



096 57/00

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 39415

Kl. 22 ^{a, 57/00} ~~b, 10~~

Zakłady Przemysłu Chemicznego „Pabianice” *)
Przedsiębiorstwo Państwowe
Pabianice, Polska

Sposób oczyszczania technicznego siarczanu zieleni brylantowej

Patent trwa od dnia 5 lipca 1954 r.

Wynalazek dotyczy sposobu oczyszczania technicznego siarczanu zieleni brylantowej w celu stosowania go w lecznictwie.

Literatura techniczna nie podaje sposobu oczyszczania technicznego siarczanu zieleni brylantowej.

Stwierdzono, że otrzymuje się siarczan zieleni brylantowej o dużym stopniu czystości, dochodzącym do 99,9%, jeżeli z technicznego siarczanu zieleni brylantowej usunąć zanieczyszczenia w postaci związków ołowiu i substancji smolistych sposobem według wynalazku.

Sposób według wynalazku polega na traktowaniu wodnego roztworu technicznego siarczanu zieleni brylantowej siarczkami alkalicznymi lub siarkowodorem w temperaturze pokojowej, przy

czym wytrąca się siarczek ołowiu. Następnie do roztworu dodaje się węgla aktywowanego oraz ziemi okrzemkowej, które adsorbują substancje smoliste i koloidalne zawiesiny, po czym roztwór sączy się, a przesącz traktuje ługiem sodowym, w celu wydzielenia zasady karbinolowej barwnika. Wydzieloną zasadę karbinolową barwnika rozpuszcza się w nadmiarze kwasu siarkowego i z ogrzanego roztworu wytrąca się siarczan zieleni brylantowej przez zobojętnienie nadmiaru kwasu amoniakiem lub ługiem potasowcowym.

Rozpuszczenie karbinolowej zasady barwnika w nadmiarze kwasu siarkowego umożliwia otrzymanie stężonego roztworu tego barwnika, dzięki czemu przy stopniowym zobojętnianiu nadmiaru kwasu siarkowego w roztworze następuje wytworzenie się siarczanu amonu, lub siarczanu potasowcowego, który działa wysalająco na barwnik, łatwo i szybko krystalizujący ze stężonego roztworu. Amoniak dodaje się do chwili, aż na-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są mgr Jerzy Pacholczyk i inż. Zbigniew Ludwicki.

stąpi zmiana barwy roztworu reakcyjnego z pomarańczowej na ciemno zieloną. Następnie roztwór pozostawia się w spokoju, a po oziębieniu się roztworu wykrystalizowuje z niego siarczan zieleni brylantowej o czystości do 99,9%.

Przykład. W kotle rozpuszcza się przy ciągłym mieszanii 4,8 kg technicznego 90%-owego siarczanu zieleni brylantowej w 80 l wody. Do otrzymanego roztworu dodaje się 200 g węgla aktywowanego, a po wymieszaniu w ciągu 1 godziny dodaje cienkim strumieniem roztworu 300 g siarczku sodowego w 3 l wody. Następnie dodaje się 200 g ziemi okrzemkowej. Po wymieszaniu i odstaniu odsącza się osad. Przesącz oziębia się do temperatury 7°C i traktuje wodnym roztworem ługu sodowego, w celu wytrącenia zasady karbinolowej barwnika. Ługu dodaje się tyle, aż kropla mieszaniny reakcyjnej wytworzy na bibule obwódkę bezbarwną.

Odsącza się następnie zasadę karbinolową, przemywa wodą, w celu usunięcia jonów siarczanowych, i rozpuszcza osad w 6 l wody, zakwaszonej 2 kg stężonego H_2SO_4 chemicznie czystego i ogrzanej do temperatury wrzenia. Do wytworzonego roztworu dodaje się wody destylowanej do objętości 14 l i po ogrzaniu roztworu

do wrzenia dodaje się 1 l 25%-owego amoniaku, aż do zmiany barwy na ciemno zieloną.

Po oziębieniu roztworu wypadają z niego kryształy siarczanu zieleni brylantowej, które odsącza się i suszy. Kryształy zawierają 99,9% substancji czystej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania technicznego siarczanu zieleni brylantowej, znamienny tym, że wodny roztwór technicznego siarczanu zieleni brylantowej traktuje się siarczkami alkalicznymi lub siarkowodorem, dodaje do masy reakcyjnej węgla aktywowanego i ziemi okrzemkowej, a po wymieszaniu, odstaniu i oddzieleniu roztworu dodaje się doń ługu sodowego, oddziela karbinolową zasadę barwnika, rozpuszcza ją w nadmiarze kwasu siarkowego i wytworzony roztwór po ogrzaniu zobojętnia się amoniakiem, przy czym wydzielają się kryształy siarczanu zieleni brylantowej, które odsącza się i suszy.

Zakłady Przemysłu
Chemicznego „Pabianice”
Przedsiębiorstwo Państwowe

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych