



POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

57080

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 k, 3/12

Zgłoszono: 10. VI. 1967 (P 121 066)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 01 c 3/12

Opublikowano: 10. VI. 1969

UKD 661.872.371 +
+ 661.872.84

Współtwórcy wynalazku: mgr Tomasz Grześkowiak, inż. Felicja Przy-
menska, Józef Bałka, Andrzej Gramowski,
Ludwik Sieczka, Stanisław Krupa, Aleksy Kacz-
marek, mgr Witold Gabryel

Właściciel patentu: Chemiczna Spółdzielnia Pracy „Synteza”, Poznań
(Polska)

Sposób wytwarzania żelazocyjanku potasu o wysokim stopniu czystości

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarza-
nia żelazocyjanku potasu o wysokim stopniu czy-
stości, przeznaczonego między innymi do zastoso-
wania w kinematografii, do obróbki filmów barw-
nych, w laboratoriach analitycznych i w różnych
innych dziedzinach techniki.

Znane elektrochemiczne metody wytwarzania
żelazocyjanku potasu o wysokim stopniu czystości
wiążą się z koniecznością dysponowania kosztowną
aparaturą. Ponadto związane są one z dużym zu-
życiem prądu elektrycznego, co czyni ten proces
mało ekonomicznym.

Znany jest również sposób wytwarzania żelazi-
cyjanku potasu o wysokim stopniu czystości przez
utlenianie żelazocyjanku potasu chlorem. Jednakże
wytwarzanie żelazocyjanku potasu tym sposobem
wiąże się z koniecznością dysponowania specjalną,
hermetycznie uszczelnioną i odporną na korozję
aparaturą, między innymi ze względu na warunki
bezpieczeństwa pracy. Zastąpienie w tym sposobie
chloru bromem dodatkowo wpływa ujemnie na
ekonomikę procesu.

Znany jest również sposób wytwarzania żelazi-
cyjanku potasu o wysokim stopniu czystości przez
utlenianie żelazocyjanku potasu nadmanganianem
potasu w obecności kwasu solnego. Po zakończeniu
procesu utleniania żelazocyjanku potasu, zubożę-
nia się nadmiar kwasu solnego za pomocą wodorot-
lenku potasu. Z kolei odsąca się wydzielony osad
dwutlenku manganu. Otrzymany po przesączeniu

2

roztwór żelazocyjanku potasu zagęszcza się w celu
uzyskania jego kryształów.

Powstały w wyniku reakcji w znacznej ilości
chlorek potasu oraz zanieczyszczenia pochodzące
ze stosowanych surowców technicznych są okludo-
wane i adsorbowane przez powstające kryształy
żelazocyjanku potasu. W celu otrzymania produktu
o wysokim stopniu czystości zachodzi konieczność
dalszego jego oczyszczania. Przeprowadza się więc
powtórna krystalizację żelazocyjanku potasu
i w końcu intensywne przemywanie jego kryszta-
łów za pomocą wody destylowanej.

Stosowanie powtórnej krystalizacji, jak również
intensywne przemywanie kryształów wodą desty-
lowaną powoduje znaczne straty żelazocyjanku po-
tasu, a zatem poważne obniżenie wydajności całego
procesu. Ponadto środowisko kwasu solnego powo-
duje silne korodujące działania na stosowane
urządzenia.

Powyższych wad i niedostatków nie posiada
sposób według wynalazku. Sposób ten polega na
przeprowadzeniu reakcji utleniania żelazocyjanku
potasu nadmanganianem potasu w obecności kwa-
su węglowego, zastępującego z dobrym skutkiem
stosowany w znanej metodzie kwas solny. Według
wynalazku do reagującego roztworu wodnego
żelazocyjanku potasu i nadmanganianu potasu
znajdującego się w zamkniętym autoklawie wpro-
wadza się pod nadciśnieniem do trzech atmosfer
gazowy dwutlenek węgla.

Wprowadzenie dwutlenku węgla w postaci gazowej i obecność powstającego kwaśnego i obojętnego węglanu potasu, na skutek intensywnego mieszania pęcherzykami wprowadzonego gazu oraz działania stabilizującego węglanów znacznie przyspiesza przebieg utleniania do 1/3 czasu potrzebnego do przeprowadzenia utleniania w obecności kwasu solnego. Po zakończeniu procesu utleniania żelazocyjanku potasu, roztwór odsącza się oddzielając dwutlenek manganu i z kolei roztwór ten odparowuje się pod próżnią i poddaje się krystalizacji. Otrzymane kryształy żelazicyjanku potasu odsącza się i przemycwa wodą destylowaną.

Ze względu na około dwukrotnie większą rozpuszczalność węglanu potasu w stosunku do chloru potasu w warunkach prowadzenia procesu jest możliwe szybkie oczyszczanie kryształów żelazicyjanku potasu drogą przemycwania wodą destylowaną, co pozwala na skrócenie czasu przemycwania oraz wyeliminowanie powtórnej krystalizacji, zwiększając tym samym wydajność procesu o około 20% w stosunku do wydajności osiągananej w sposobie znanym w obecności kwasu solnego, przy czym produkt otrzymany sposobem według wynalazku charakteryzuje się wysokim stopniem czystości („czysty do analizy”), odpowiadającym w pełni potrzebom kinematografii, laboratoriów analitycznych itp.

Przykład. Do roztworu znajdującego się w autoklawie, zawierającego 350 kG żelazocyjanku potasu w 800 litrach wody, dodaje się 43 kG nadmanganianu potasu i miesza się do całkowitego rozpuszczenia się surowców.

Następnie zamyka się wysp autoklawu i wprowadza się dwutlenek węgla pod nadciśnieniem

1,5 atmosfer. Charakterystyczną oznaką zakończenia przebiegu reakcji utleniania żelazocyjanku potasu jest wzrost ciśnienia w autoklawie. Proces utleniania trwa około 3 godzin. Po zakończeniu procesu utleniania roztwór odsącza się od dwutlenku manganu i zatęża się w wyparce próżniowej w temperaturze 50°—60°C. Po zatężeniu roztworu do 27° B $\acute{e}$ sącza się go na gorąco, a przesącz wlewa się do krystalizatorów emaliowanych.

Wykrystalizowany żelazicyjanek potasu odsącza się od ługów macierzystych i przemycwa wodą destylowaną. Po przemyciu kryształy żelazicyjanku potasu suszy się w suszarce.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania żelazicyjanku potasu o wysokim stopniu czystości przez utlenianie żelazocyjanku potasu nadmanganianem potasu w środowisku kwaśnym, **znamienny tym**, że roztwór reagujący zakwasza się przez wprowadzenie do niego dwutlenku węgla, po czym, po zakończeniu reakcji, oddziela się od roztworu osad dwutlenku manganu, a uzyskany roztwór żelazicyjanku potasu zawierający kwaśny i obojętny węglan potasu poddaje się zatężeniu i krystalizacji.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do roztworu reagującego wprowadza się gazowy dwutlenek węgla pod nadciśnieniem do 3-ch atmosfer.