

30 grudnia 1927 r.

URZĄD PATENTOWY



C019 33/14

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 6642.

Kl. ~~12 m~~ 8.

12 m 37/14

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób otrzymywania chromianów magnezowych.

Zgłoszono 4 czerwca 1926 r.

Udzielono 24 grudnia 1926 r.

Pierwszeństwo: 22 czerwca 1925 r. (Niemcy).

Techniczny sposób otrzymywania chromianu magnezowego dotychczas nie jest znany. Sposób otrzymywania z magnezu i kwasu chromowego (Dammer tom III str. 580) nie może być uważany jako sposób techniczny. Również nie można uważać za taki sposób otrzymywania soli podwójnej K_2CrO_4 lub $MeCrO_4 \cdot MgSO_4$ (Dammer tom III str. 580 i Gmelin-Kraut tom III cz. I str. 694).

Obecnie wykryto, że zadając sole magnezowe chromianami alkalicznymi lub ziem alkalicznych, można uniknąć tworzenia się soli podwójnych, skoro stosować sole magnezowe tych kwasów, które z alkalkjami lub ziemiami alkalicznymi tworzą

sole, które rozpuszczają się w wodzie trudniej od chromianu magnezowego. Przekształcenie to przeprowadza się w ten sposób, iż obie sole reagują z sobą w obecności wody, przyczem warunki reakcji dobiera się tak, aby się osadziła trudniej rozpuszczalna sól alkaliczna lub ziem alkalicznych podczas gdy chromian magnezowy pozostał w roztworze. Warunki te w wypadku stosowania chromianów ziem alkalicznych są tego rodzaju, iż roztwór wodny tych ostatnich zadaje się w temperaturze wrzenia siarczanem magnezowym. W wypadku przeprowadzania chromianów alkalicznych korzystnie jest reakcję tę prowadzić w ten sposób, aby

roztwory wodne obu składników reagowały w temperaturze możliwie niskiej, przyczem stosuje się próżnię. Znaczniejszą część soli alkalicznej osadza się uprzednio poczem dopiero osadza się chromian magnezowy. Po odsączeniu uprzedniem osadzonej soli roztwór odparowuje się dalej dopóty, dopóki nie osadzi się pozostała ilość chromianu magnezowego.

Niekiedy roztwory stężone chromianu magnezowego można również stosować bezpośrednio. Ponieważ chromian magnezowy wykazuje w porównaniu z dotychczas znanymi chromianami cały szereg zalet, które wykazują się między innymi znaczną rozpuszczalnością nawet po zredukowaniu go, któremu ulega w procesach utleniania chemii organicznej, oraz taniością w przeciwieństwie do soli alkalicznych, więc sposób nowy stanowi znaczny postęp techniczny.

Przykład I. 100 cz. wag. chromianu wapniowego gotuje się pod chłodnicą zwrotną w 1000 cz. wag. wody z roztworem siarczanu magnezowego, wziętym w ilości równoważnikowej dopóty, dopóki pozostałość z próby po odsączeniu i przemyciu tej nie pozostawia na filcu płam białoszarych t. j. płam niezabarwionych na żółto, na co trzeba zużyć około 6—8 godzin. Po ostudzeniu odsąca się osad w postaci gipsu, przemyciwa i przesącz odparowuje. Skoro osiągnie się dostateczne stężenie, natenczas chromian magnezowy poczyną się wydzielać w postaci słupków jednoskośnych, zabarwionych na głęboki kolor żółty.

Przykład II. Przeprowadzanie to można przyspieszyć i zaoszczędzić na rozpuszczalnikach, skoro pracuje się pod ciśnieniem w temperaturze wyższej od 100°. Uніка się w ten sposób również szkodliwego rozpuszczania się gipsu.

Przykład III. 171 cz. wag. krystalicznego chromianu sodowego rozpuszcza się na gorąco w takiej samej ilości wody, jak

również i 100 cz. wag. chlorku magnezowego (krystalicznego) w 100 cz. wag. wody. Oba roztwory miesza się, odparowuje w próżni w temperaturze około 30—35°, przyczem korzystnie jest podczas destylacji w próżni do roztworu chlorku magnezowego dolewać powoli roztwór chromianu sodowego. Wkrótce wydziela się krystaliczny chlorek sodowy. Skoro tylko rozpocznie się wydzielanie kryształów chromianu magnezowego, natenczas przerywa się odparowanie, i po odsączeniu osadu przesącz odparowuje w dalszym ciągu. Natychmiast rozpoczyna się krystalizacja chromianu magnezowego, który zmieszany jest z nieznaczną ilością soli kuchennej. Po przekryształizowaniu z roztworu stężonego otrzymuje się go w postaci całkowicie czystej.

Przykład IV. W ten sam sposób przeprowadza się w chromian i siarczan magnezowy. Równoważnikowe stężone roztwory chromianu sodowego lub potasowego i siarczanu magnezowego miesza się i odparowuje w próżni w temperaturze około 40°. Siarczan alkaliczny osadza się szybko i po odsączeniu tego ostatniego roztwór przerabia się na chromian magnezowy.

Przykład V. Stężony roztwór 60 cz. wag. dwuchromianu sodowego miesza się ze stężonym roztworem 50 cz. wag. chlorku magnezowego (krystalicznego) i mieszaninę tę odparowuje w próżni, w temperaturze 40°. Po osadzeniu się głównej ilości chlorku sodowego, odsąca się ten ostatni przez sączek podgrzany. Przesącz po ostudzeniu krzepnie na gąszcz krystaliczny dwuchromianu magnezowego.

Można, rozumie się, otrzymywanie dwuchromianu magnezowego połączyć z otrzymywaniem dwuchromianu sodowego. Technicznie otrzymywanoby go np. w ten sposób, iż chromian sodowy mieszałoby się z niezbędną ilością kwasu siarkowego i siarczanu magnezowego i reakcję prowadziło-

by się na gorąco; po ostudzeniu roztworu dwuchromianu magnezowego ten ostatni oddzielałoby się zapomocą odsączenia od osadzonego w postaci gąszczu krystalicznego siarczanu sodowego, który następnie przemywałoby się mniej stężonym roztworem siarczanu magnezowego.

Poza tem tego rodzaju reakcja dwuchromianu alkalicznego z solami magnezowymi nie wymaga stosowania temperatury tak niskiej, jak to ma miejsce przy otrzymywaniu chromianów obojętnych, gdyż w danym wypadku skłonność tworzenia się soli podwójnych nie jest tak wielka.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania chromianów magnezowych, znamienny tem, że chromiany alkaliczne lub ziem alkalicznych zadaje się w obecności wody takimi solami magnezowymi, które tworzą sole alkaliczne lub ziem alkalicznych, rozpuszczające się trudniej od chromianu magnezowego.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.