



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

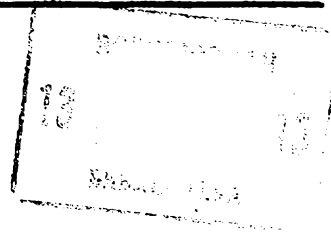
(19) SU (11) 1111992 A

3 (5D) C 01 C 3/16

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3479641/23-26
(22) 18.06.82
(46) 07.09.84. Бюл. №33
(72) Ю.И.Мушкин, О.С.Рукевич,
Е.С.Захарова и В.Г.Полов
(53) 661.54.546.815(088.8)
(56) 1. Заявка Японии №30-874,
кл. 15M42, 1955.
2. Патент ФРГ №803351,
кл. 12 к 3/16, 1951.

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦИАНАМИДА
СВИНЦА, включающий взаимодействие
оксида свинца и азотсодержащего
соединения при нагревании, о т л и
ч а ю щ и й с я тем, что, с целью
ускорения процесса при сохранении
высокого выхода продукта, в качест-
ве азотсодержащего соединения ис-
пользуют карбамид, взаимодействие
ведут при 410-460°C и молярном со-
отношении окиси свинца и карбамида
1:2-2,2.

(19) SU (11) 1111992 A

Изобретение относится к получению цианамид свинца, который может найти применение в качестве лакокрасочного пигмента и антикоррозионного вещества.

Известен способ получения цианамид свинца, в соответствии с которым избыток водного раствора нитрата аммония добавляют к цианамиду кальция, отделяют выпавший осадок нитрата кальция и уголь и добавляют к раствору цианамид нитрат свинца. Выпавший цианамид свинца отфильтровывают, промывают водой, сушат [1].

Недостатками известного способа являются многостадийность, необходимость процессов переработки отходов, высокие сырьевые затраты, обусловленные использованием дорогостоящего сырья - цианамид кальция и нитрата свинца, а также невысокое содержание основного вещества в продукте (50-60%).

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к изобретению является способ получения цианамид свинца, включающий взаимодействие окиси свинца с раствором цианамид при нагревании, причем раствор цианамид предварительно обрабатывается средствами осаждения. Процесс ведут в течение 4-5 ч при pH 5,2-7,0. Выход продукта составляет 78,5-95% [2].

Недостатком данного способа является значительная длительность процесса (4-5 ч).

Цель изобретения - ускорение процесса при сохранении высокого выхода продукта.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения цианамид свинца, включающему взаимодействие окиси свинца и азотсодержащего соединения при нагревании в качестве азотсодержащего соединения используют карбамид и взаимодействие ведут при 410-460°C и молярном соотношении окиси свинца и карбамид 1:2-2,2.

В соответствии с предлагаемым способом цианамид свинца с высоким вы-

ходом удается получить в узких пределах температуры и соотношения исходных реагентов.

При молярном соотношении окиси свинца и карбамид менее 1:2 выход продукта снижается до 82% и содержит примесь окиси свинца. При молярном соотношении окиси свинца и карбамид более 1:2,2 выход продукта также снижается и составляет 83%.

При температуре ниже 410°C наряду с цианамид свинца образуются цианурат и цианат свинца и выход продукта составляет не более 95%. При температуре выше 460°C цианамид свинца начинает разлагаться.

Способ осуществляют следующим образом.

Заданные количества окиси свинца и карбамид нагревают 15 мин до температуры синтеза. Смесь выдерживают при температуре определенное время (15-90 мин, в зависимости от температуры), после чего продукт охлаждают, взвешивают, определяют содержание свинца и записывают ИК-спектр, который сравнивают со спектром цианамид свинца, синтезированного по известному способу.

Пример 1. 7,54 г смеси окиси свинца и карбамид (молярное соотношение 1:2) выдерживают при 410°C 90 мин. Получают 5,37 г продукта, содержащего 81,2% свинца. Выход продукта 99%. По показаниям ИК-спектра - цианамид свинца.

В таблице представлены данные, характеризующие зависимость выхода продукта от температуры процесса и соотношения исходных реагентов.

Преимущество предлагаемого способа состоит в том, что он позволяет значительно ускорить протекание процесса при сохранении высокого выхода продукта. Продолжительность процесса по предлагаемому способу составляет 15-90 мин, по известному 4-5 ч. Кроме того, способ прост, синтез протекает в одну стадию и позволяет использовать в качестве реагентов более дешевое сырье: карбамид вместо цианамид.

Соотношение $PbO:(NH_2)_2CO$	Температура, °C	Продолжительность, мин	Выход продукта %	Показания ИК-спектра
1:2	410	90	99	Цианамид свинца
1:2	420	45	100	"
1:2	440	20	98	"
1:2,2	410	45	97	"
1:2	460	15	98	"
1:2	400	90	95	Цианамид свинца с примесью цианурата
1:1,8	440	20	95	Цианамид свинца с при- месью окиси
1:2	470	15	93	Цианамид свинца
1:2,4	440	20	83	"

Составитель Е. Наумова

Редактор В. Петраш

Техред Т. Дубинчак

Корректор В. Гирняк

Заказ 6405/15

Тираж 463

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4