению с однокамерных заключается в том, что после завершения процесса хлорирования и охлаждение автоклавов непрореагировавший четыреххлористый углерод конденсируется на дне общей реакционной емкости, а твердый продукт хлорирования остается в верхнем стаканчике-вкладыше. При хлорировании в однокамерных реакционных емкостях твердый продукт реакции и жидкий непрореагировавший четыреххлористый углерод конденсируются на дне сосуда.

Аморфный углерод, который образуется в результате хлорирования, обладает сорбционной способностью и удерживает примеси элементов состава меди. Поэтому предложенный способ можно использовать для анализа металлической меди.

Для этого полученный продукт хлорирования высушивают при температуре 60–70°C и анализируют методом атомно-эмиссионного анализа.

Предложенный способ также может быть использован для получения безводных хлоридов CuCl и CuCl₂. Эффективность предложенного способа заключается в том, что для его осуществления используется только один реагент-четырехлористый углерод.

Преимущества предложенного способа заключается в том, что процесс хлорирования проводится при нагревании в закрытой системе. При этом, повышается давление в реакционной камеры автоклава. Исключается возможности испарения реагента в ходе реакции. Предложенный способ предоставляет возможность получения чистого безводного хлорида меди. Поскольку процесс проводится в неводной среде. Исключается возможности загрязнения пробы примесями состава атмосферы лаборатории.

Пример 1. Навески металлической меди массой ~0,25 г после измельчения помещают в однокамерную реакционную емкость аналитического автоклава и добавляют 5 мл хлорирующий реагент-четырехлористый углерод, который заранее был очищен методом конденсации холодных паров. Реакционную емкость с содержимым закрепляется в металлическом корпусе автоклава и нагревают в течение 3,0-3,5 часов при 220°C. Затем автоклав охлаждают до комнатной температуры и разгерметизируют. Отделяют продукт реакции от оставшегося в избытке четыреххлористого углерода.

Пример 2. Навески металлической меди массой ~0,25 г после измельчения помещают в верхнюю камеру-вкладыш двухкамерной реакционной емкости, а на дне общей камеры реакционной емкости автоклава наливают 5 мл хлорирующий реагент-четырехлористый углерод. Реакционную емкость с содержимым закрепляется в металлическом корпусе автоклава, и нагревают в течение 3,0-3,5 часов при 220°C. Затем автоклав охлаждают до комнатной температуры и разгерметизируют. В результате твердый продукт хлорирования остается в верхнем стаканчике, а непрореагировавший четыреххлористый углерод конденсируется на дне общей камеры реакционной емкости автоклава

Формула изобретения

Способ хлорирования металлической меди заключающееся, в том что проводят обработку металлической меди парами хлорирующего реагента -четыреххлористого углерода при нагревании в

замкнутых реакционных системах-автоклавах при температуре реакционной смеси 220±5 °C в соотношении масс Т:Ж = 1:30-1:40 в течение 3,5 ±0,5 ч с последующей охлаждении до комнатной температуры и отделение продукта реакции.

Компьютерный набор: Алиева Л.

Заказ

Тираж

Подписное

Национальный патентно-информационный центр РТ 734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а