

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49454

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 07.II.1964 (P 103 661)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 29.V.1965

Kl. ~~12k, 11~~

12k 3/12

MKP C 01 c

UKD 661.51/54+
661.664 +
661

9/12.

Współtwórcy wynalazku: inż. Janusz Chrzanowski, Stefan Gołąb

Właściciel patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Od-
czynniki Chemiczne, Gliwice (Polska)

Sposób wyodrębniania czystego nitroprusydku sodowego z roztworu poreakcyjnego

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania czystego nitroprusydku sodowego od innych związków, znajdujących się w roztworach które otrzymuje się w wyniku reakcji żelazocyjanków i azotanów w obecności kwasów w środowisku wodnym. Znane sposoby wydzielenia nitroprusydku sodowego polegają albo na ekstrakcji nitroprusydku sodowego rozpuszczalnikami organicznymi, albo na wytrącaniu nitroprusydku w postaci soli trudno rozpuszczalnych i na konwersji tej soli za pomocą sodu na nitroprusydek sodu i trudno rozpuszczalny węgiel.

Pierwszy sposób wymaga stosowania dużych ilości rozpuszczalników, drugi natomiast jest mało wydajny z powodu rozkładu nitroprusydku w środowisku alkalicznym oraz wskutek niepełnej konwersji. Wyodrębnienie czystego nitroprusydku sodu przez krystalizację z roztworów poreakcyjnych nie stosowano dotychczas, ponieważ roztwory te są mieszaninami wieloskładnikowymi, rozdział których przez krystalizację natrafia na powszechnie znane trudności teoretyczne i praktyczne.

Celem wynalazku jest opanowanie trudności rozdziału wieloskładnikowej mieszaniny poreakcyjnej. Aby osiągnąć ten cel wytyczono sobie zadanie przebadania roztworów poreakcyjnych, pod kątem możliwości praktycznej rozdziału i optymalnych parametrów prowadzenia operacji wydzielenia czystego nitroprusydku sodu.

2

Stwierdzono, że z roztworów otrzymanych w wyniku reakcji żelazocyjanku sodu lub potasu, azotynu sodu lub potasu, kwasu azotowego i (lub) octowego w środowisku wodnym można wydzielić czysty nitroprusydek sodowy, jeżeli roztwór poreakcyjny poddaje się krystalizacji a uzyskaną po oddzieleniu ługów mieszaninę kryształów azotanu potasowego i nitroprusydku sodowego wytrawia się wodą, o temperaturze poniżej 40°C, najkorzystniej w temperaturze około 20°C, aż do całkowitego wylugowania nitroprusydku sodowego z mieszaniny krystalicznej, po czym uzyskany roztwór zawierający nitroprusydek sodowy i część azotanu potasu rozpuszczalnego w procesie lugowania, łączy się z ługami pokrystalicznymi, zagęszcza i poddaje frakcjonowanej krystalizacji, odbierając w pierwszej frakcji powyżej temperatury 40°C kryształy czystego nitroprusydku sodowego, a w drugiej frakcji mieszaninę, składającą się z nitroprusydku sodowego i azotanu potasowego, którą zawraca się do procesu lugowania wodą.

Cykl trawienia mieszaniny nitroprusydku sodu i azotanu potasu, łączne podgęszczenie ługów pokrystalicznych i potrawiennych oraz krystalizację powtarza się aż do całkowitego wydzielenia nitroprusydku sodu i otrzymania ługów pokrystalicznych zawierających wyłącznie azotan potasu, azotan sodu i (lub) octan sodu oraz maksymalnie 1—2% nitroprusydku sodowego.

Sposób wynalazku dzięki wykorzystaniu wysalającego działania zawartego w roztworze poreakcyjnym azotanu sodu i (lub) octanu sodu pozwala na osiągnięcie wysokiej wydajności procesu wyodrębniania nitroprusydku sodu bez użycia dodatkowych surowców. Dzięki temu proces jest bardziej ekonomiczny od metod dotąd znanych.

Przykład. 8 l roztworu poreakcyjnego zawierającego w objętości 600 g nitroprusydku sodowego, 800 g azotanu potasu oraz azotan sodu i (lub) octan sodu w ilości 300 g, zagęszcza się przez odparowanie go do gęstości 1,4 i oziębia do temperatury 20°C. Przy oziębianiu wykrystalizowuje mieszanina azotanu potasu i nitroprusydku sodowego. Mieszaninę tę po oddzieleniu od ługów, wytrawia się zimną wodą, biorąc na każde wytrawienie początkowo po 0,5 l wody a następnie gdy zawartość czerwonych kryształów nitroprusydku sodowego w mieszaninie krystalicznej jest już niewielka (tj. gdy w mieszaninie krystalicznej pozostaje około 10% czerwonych kryształów), po 100 ml wody do całkowitego wymycia nitroprusydku. Połączone wyciągi odparowuje się z ługami pokrystalicznymi do gęstości 1,45, a następnie po oziębieniu do 40°C odsąca lub odwirowuje kryształy nitroprusydku sodowego. Ługi po oddzieleniu nitroprusydku sodowego oziębia się dalej do temperatury 20°C.

Przy oziębianiu krystalizuje mieszanina nitroprusydku sodowego i azotanu potasu. Po oddzieleniu od ługów mieszaninę tę wytrawia się jak wyżej zimną wodą, porcjami początkowo po 200 ml, a pod koniec ługowania, gdy zawartość nitroprusydku w mieszaninie spadnie do około

10%, po 40 ml wody. Ługi z wytrawienia odparowuje się łącznie z ługami pokrystalicznymi do gęstości 1,55—1,58 i oziębia do 40°C, oddziela kryształy nitroprusydku jak wyżej omówiono, a następnie po dalszym oziębieniu do około 20°C oddziela się mieszaninę nitroprusydku z azotanem potasu w ilości 50 g, którą wykorzystuje się przy przerobie następnej szarży.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wyodrębniania z roztworu poreakcyjnego nitroprusydku sodowego otrzymanego na drodze reakcji żelazocyjanku sodowego lub potasowego z azotynem sodu lub potasu w środowisku kwaśnym, znamieny tym, że roztwór poreakcyjny poddaje się krystalizacji a uzyskaną po oddzieleniu ługów mieszaninę kryształów azotanu potasowego i nitroprusydku sodowego wytrawia się wodą o temperaturze poniżej 40°C, najkorzystniej w temperaturze około 20°C, aż do całkowitego wylugowania nitroprusydku sodowego z mieszaniny krystalicznej, po czym uzyskany roztwór, zawierający nitroprusydek sodowy i część azotanu potasu rozpuszczalnego w procesie ługowania, łączy się z ługami pokrystalicznymi, zagęszcza i poddaje frakcjonowanej krystalizacji, odbierając w pierwszej frakcji powyżej temperatury 40°C kryształy czystego nitroprusydku sodowego, a w drugiej frakcji mieszaninę, składającą się z nitroprusydku sodowego i azotanu potasowego, którą zwraca się do procesu ługowania wodą, powtarzając ten cykl operacji, aż do całkowitego wydzielenia czystego nitroprusydku sodowego z ługów macierzystych.