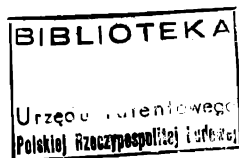


Opublikowano dnia 30 grudnia 1960 r.

C07c 53/10



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

120,12

Nr 44036

Kl. 12 m. 8

Wiesław Baranowski

Warszawa, Polska

Janusz Beer

Warszawa, Polska

Witold Jachymczyk

Warszawa, Polska

Zofia Olempska

Warszawa, Polska

120,12
C07c

Sposób wytwarzania octanu chromowego o wysokiej czystości

Patent trwa od dnia 19 września 1959 r.

Większość metod wytwarzania octanu chromowego nie pozwala na otrzymywanie tego związku w stanie wysokiej czystości. Metody te stosują jako surowiec sole chromu trójwartościowego np. aluny chromowe, siarczany chromowy itd. Związki te są łatwo dostępne w handlu jednak zawierają domieszki metali ciężkich, a w szczególności żelaza. Dotyczy to również handlowych produktów oznaczonych „czysty”. Oczyszczanie soli chromu trójwartościowego do celów wytwarzania czystego octanu chromowego jest procesem bardzo żmudnym i ze względu na wysokie koszty niemożliwym do stosowania w produkcji. Jeszcze większe trudności nastrocza

oczyszczanie gotowego octanu chromowego. Jest to związek doskonale rozpuszczalny i źle krystalizujący podobnie jak znaczna część domieszek.

Wynalazek usuwa wady znanych dotychczas sposobów wytwarzania czystego octanu chromowego i umożliwia otrzymywanie tej soli o wysokim stopniu czystości.

W sposobie według wynalazku jako surowiec wyjściowy stosuje się dwuchromiany metali alkalicznych, np. dwuchromian sodowy lub potasowy, stwierdzono bowiem, że zawarte w tym surowcu zanieczyszczenia w postaci metali ciężkich, zwłaszcza związków żelaza łatwo jest usunąć w znacznym stopniu podczas przygotowy-

wania dwuchromianu do redukcji, zaś resztę ewentualnie pozostałych zanieczyszczeń wymywa się z otrzymywanego w dalszym etapie wodorotlenku chromowego.

Sposób według wynalazku polega na tym, że najpierw rozpuszcza się w wodzie dwuchromian metalu alkalicznego i otrzymany roztwór przesącza przez gęsty filtr. Przesącz silnie zakwasza się stężonym kwasem siarkowym, najkorzystniej w ilości około 1 części wagowej stężonego kwasu siarkowego na 6 części wagowych 14–17%-owego roztworu dwuchromianu. Tak przygotowany roztwór dwuchromianu poddaje się redukcji za pomocą produktu inwersji sacharozy. Do tego celu najkorzystniej jest stosować reduktor otrzymany przez szybkie ogrzanie do temperatury wrzenia roztworu sacharozy z dodatkiem rozcieńczonego kwasu siarkowego, np. 50%-owego roztworu sacharozy z dodatkiem 2–3% wagowych około 25%-owego kwasu siarkowego.

Proces redukcji dwuchromianu przebiega z wywiązywaniem się ciepła, przy czym roztwór w miarę stopniowego dodawania reduktora zmienia barwę z pomarańczowej poprzez oliwkową na zieloną. Z otrzymanego roztworu trójwartościowej soli chromowej wytrąca się wodorotlenek chromowy za pomocą roztworu węgla sodowego. W tym przypadku istotne jest zastosowanie odpowiedniego rozcieńczenia roztworu soli chromowej, ponieważ jak stwierdzono posiada to wpływ na czystość otrzymywanego wodorotlenku chromowego. Najbardziej korzystne rozcieńczenie roztworu trójwartościowej soli chromowej wynosi około 16% (w przeliczeniu na siarczan chromowy). Wytrącony osad wodorotlenku chromowego oddziela się od roztworu przez odstanie i dekantację, po czym miesza się go z wodą i ogrzewa do temperatury około 80°C a następnie dekantuje. Po kilkakrotnym procesie płukania i dekantacji otrzymuje się czysty wodorotlenek chromowy, który następnie rozpuszcza się w kwasie octowym, przy ewentualnym ogrzewaniu mieszaniny. Otrzymany roztwór octanu chromowego przesącza się a następnie zateża początkowo w naczyniu otwartym a później pod zmniejszonym ciśnieniem. Powstającą gęstą masę suszy się w suszarce próżniowej, po czym gotowy produkt rozdrabnia się i przesiewa.

