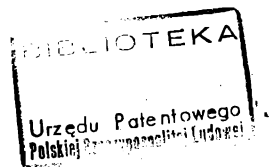


C01C 3/20



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 39563

12R,3/20

Kl 12 k, 41

Łódzki Związek Spółdzielni Pracy*)

Łódź, Polska

Sposób wytwarzania nitroprusydku sodowego, czystego do analiz

Patent trwa od dnia 20 października 1955 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania nitroprusydku sodowego, czystego do analiz.

Najbardziej znana i stosowana metoda wytwarzania nitroprusydku sodowego, czystego do analiz, polega na traktowaniu średnio stężonym kwasem azotowym żelazocyjanku potasowego w temperaturze około 60°C. Z mieszaniny poreakcyjnej wydziela się nitroprusydek sodowy razem z saletrą potasową i oczyszcza go przez wielokrotną krystalizację z mieszaniny etanolu z wodą.

Przy stosowaniu tej metody natrafia się na trudności następujące. Reakcja przebiega w środowisku silnie kwaśnym w sposób tak energiczny, że wywołuje wydzielanie się dużych ilości cyjanowodoru w ciągu krótkiego czasu, co uniemożliwia całkowite zaadsorbowanie wydzielającego się cyjanowodoru, a zatem metoda ta staje się niebezpieczna dla otoczenia. Poza tym wytworzony produkt jest silnie zanieczyszczony i daje się oczyszczać z dużą trudnością, co powoduje duże straty przy wielokrotnej krystalizacji.

Przy stosowaniu innych znanych metod napotyka się na jeszcze większe trudności technologiczne.

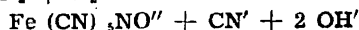
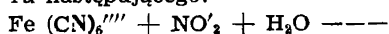
Literatura techniczna podaje w ogólnych zarysach również możliwość wytwarzania nitroprusydku sodu z żelazocyjanku wapniowego i azotynu sodowego przy przepuszczaniu dwutlenku węgla przez masę reakcyjną, nie podaje jednak żadnych warunków prowadzenia tego procesu.

Stwierdzono, że wytwarza się nitroprusydek sodowy, czysty do analiz, z żelazocyjanku wapniowego i azotynu sodowego przy przepuszczaniu przez masę reakcyjną dwutlenku węgla, jeżeli reakcję nie doprowadza się do końca. Otrzymuje się wtedy produkt łatwo dający się oczyszczać przy jednocześnie dużej wydajności procesu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że przez wodny roztwór mieszaniny żelazocyjanku wapniowego z azotynem sodowym, wziętym w nadmiarze, przepuszcza się dwutlenek węgla do chwili przereagowania około 85% żelazocyjanku wapniowego. Proces prowadzi się w tempera-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są inż. Wiesław Józefowicz i inż. Jerzy Szczerbiński.

turze 80—100°C. Reakcja przebiega według wzoru następującego:



Wzmiankowany wyżej nadmiar azotynu sodowego w stosunku do żelazocyjanku wapniowego powinien wynosić molowo co najmniej 4 : 1.

Reakcja w tych warunkach przebiega stopniowo w miarę usuwania za pomocą dwutlenku węgla cyjanowodoru i stałego zobojętniania środowiska reakcji, która przebiega w kierunku wytwarzania roztworu zasadowego. Umożliwia to łatwe pochłanianie stopniowo wydzielającego się cyjanowodoru.

Przerywanie reakcji po przereagowaniu około 85% żelazocyjanku wapniowego uniemożliwia rozkład nitroprusydku sodowego, nietrwałego w środowisku wodnym przy dłuższym ogrzewaniu, oraz zanieczyszczenie masy reakcyjnej produktami rozkładu trudnymi do usunięcia przez zwykłą krystalizację

Po przereagowaniu około 85% żelazocyjanku wapniowego oddziela się osad węglanu wapniowego, a roztwór zatęża się, przy czym zatężanie prowadzi się możliwie daleko, jednak tak, aby po oziębieniu roztworu wydzielające się kryształy nitroprusydku sodowego nie zawierały domieszki azotynu sodowego.

Po oziębieniu roztworu wydzielają się kryształy nitroprusydku sodowego, które odsąca się i suszy. Następnie w wysuszonym produkcie oznacza się zawartość żelazocyjanku sodowego, który po rozpuszczeniu nitroprusydku sodowego w wodzie usuwa się przez dodanie stechiometrycznej ilości soli żelazowej, ewentualnie w pewnym nadmiarze. Po oddzieleniu osadu roztwór wodny poddaje się krystalizacji przez oziębienie zatężonego roztworu, przy czym wypadają kryształy nitroprusydku sodowego, czystego do analiz.

Wydajność procesu wynosi 50—60% wydajności teoretycznej.

P r z y k ł a d: 3 kg żelazocyjanku wapniowego i 2 kg azotynu sodowego rozpuszcza się w 12 l wody, ogrzewa do temperatury 90°C w ciągu około 60 godzin przepuszczając przez mieszaninę reakcyjną dwutlenek węgla i utrzymując wartość pH roztworu w granicach 6,5—7,0. Okresowo przeprowadza się analizę masy reakcyjnej i z chwilą stwierdzenia, że przereagowało 85% żelazocyjanku, oziębia się ją, oddziela od osadu i zatęża do objętości 4 l.

Wyrzysztalizowany nitroprusydek sodowy, oddziela się z roztworu, suszy i oznacza w nim zawartość żelazocyjanku sodowego, który usuwa się po rozpuszczeniu nitroprusydku sodowego w 2,5-krotnej ilości wody i ogrzaniu do temperatury 60°C — przez dodanie stechiometrycznej ilości soli żelazowej w postaci roztworu wodnego. Po oddzieleniu osadu żelazocyjanku żelazowego, przesącz zatęża się do objętości 30% objętości początkowej i oziębia. Wydzielone kryształy przemyna się wodą, etanolem i suszy. Z ługu pokryształicznego po jego zatężeniu wydziela się druga frakcję kryształów, którą następnie rekrystalizuje się z wody.

Wydajność nitroprusydku sodowego, czystego do analizy, wynosi 1,2 kg.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania nitroprusydku sodowego, czystego do analiz przez przepuszczanie dwutlenku węgla przez roztwór żelazocyjanku wapniowego i azotynu sodowego, znamieny tym, że przez wodny roztwór mieszaniny żelazocyjanku wapniowego i azotynu sodowego, wziętego w nadmiarze, przepuszcza się dwutlenek węgla aż do przereagowania 85% żelazocyjanku, utrzymując masę reakcyjną w temperaturze 80—100°C, oddziela po oziębieniu osad, zatęża następnie roztwór tak, aby po jego oziębianiu wydzielające się kryształy nitroprusydku sodowego nie zawierały domieszki azotynu sodowego, oziębia roztwór, oddziela wydzielające się kryształy nitroprusydku sodowego, suszy je, i usuwa zawarty w nich żelazocyjanek sodowy przez dodanie do roztworu nitroprusydku sodowego soli żelazowej, zatęża roztwór, oziębia go, odsąca wydzielone kryształy, przemyna je wodą oraz etanolem i suszy.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosunek molowy azotynu sodowego do żelazocyjanku wapniowego wynosi co najmniej 4 : 1.

Ł ó d z k i Z w i ą z e k
S p ó ł d z i e l n i P r a c y

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych