

Warszawa, 2 marca 1935 r.

URZĄD PATENTOWY

COlg 37/14
Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej
Lwów

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20965.

Kl. ~~12 m~~ 8.

Bozel-Malétra Société Industrielle de Produits Chimiques
(Paryż, Francja).

12 m 37/14

Sposób wytwarzania chromianów i dwuchromianów.

Patent dodatkowy do patentu Nr 18222.

Zgłoszono 21 kwietnia 1933 r.

Udzielono 21 stycznia 1935 r.

Pierwszeństwo: 26 maja 1932 r. (Francja).

Najdłuższy czas trwania patentu do 30 marca 1948 r.

W patencie Nr 18222 opisano sposób otrzymywania chromianów i dwuchromianów przez utlenianie chromu metalicznego lub materiałów, zawierających chrom, w obecności wodnych roztworów wodorotlenków, węglanów, dwuwęglanów lub chromianów potasowców albo wapniowców.

Obecnie wykryto, że powstawanie chromianu lub dwuchromianu nie jest związane z obecnością wodorotlenków, tlenków, węglanów, dwuwęglanów lub chromianów potasowców albo wapniowców.

Według wynalazku niniejszego oprócz wodorotlenków i węglanów potasowców i wapniowców lub zamiast tych związków, a przy otrzymywaniu dwuchromianów za-

miast lub oprócz chromianów, można naogół używać takich związków lub materiałów, jakie podczas procesu utleniania ich wydzielają lub odszczepiają zasady.

Okazało się, że chrom w obecności materiałów, wydzielających zasady, tak gwałtownie przechodzi w stan sześciowartościowy, iż w czasie procesu utleniania zasady związków, wymienionych powyżej, stają się kłaczkowate i zostają porwane przez powstający chromian lub dwuchromian.

Jako związki, wydzielające zasady, można stosować sole najrozmaitsze silnych lub słabych kwasów nieorganicznych lub organicznych albo związki tlenowe o cha-

rakterze soli lub także mieszaniny, np. chlorki, siarczany, fosforany, octany, chromiany, krzemiany, gliniany, azotany, chlorki, sole nadkwasów, manganiany, nadmanganiany potasowców lub wapniowców i podobne, przyczem należy zaznaczyć, że wymienione substancje stanowią w procesie utleniania czynnik utleniający.

Skoro się używa zasadowych związków organicznych, to w większości przypadków składnik organiczny ulega odbudowie na dwutlenek węgla, który usuwa się podczas procesu lub wiąże chemicznie. Niektórych związków, wydzielających zasady, używa się bez dodatków, natomiast użycie innych, które podczas procesu utleniania odszczepiają wolny kwas, wymaga obecności środków, zobojętniających kwasy, np. tlenków lub węglanów wapniowców.

Przykład I. 16 części ferrochromu, jaknajdrobniej zmielonego

(65% Cr, 9,5% C);

10 części węglanu wapnia,

14,2 „ siarczanu sodu

i 200 „ wody

ogrzewa się w autoklawie obrotowym do 280° — 290° pod ciśnieniem w atmosferze tlenu dotąd, aż przestanie się wydzielać dwutlenek węgla. Powstaje dwuchromian sodu, który przerabia się w sposób znany po odsączeniu pozostałości nierozpuszczalnej.

Wydajność 97,1%. Zamiast węglanu wapnia można również użyć tlenku wapnia.

Przykład II. 16 części ferrochromu, jaknajdrobniej zmielonego

(65% Cr, 9,5% C);

28,4 części siarczanu sodu,

20 „ węglanu wapnia

i 200 „ wody

ogrzewa się w autoklawie obrotowym do 280 — 300° pod ciśnieniem w atmosferze tlenu dotąd, aż przestanie się wydzielać dwutlenek węgla. Otrzymuje się w ten sposób chromian sodu z wydajnością teoretyczną.

Przykład III. 16 części ferrochromu, jaknajdrobniej zmielonego

(65% Cr, 9,5% C);

39,2 części chloranu potasu,

10 „ węglanu wapnia

i 200 „ wody

ogrzewa się w autoklawie obrotowym bez dodatku tlenu dotąd, aż przestanie się wydzielać dwutlenek węgla. Pod koniec, dla podtrzymania reakcji, dodaje się nieco tlenu. Otrzymuje się dwuchromian potasu z wydajnością 70 — 80%.

Przykład IV. 16 części ferrochromu, jaknajdrobniej zmielonego

(65% Cr i 9,5% C);

139,2 części krystalicznego, dziesięciowodnego fosforanu trójsodowego

i 200 części wody

ogrzewa się w autoklawie obrotowym pod ciśnieniem w atmosferze tlenu do 280 — 300° dotąd, aż przestanie się wydzielać dwutlenek węgla.

Otrzymuje się chromian sodowy oraz fosforan dwusodowy, które oddziela się przez krystalizację. Wydajność wynosi powyżej 80%.

Przykład V. 17,3 części ferrochromu, jak najdrobniej zmielonego

(60% Cr);

35 części siarczanu potasu

i 200 „ wody

ogrzewa się w autoklawie obrotowym w ciągu paru godzin w strumieniu tlenu do 280 — 300°C. Po ostudzeniu ciecz odsącza się od pozostałości nierozpuszczalnej. Otrzymuje się kwaśny roztwór dwuchromianu potasu.

W warunkach tej reakcji następuje rozszczepienie siarczanu potasu, przyczem zespół alkaliczny powoduje pozostawanie sześciowartościowej soli chromowej, a reszta kwasowa pozostaje, jako wolny kwas nieorganiczny. Wolny kwas zatrzymuje niebawem przebieg reakcji, a mianowicie, skoro koncentracja kwasu osiągnie 0,5% wolnego H_2SO_4 .

Wydajność w przypadku powyższym wynosi 16 — 20%. Gdy proces prowadzi się w środowisku bardziej rozcieńczonem i pilnuje, aby ilość wolnego H_2SO_4 nie przekroczyła 0,5%, można uzyskać znacznie lepszą wydajność. W tym przypadku dodaje się większą ilość siarczanu potasu. Ten sposób pracy jest jednak niekorzystny, ponieważ otrzymuje się roztwory dwuchromianu kwaśne i rozcieńczone. Korzystniej jest zatem dodawać substancji, wiążących kwas, jak w przykładach I — III.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania chromianów i dwuchromianów według patentu Nr 18222 przez

traktowanie utleniające na drodze mokrej chromu metalicznego, stopów chromu lub ciał, zawierających chrom metaliczny, zamiennie tem, że używa się ciał, wydzielających zasady, zamiast wodorotlenków, węglianów lub dwuwęglianów potasowców albo wapniowców względnie oprócz związków wyszczególnionych, a przy otrzymywaniu dwuchromianów — zamiast lub oprócz chromianów.

Bozel - Malétra Société
Industrielle de Produits
Chimiques.

Zastępca: Inż. St. Pawlikowski,
rzecznik patentowy.