Otrzymany octan chromowy wykazuje wysoki stopień czystości. Zanieczyszczenia nierozpuszczalne w wodzie nie przekraczają 0,04% a żelazo 0,01%. Dzięki zastosowaniu sposobu według wynalazku możliwe jest otrzymywanie octanu chromowego przy znacznym zmniejszeniu kosztów

zarówno surowców jak i robocizny, np. w porównaniu z klasyczną metodą wytwarzania octanu chromowego z aluminu chromowoamonnowego. Koszta wytwarzania tego produktu sposobem według wynalazku zostały obniżone przeszło trzykrotnie, przy równoczesnym uzyskaniu produktu o czystości przewyższającej uzyskiwaną dotychczas stosowanymi metodami.

Przykład. 100 kg technicznego dwuchromianu potasowego rozpuszcza się na gorąco w 680 ml wody i sączy przez gęsty filtr. Do przesączonego roztworu dodaje się 73 ml stężonego kwasu siarkowego. Oddzielnie przygotowuje się roztwór redukujący. W tym celu 20,4 g sacharozy rozpuszcza się w 41 ml wody, dodaje 1,3 ml kwasu siarkowego rozcieńczonego wodą w stosunku 1:6 i szybko ogrzewa do wrzenia. Do dobrze wymieszanego i ostudzonego kwaśnego roztworu dwuchromianu dodaje się mieszając porcjami roztwór redukujący. Egzotermiczna reakcja przebiega samorzutnie, przy jednoczesnym zanikaniu pomarańczowej barwy dwuchromianu i występowaniu zielonego zabarwienia jonów chromu trójwartościowego. Po dodaniu roztworu redukującego należy mieszaninę dobrze wymieszać i ostudzić. Roztwór soli chromu trójwartościowego przed wytrąceniem wodorotlenku chromowego rozcieńcza się 1700 ml wody. Do tak rozcieńczonego roztworu dodaje się porcjami roztwór 145 g bezwodnego węgla sodowego w 850 ml wody. Przy ciągłym mieszaniu zachodzi wydzielanie się CO_2 i następuje wytrącanie wodorotlenku chromowego. Wytrącony osad pozostawia się do osadzenia na dnie naczynia i prawie klarowny roztwór dekantuje się a pozostałą gęstą zawiesinę zalewa się 1000 ml wody. Zawiesinę ogrzewa się mieszając do temperatury około 80°C, studzi i dekantuje. Płukanie i dekantację powtarza się trzy razy. Wypłukany osad odsącza się a następnie rozpuszcza w 122 ml kwasu octowego. Czysty klarowny roztwór octanu chromowego zateża się początkowo na powietrzu a później pod zmniejszonym ciśnieniem. Powstającą gęstą masę suszy się w suszarce próżniowej. Wysuszony gotowy octan chromowy rozdrabnia się i przesiewa. Otrzymuje się 110–115 g octanu chromowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania octanu chromowego o wysokiej czystości przez rozpuszczanie w kwasie octowym wodorotlenku chromowego, znamienny tym, że rozpuszcza się w wodzie dwuchromian metalu alkalicznego, roztwór

- sączy przez gęsty filtr i przesącz silnie zakwasza stężonym kwasem siarkowym, po czym dwuchromian redukuje się za pomocą roztworu produktu inwersji sacharozy a następnie przez dodanie roztworu węglanu sodowego wytrąca się wodorotlenek chromowy, który oddziela się od roztworu przez dekantację, kilkakrotnie przemywa wodą o temperaturze 80°C i dekantuje a w końcu rozpuszcza w kwasie octowym, zatęża roztwór i otrzymany produkt suszy i rozdrabnia.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że do wytrącania wodorotlenku chromowego stosuje się 16%-owy roztwór soli chromowej w przeliczeniu na siarczan chromowy.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że jako reduktor stosuje się roztwór produktu inwersji sacharozy otrzymany przez krótkotrwałe ogrzanie do temperatury wrzenia roztworu sacharozy z dodatkiem rozcieńczonego kwasu siarkowego.

Wiesław Baranowski
Janusz Beer
Witold Jachymczyk
Zofia Olempska

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek
rzecznik patentowy