



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42862

Kl. 12 n, 7

12K, 3/16

Zakłady Azotowe im. P. Findera *)

Chorzów, Polska

Sposób otrzymywania cyjanamidu ołowiu

Patent trwa od dnia 6 października 1958 r.

Cyjanamid ołowiu stosowany jest do wytwarzania powłok przeciwkorozyjnych. Stosuje się go głównie tam, gdzie nie ma się do czynienia z temperaturami podwyższonymi, np. do malowania konstrukcji stalowych wystawionych na działanie atmosfery.

Również stosowany jest do farb używanych do pokryć podwodnych. Surowcami do otrzymania cyjanamidu ołowiu są azotniak oraz różne związki ołowiu.

Głównymi trudnościami w otrzymaniu cyjanamidu ołowiu jest otrzymanie produktu o dostatecznie wysokiej zawartości azotu, posiadającego odpowiednią liczbę olejową oraz nie zanieczyszczonego siarczkami, które wpływają ujemnie na barwę produktu. Według znanych sposobów, np. według patentu niemieckiego nr 252272, cyjanamid ołowiu otrzymuje się z cyjanamidu i pasty z $PbCl_2$ przy

użyciu 20%-wego amoniaku.

Według innego sposobu, opisanego w patencie francuskim nr 966349, proces wytwarzania prowadzi się przy użyciu substancji utleniających, jak np. H_2O_2 , powietrza itp.

W patencie Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2213546 cyjanamid ołowiu otrzymuje się z $Ca(HCN)_2$.

Cyjanamid ołowiu otrzymywany według dotychczasowych sposobów zawiera bądź małą ilość azotu, albo wytwarzanie jego jest nieekonomiczne, gdyż wymaga stosowania środków utleniających, bądź wreszcie otrzymywany produkt nie jest dostatecznie czysty.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymanie produktu o dobrych właściwościach. Sposób według wynalazku polega na tym, że do roztworu cyjanamidu, otrzymanego przez działanie dwutlenka węgla na zawieszinę azotniaku w wodzie, dodaje się roztworu azotanu ołowiowego zawierającego pewną ilość kwasu azotowego. Ilość kwasu azotowego jest tak

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są prof. dr inż. Eugeniusz Błasiak i mgr inż. Zygfryd Stanisław Matuzewski.

dobrana, aby po zmieszaniu z roztworem cyjanamidu pH mieszaniny wahało się w granicach 3 — 4, najkorzystniej przy pH = 4. Stężenie użytego roztworu cyjanamidu powinno wynosić około 5 g/100 ml roztworu, zaś stężenie azotanu ołowiawego 20 — 40 g/100 ml roztworu, najkorzystniej 35 g/100 ml. W celu zwiększenia wydajności produktu i polepszenia jego jakości należy stosować 2% nadmiaru cyjanamidu w stosunku do użytego roztworu azotanu ołowiawego. Do tak przygotowanej mieszaniny dodaje się następnie w temperaturze 20 — 25°C 8%-owy roztwór wodny amoniaku aż do osiągnięcia pH = 8,0 — 8,5. Następnie otrzymaną wodną zawiesinę miesza się w ciągu około godziny, po czym odsącza cyjanamid ołowiu, przmywa go wodą i suszy w temperaturze 50 — 70°C.

P r z y k ł a d I. Do 100 l wody dodaje się niewielkimi porcjami 20 kg azotniaku o zawartości 20,0 — 20,5% azotu. Równocześnie energicznie miesza się, doprowadza dwutlenek węgla i chłodzi tak, aby temperatura mieszaniny w reaktorze wahała się w granicach 20 — 30°C. Szybkość dodawania azotniaku reguluje się w zależności od pH roztworu, które nie powinno przekraczać 7,5. Po oddzieleniu węglanów i grafitu otrzymuje się roztwór cyjanamidu o zawartości około 5 g cyjanamidu w 100 ml roztworu.

Do 85 l roztworu cyjanamidu dodaje się 32 kg roztworu azotanu ołowiawego o zawartości 30 g/100 ml roztworu. Następuje wytrącanie się białego węglanu ołowiu, który rozpuszcza się przez dodanie odpowiedniej ilości rozcieńczonego kwasu azotowego, tak, aby pH mieszaniny wynosiło 3 — 4.

Do otrzymanej mieszaniny obu roztworów w temperaturze około 20°C dodaje się z kolei roztwór wodny amoniaku o zawartości 7 — 8 g amoniaku/100 ml roztworu. Dodawanie roztworu amoniaku prowadzi się przy energicznym mieszananiu aż do uzyskania pH 8,0 — 8,5 (lekko różowe zabarwienie papierka fenolftaleinowego). Wytrąca się cyjanamid ołowiu o kanarkowym zabarwieniu, który odsącza się

i suszy w temperaturze 50 — 70°C. Otrzymany produkt zawiera 10,2 — 10,8% azotu oraz 83 — 85% ołowiu.

P r z y k ł a d II. Do roztworu cyjanamidu o zawartości około 5 g cyjanamidu 100 ml roztworu, otrzymanego w sposób jak podano w przykładzie I, dodaje się roztwór azotanu ołowiawego o zawartości 30 g azotanu ołowiawego 100 ml roztworu i następnie dodaje się taką ilość rozcieńczonego kwasu azotowego, aby pH mieszaniny obniżyć do 3 — 4.

Cyjanamid należy użyć w nadmiarze tak, aby ilość użytego cyjanamidu była około 2% wyższa od ilości stechiometrycznej liczonej w stosunku do użytego azotanu ołowiawego.

Z kolei wytrąca się cyjanamid ołowiu wytrąconym wodnym roztworem amoniaku, jak w przykładzie I, a następnie odsącza się, przepłukuje i suszy. Otrzymuje się produkt o zawartości 10,0 — 10,9% azotu oraz 83 — 85% ołowiu.

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

1. Sposób otrzymywania cyjanamidu ołowiu przez wprowadzenie do roztworu cyjanamidu soli ołowiu, a następnie wytrącanie cyjanamidu ołowiu amoniakiem, znamienny tym, że do 5%-owego roztworu cyjanamidu wprowadza się 20 — 40%-owy roztwór azotanu ołowiawego, po czym mieszaninę zakwasza się rozcieńczonym kwasem azotowym do pH 3 — 4, a następnie do otrzymanego roztworu dodaje się w temperaturze 20 — 25°C 8%-owy roztwór wodny amoniaku aż do osiągnięcia pH mieszaniny 8 — 8,5, po czym wytrącony cyjanamid ołowiu odsącza się, przemywa i suszy.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się 2%-owy nadmiar roztworu cyjanamidu w stosunku do ilości użytego azotanu ołowiu.

Z a k ł a d y A z o t o w e
i m. P. F i n d e r a