

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

87 002

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 09.08.73 (P. 164593)

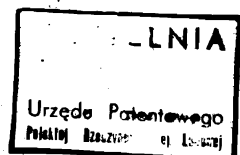
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.04.75

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1976

MKP C01b 21/50

Int. Cl². C01B 21/50



Twórcy wynalazku: Kazimierz Ożdżeński, Henryk Handtke

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe im. Pawła Findera, Chorzów (Polska)

Sposób oczyszczania azotynu sodowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania azotynu sodowego na drodze rekrytalizacji z wodnego roztworu. Znany jest sposób oczyszczania azotynu sodowego polegający na tym, że w wodzie o temperaturze 70–80°C rozpuszcza się zanieczyszczony azotyn sodowy w ilości potrzebnej do otrzymania roztworu zawierającego około 50% wagowych NaNO_2 . Po zakalizowaniu roztworu niewielką ilością NaOH i wytrąceniu wodorotlenku żelaza, mieszaninę sączy się. Otrzymany przesącz odparowuje się do gęstości 1,45 g/cm³, sączy i chłodzi do temperatury pokojowej. Uzyskane kryształy oczyszczonego azotynu sodowego przemywa się małą ilością zimnej wody. Z ługu pokrytalicznego i wód z przemywania można uzyskać dalszą porcję oczyszczonego azotynu sodowego przez odparowanie i dwukrotną rekrytalizację (J. Gałeczki, Preparatyka nieorganiczna, 1964, strona 686).

Wada powyższego sposobu polega na tym, że odznacza się małą wydajnością, zaś otrzymany krytaliczny produkt wykazuje niekorzystną skłonność do kruszenia się i łatwo się zanieczyszcza. Celem wynalazku jest zmniejszenie wad sposobu dotychczasowego przez opracowanie rozwiązania umożliwiającego intensyfikację procesu oczyszczania przy równoczesnym polepszeniu własności otrzymywanego produktu.

Sposobem według wynalazku wodny roztwór zanieczyszczonego azotynu sodowego o gęstości $d_{20} < 1,50 \text{ g/cm}^3$, korzystnie 1,45 g/cm³ kontaktuje się w temperaturze około 100°C, z wolnym od jonów chloru, węglanem aktywnym w ilości 0,2–1,5% wagowych, w stosunku do masy azotynu sodowego zawartego w roztworze, na czas 10–90 minut, a następnie ogrzewa się go pod ciśnieniem atmosferycznym ciągle mieszając do temperatury 109–117°C nie dopuszczając do wrzenia i utrzymuje w tej temperaturze do uzyskania w wyniku powolnego odparowania części wody mieszaniny o gęstości $d_{20} = 1,58–1,68 \text{ g/cm}^3$, którą nadal mieszając powoli chłodzi się do temperatury 15–25°C, korzystnie 20°C, po czym wydzielone kryształy oddziela się od roztworu za pomocą znanych środków. Ponieważ ciągły pomiar gęstości jest technicznie kłopotliwy, zaleca się mierzyć gęstość pod koniec procesu odparowania, który można rozpoznać po utworzeniu się na powierzchni mieszaniny błonki krytalicznej.

Sposób według wynalazku umożliwia znaczne zwiększenie wydajności procesu rekrytalizacji. Otrzymany po oddzieleniu roztworu pokrytalicznego i wysuszeniu, produkt ma postać ziaren krytalicznych, o lekko

zaokrąglonych krawędziach i gładkich ścianach i wykazuje dużą skłonność do aglomeracji i małą zdolność adhezji zanieczyszczeń pylistych. Sposób według wynalazku wyjaśniono bliżej na następujących przykładach wykonania:

