



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

239417

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 01 C 3/14

(22) Přihlášeno 06 03 84
(21) (PV 1590-84)

(40) Zveřejněno 13 06 85

(45) Vydáno 16 04 87

(75)

Autor vynálezu

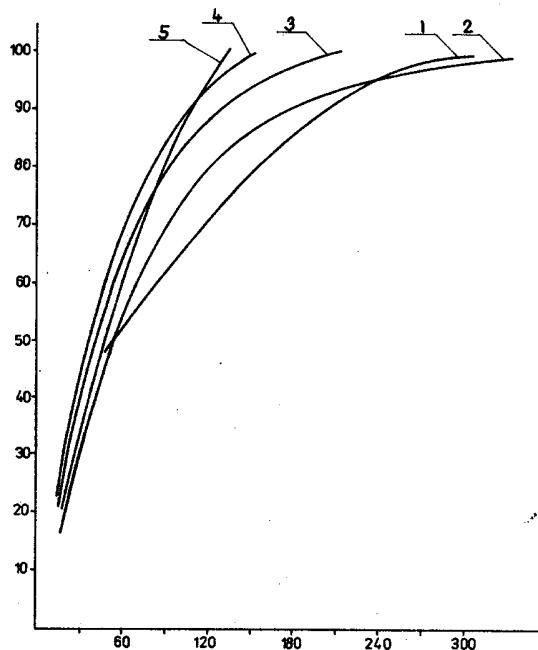
KLVÁČKOVÁ ANNA ing., PODEBRADY; RŮŽIČKA JAROMÍR, KONÁROVICE

(54) Způsob výroby thiokyanatanů alkalických kovů

Řešení se vztahuje k oblasti přípravy thiokyanatanů alkalických kovů, konkrétně NaSCN a KSCN.

Cílem vynálezu je potlačení nežádoucí vedlejší reakce - zmydelnění kyanidů a zkrácení reakční doby.

Uvedeného účelu se dosáhne podle vynálezu tím, že se thiokyanatany alkalických kovů připraví z roztoku odpovídajících kyanidů a granulované síry za přebytku síry 1,1 až 5,0, s výhodou 1,4 a teplota se udržuje v rozmezí 80 až 125 °C.



Předmětem vynálezu je způsob výroby thiokyanatanů alkalických kovů z roztoků odpovídajících kyanidů a síry.

Je známa řada způsobů výroby thiokyanatanů alkalických kovů reakcí odpovídajících kyanidů a práškové jemně mleté síry, přičemž k zvýšení reakční rychlosti se používají pomocné látky jako smáčedla síry, rozpouštědla a jiné látky reakci podporující jako pyridin a jeho homology (anglický patent 1,431 614, polský patent 81 099, americký patent 2 393 119, československý patent 83 645). Rovněž je znám způsob výroby alkalických thiokyanatanů z roztoků odpovídajících kyanidů a práškové síry za použití malého stechiometrického přebytku síry do 5 % a pyridinu jako látky urychlující reakci (čs. autorské osvědčení 186 361).

Nevýhodou výše uvedených postupů je, že se přidané pomocné látky urychlující reakci musí oddělovat z vyrobeného produktu, což zvyšuje pracnost výroby a zhoršuje její ekonomiku.

Podstatou vynálezu je způsob výroby thiokyanatanů alkalických kovů z roztoku odpovídajících kyanidů a granulované síry, vyznačený tím, že se použije molárního přebytku síry 1,1 až 5,0, s výhodou 1,4 a teplota se udržuje v rozmezí 80 až 125 °C.

Výhodou navrhovaného postupu je, že použitím přebytku granulované síry v minimálním molárním poměru 1,1 s výhodou 1,4 na alkalický kyanid při teplotě reakce pod teplotu tání síry dojde ke zvýšení reakční rychlosti a potlačení nežádoucí vedlejší reakce - zmydelnění kyanidů. Při tomto postupu se zbylá síra po skončení reakce oddělí a použije jako část náklady do další várky.

Na předloženém výkrese je znázorněna konverze alkalického kyanidu na thiokyanatan v závislosti na přebytku síry při teplotě 85 °C a srovnání s konverzí při použití pyridinu (čs. autorské osvědčení 186 361).

Na ose "y" jsou naneseny procenta konverze alkalického kyanidu na thiokyanatan, přičemž počáteční stav je 0 % a na ose "x" čas v minutách. Křivka 1 ukazuje průběh konverze kyanidu při molárním poměru síry ke kyanidu 1,03 za použití 2,2 % hmot. pyridinu. Křivka 2, 3 a 4 ukazuje průběh konverze kyanidu sodného bez použití pyridinu, a to křivka 2 molární poměr síry ke kyanidu sodnému 1,1; křivka 3 molární poměr síry ke kyanidu sodnému 1,2; křivka 4 molární poměr síry ke kyanidu sodnému 1,4. Křivka 2 ukazuje průběh konverze kyanidu draselného bez použití pyridinu při molárním poměru síry ke kyanidu draselnému 1,4.

Příklad 1

Thiokyanatan sodný

Do banky opatřené míchadlem, zpětným chladičem s teploměrem bylo předloženo 455 g 97,2% kyanidu sodného (NaCN), 545 g destilované vody a 404,5 g síry (S). Poměr molů NaCN:S byl 1:1,4. Za stálého míchání se suspenze zahřála na 85 °C a tato teplota byla udržována v rozmezí ± 2 °C po celou dobu reakce. Konverze NaCN na thiokyanatan sodný (NaSCN) proběhla za 150 minut po dosažení teploty 85 °C. Nezareagovaná síra byla oddělena filtrací od vzniklého roztoku NaSCN.

Roztok obsahoval 724,7 g NaSCN, což odpovídá výtěžku 99,1 % počítáno na NaCN.

Příklad 2

Thiokyanatan sodný

Do kotle o obsahu 3 000 litrů se předložilo 2 500 kg 44% roztoku NaCN, vyrobeného z louhu a kyanovodíku. Po spuštění míchadla a za současného ohřívání obsahu reaktoru se nadávkovalo v co nejkratší době (10 až 15 minut) 865 kg granulované síry. Poměr molů NaCN:S byl 1:1,2. Teplota v průběhu reakce byla udržována v rozmezí 85 až 92 °C. Po nadávkování veškeré síry během doreagování se odebíraly vzorky, ve kterých byl stanoven obsah nezreagovaného NaCN. Při poklesu obsahu NaCN na 0,2 % hmot. se zastavilo míchadlo a nezreagovaná síra se ponechala 15 minut sedimentovat. Po ukončení sedimentace se surový roztok nad usazenou sirou stáhl a přefiltroval. Zbylá síra v kotli se použila jako část násady pro další várku.

Množství zbylé síry se zjistí následujícím způsobem:

Po načerpání kyanidových louhů pro další várku se změří objem obsahu kotle. Po zapnutí míchadla a zhomogenizování směsi v kotli se za stálého míchání odebere 1 000 ml směsi. Vzorek se kvantitativně přelije do 1 000 ml odměrného válce. Síra se nechá 10 minut sedimentovat a odečte se objem sedimentované síry, přičemž 100 ml sedimentované síry odpovídá 75 g suché síry (dle empirického zjištění).

Celkové množství zbylé síry S v kotli se vypočítá:

$$S = \frac{0,75 \cdot a \cdot b}{1\,000}$$

- S - množství síry v kotli v kg
 a - objem sedimentované síry v odměrném válci v ml
 b - objem směsi v kotli v litrech

Příklad 3

Thiokyanatan draselný

Do baňky opatřené míchadlem, zpětným chladičem a teploměrem bylo předloženo 603,2 g kyanidu draselného 98,1%, 486 g destilované vody a 407,5 g síry granulované. Poměr molů KCN:S byl 1:1,4. Postup práce byl stejný jako u příkladu 1.

Konverze kyanidu draselného na thiokyanatan draselný proběhla za 135 minut. Získaný roztok obsahoval 877,5 g KSCN, což odpovídá výtěžku 99,4%, počítáno na KCN. Z roztoku byl připraven krystal o jakosti čistý a p.a.

Příklad 4

Thiokyanatan sodný

Postup stejný jako v příkladě 1. Místo poměru molů NaCN:S rovno 1:1,4 byl zvolen poměr molů NaCN:S roven 1:1,8. Konverze proběhla za 100 minut. Výtěžnost, počítáno na vložený NaCN, byla 99,3 %.

P ř í k l a d 5

Thiokyanatan draselný

Do reaktoru o obsahu 3 000 litrů bylo k 263 kg síry zbylé po sedimentaci z předešlé várky přidáno 1 100 litrů destilované vody a za míchání 700 kg granulované síry. Obsah reaktoru byl vyhřát na 75 °C. Potom bylo nadávkováno do reaktoru během 25 minut 1 200 kg pevného 98,3% KCN. Po nadávkování kyanidu, za mírného chlazení, byla reakce vedena při teplotě varu reakční směsi 122 °C. Konverze KCN na KSCN proběhla za 45 minut. Výtěžek byl 99,2 % počítáno na KCN. Z roztoku byl připraven krystal o jakosti čistý a p.a.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby thiokyanatanů alkalických kovů z roztoků odpovídajících kyanidů a granulované síry, vyznačený tím, že se použije molárního přebytku síry 1,1 až 5,0, s výhodou 1,4 a teplota se udržuje v rozmezí 80 až 125 °C.

239417

