

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62215

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 01.X.1965 (P 111 064)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 5.III.1971

Kl. 28 a, 6

MKP C 14 c, 3/06

UKD

Współtwórcy wynalazku: Aurelia Woźnicka, Ludwik Mazurek, Marian
Makulec, Maria GierymskaWłaściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Rudniki” Przedsiębiorstwo Pań-
stwowe, Rudniki Częstochowa (Polska)Sposób wytwarzania standaryzowanych suchych ekstraktów
chromowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania standaryzowanych suchych ekstraktów chromowych z chromianu sodowego lub z chromianu sodowego i związków zawartych w odpadowym bło-
cie chromowym.

Suche ekstrakty chromowe po rozpuszczeniu w wodzie stosowane są do garbowania skór. Przemysł garbarski stosuje ekstrakty chromowe o zasado-
wości 33 stopnie lub 48 stopni Schorlemmera.

Dotychczas substancje garbujące sporządzano bezpośrednio przed użyciem, przez redukcję dwu-
chromianu sodowego do soli chromu trójwartościowego na drodze skomplikowanych, pracochłonnych, trudnych i niebezpiecznych dla zdrowia operacji. Przy tym sposobie produkcji brzeczek chromowych garbujących występują trudności w sporządzaniu roztworów o odpowiednim składzie, stężeniu i za-
sadowości.

Brzeczki chromowe sporządzane w stanie roz-
cieńczonym gotowym do bezpośredniego użycia są roztworami nietrwałymi, ponieważ zachodzi w nich szereg reakcji ubocznych zależnych od czasu i tem-
peratury. Do reakcji ubocznych należą: zmiany stop-
nia hydratacji związków chromowych, procesy utlenienia i redukcji oraz przegrupowania wewnątrz kompleksów chromowych w przypadku zastosowa-
nia do redukcji związków organicznych. Sposób według wynalazku eliminuje te niedogodności.

Sposób według wynalazku polega na tym, że roz-
twory dwuchromianu sodowego i związków zawar-

2

tych w odpadowym bło-
cie pochromowym dzieli się na dwie części, z których jedną zakwasza się mniej-
szą ilością kwasu siarkowego, a drugą większą, po-
czym poddaje się procesowi redukcji. Otrzymuje
się dwa prawie jednorodne pod względem składu
roztwory, z których zasadowość jednego powinna
wynosić mniej niż wymaga się od końcowego pro-
duktu, przykładowo mniej niż 33 stopnie Schorlem-
mera, a drugiego więcej niż 33 stopnie Schorlem-
mera to jest więcej niż wymaga się od końcowego
produktu.

Po odparowaniu pozostałości roztworów miesza
się w stosunkach wynikających z wyliczenia i uzys-
kuje gotowy produkt o żądanej zasadowości Schor-
lemmera.

Sposób według wynalazku pozwala wykorzystać
chrom odzyskany z błota pochromowego przez wy-
ługowanie go roztworem siarczanu sodowego w tem-
peraturze 50 — 110°C, korzystnie w temperaturze
95 — 105°C.

Odzyskany chrom w postaci chromianów miesza
się z roztworem chromianu sodowego, przez co osią-
ga się w efekcie znaczne potanieenie końcowego pro-
duktu.

Przykład I. Do 1600 kg chromianu sodowego
o pH 11 i gęstości 1,35 g/cm³, zawierającego 200
kg CrO₃, wprowadza się 665 kg kwaśnego roztworu
odpadowej soli po produkcji bezwodnika kwasu
chromowego i po doprowadzeniu powstałego roz-
tworu do pH 2,7, zatęża się do gęstości 1,65 g/cm³.

W tych warunkach prawie całkowicie wydziela się krystaliczny siarczan sodowy, który odsącza się na gorąco. Otrzymuje się w ten sposób około 260 kg roztworu, który rozcieńcza się dodając 150 kg wody lub roztworów o niskiej zawartości chromu. Otrzymuje się roztwór o gęstości 1,4 g/cm³, do którego dodaje się 436 kg 30%-owego kwasu siarkowego.