Przykład I porównawczy. 450 kg azotynu sodowego o zawartości 96,2% wagowych NaNO_2 rozpuszcza się w pojemniku emaliowanym o pojemności 1 m^3 w 450 dcm^3 wody destylowanej o temperaturze 75°C , następnie dodaje się 500 g wodorotlenku sodowego, uzyskując roztwór o $\text{pH} = 8,5$, odsącza na gorąco część zanieczyszczeń, głównie wodorotlenku żelaza. Przesącz przenosi się do odparowacza-krystalizatora o pojemności 1 m^3 i zagęszcza przez odparowanie wody w temperaturze $80\text{--}90^\circ\text{C}$. Przy osiągnięciu przez roztwór gęstości $d_{20} = 1,45 \text{ g/cm}^3$, przerywa się ogrzewanie. Po ochłodzeniu mieszaniny do temperatury 20°C , oddziela się wytrącone kryształy na płaskim filtrze o powierzchni ssącej $0,5 \text{ m}^2$. Kryształy przemywa się 18 dcm^3 zimnej wody destylowanej i suszy w temperaturze 100°C . Otrzymany produkt w ilości 135 kg zawierający 98,1% wagowych NaNO_2 , ma postać ziaren krystalicznych wielkości poniżej $0,3 \text{ mm}$ o ostro wyszczerbionych krawędziach i popękanych ścianach oraz o dużej przyczepności zanieczyszczeń i małej skłonności do aglomeracji. Zaobserwowany pod mikroskopem udział ziaren pyłowych o wymiarach poniżej $0,05 \text{ mm}$ stanowi 10% masy produktu.

Przykład II. Stosując identyczną aparaturę jak w przykładzie I, przemywa się 500 kg azotynu sodowego o czystości 96,2% wagowych NaNO_2 , na sicie 1600 oczek na cm^2 nałożonym na otwór spustowy rozpuszczalnika, zimną wodą destylowaną w ilości 70 kg. Po odsączeniu zanieczyszczeń i zamknięciu otworu spustowego dodaje się 380 kg wody destylowanej, otrzymując w temperaturze 100°C , roztwór o gęstości $1,45 \text{ g/cm}^3$. Następnie dodaje się 3 kg węgla aktywnego wolnego od jonów Cl^- i utrzymuje tę temperaturę przez 30 minut. Roztwór po przesączeniu przez bibułę ogrzewa się, ciągle mieszając za pomocą mieszadła kotwicznego, do temperatury 113°C , nie dopuszczając do wrzenia. Temperaturę $113 \pm 4^\circ\text{C}$ utrzymuje się do czasu pojawienia się na powierzchni mieszaniny błonki krystalicznej. Następnie z różnych głębokości krystalizatora pobiera się próbki o objętości $0,5 \text{ dcm}^3$, które po ochłodzeniu do 20°C waży się, uzyskując następujące gęstości: na powierzchni $d_{20} = 1,594 \text{ g/cm}^3$, na głębokości 75% zanurzenia $d_{20} = 1,608 \text{ g/cm}^3$, oraz z dna krystalizatora $d_{20} = 1,620 \text{ g/cm}^3$. Po czym przy stale działającym mieszadle pozwala się mieszaninie samorzutnie ostygnąć do temperatury 20°C .

Wytrącone kryształy odsącza się i bez przemywania suszy w temperaturze 110°C , otrzymując 310 kg produktu o zawartości 98,2% wagowych NaNO_2 . Uzyskane ziarna krystaliczne mają postać bryłową z lekko zaokrąglonymi krawędziami o ścianach czystych i gładkich tworzących aglomeraty o średnicach do $1,5 \text{ mm}$. Zaobserwowany pod mikroskopem udział ziarn pyłowych o wymiarach poniżej $0,05 \text{ mm}$ stanowi około 1% masy produktu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania azotynu sodowego na drodze rekrytalizacji z wodnego roztworu, w którym odparowanie przeprowadza się pod ciśnieniem atmosferycznym poniżej temperatury wrzenia, z n a m i e n n y t y m, że wodny roztwór zanieczyszczonego azotynu sodowego o gęstości $d_{20} < 1,50 \text{ g/cm}^3$, korzystnie $1,45 \text{ g/cm}^3$, kontaktuje się, w temperaturze około 100°C , z wolnym od jonów chloru węglem aktywnym w ilości 0,2–1,5% wagowych, w stosunku do masy azotynu sodowego zawartego w roztworze, na czas 10–90 minut, a następnie ogrzewa się go pod ciśnieniem atmosferycznym, ciągle mieszając do temperatury $109\text{--}117^\circ\text{C}$, nie dopuszczając do wrzenia i utrzymuje w tej temperaturze do uzyskania w wyniku powolnego odparowania części wody mieszaniny o gęstości $d_{20} = 1,58\text{--}1,63 \text{ g/cm}^3$, którą nadal mieszając, powoli chłodzi się do temperatury $15\text{--}25^\circ\text{C}$, korzystnie 20°C , po czym wydzielone kryształy oddziela się od roztworu za pomocą znanych środków.