Powstały roztwór ogrzewa się do 70°C i wkrapla 45 litrów alkoholu metylowego w ciągu 1,5 godziny. Uzyskuje się po tym czasie roztwór o zasadowości około 40 stopni Schorlemmera, zawierający zasadowy siarczan chromowy i siarczan sodowy. Roztwór ten zateża się do uzyskania suchego produktu.

Do drugiej części roztworu w ilości 260 kg wprowadza się 150 kg wody, doprowadzając gęstość do 1,4 g/cm³, a następnie dodaje 406 kg 30%-owego kwasu siarkowego, po czym do roztworu ogrzanego do 70°C wkrapla się 45 litrów alkoholu metylowego w ciągu 1,5 godziny. Po zakończeniu redukcji otrzymuje się roztwór zasadowego siarczanu chromowego o zasadowości 32 stopnie Schorlemmera. Roztwór ten zateża się do uzyskania suchego produktu.

Oba produkty suche miesza się w stosunku wynikającym z obliczenia i uzyskuje gotowy ekstrakt chromowy o zasadowości 33 stopnie Schorlemmera.

Wyliczenie zestawu do sporządzenia suchych ekstraktów standaryzowanych wykonuje się według następujących wzorów:

$$A = \frac{G(a-b)}{(c-b)}$$

$$B = G - A$$

gdzie: G — jest to ilość kg ekstraktu standaryzowanego o zasadowości 33 stopnie Schorlemmera, którą otrzymuje się przez zmieszanie ekstraktu A i B.

A — ilość kg ekstraktu o zasadowości c,

B — ilość kg ekstraktu o zasadowości b,

a — zasadowość roztworu standaryzowanego.

Przykładowo: aby otrzymać 80 kg ekstraktu o zasadowości 33 stopnie Schorlemmera z ekstrak-

tów o zasadowości 32 stopnie Schorlemmera i 40 stopni Schorlemmera należy zmieszać:

$$A = \frac{80 \text{ kg } (33 - 40)}{32 - 40} = 70 \text{ kg ekstraktu}$$

o zasadowości 32 stopnie Schorlemmera oraz

B = G - A = 80 kg - 70 kg = 10 kg ekstraktu o zasadowości 40 stopni Schorlemmera.

Przykład II. Do mieszalnika wprowadza się 1500 kg 15%-owego wodnego roztworu odpadowego siarczanu sodowego, a następnie porcjami dodaje 100 kg odpadowego błota pochromowego. Mieszanie reakcyjną miesza się i ogrzewa w ciągu 30 minut w temperaturze 95 — 105°C, przy czym zachodzi reakcja podwójnej wymiany między chromianem wapnia i siarczanem sodowym, a utworzony chromian sodowy przechodzi do roztworu. Następnie gorącą masę poreakcyjną przesącza się, uzyskując 1450 kg alkalicznego roztworu o pH = 11.

Do roztworu tego wprowadza się porcjami 1500 kg odpadowego kwaśnego siarczanu sodowego. Powstałą mieszaninę odstawia się na 12 godzin, po czym przesącza. Uzyskuje się 2900 kg kwaśnego roztworu o pH — 1. Uzyskany roztwór miesza się z roztworem chromianu sodowego w takim stosunku, aby zmieszane roztwory zawierały 200 kg CrO₃ i postępuje jak w przykładzie pierwszym.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania standaryzowanych suchych ekstraktów chromowych, **znamienny tym**, że roztwór dwuchromianu sodowego dzieli się na dwie części, jedną część przez odpowiednie zakwaszenie doprowadza się do zasadowości mniejszej niż wymaga się od końcowego produktu, a drugą część doprowadza się do zasadowości wyższej niż wymaga się od końcowego produktu, a następnie po przeprowadzeniu redukcji i uzyskaniu suchych substancji miesza się w stosunkach wynikających z wyliczenia, przy czym uzyskuje się gotowy suchy produkt o żądanej zasadowości w stopniach Schorlemmera.