



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 829564

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 06.08.79 (21) 2805562/23-26

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 15.05.81. Бюллетень № 18

Дата опубликования описания 17.05.81

(51) М. Кл.³

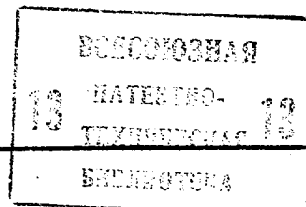
С 01 С 3/20

(53) УДК 661.
.831.38
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Н.Г. Шершнев, С.Г. Кременева, И.С. Горечий и Е.А. Ларичкин

(71) Заявитель



(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ РОДАНИДА АММОНИЯ

Изобретение относится к очистке роданида аммония от примесей для получения продукта реактивной квалификации и применяется в химической промышленности.

Известна очистка роданида аммония от примеси железа сорбцией железа в виде гидроокиси активированным углем при pH 8-9. Окончательную очистку от железа (II) проводят с помощью перекиси водорода, окисляя железо (II) до железа (III) [1]. Недостатки способа - применение дополнительного числа реактивов NH_4OH для создания pH 8-9 и для окисления железа (II) перекиси водорода.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является способ очистки растворов роданистого аммония, применяемый на Донецком заводе химреактивов. Осаждение примеси сульфат-ионов производится путем введения в раствор гидроокиси бария $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ в ко-

личестве, соответствующем стехиометрии по отношению к сульфат-ионам. Избыток гидроокиси бария при этом совершенно не допустим, поэтому осаждение ведется приливанием небольших количеств раствора гидроокиси бария в течение 25-30 мин до содержания следов сульфатов (сравнивается с типовым раствором, содержащим допустимое количество сульфатов). По окончании осаждения сульфатов осадок отделяют, а фильтрат подвергают второй стадии очистки от железа. Для создания щелочной среды вводят водный аммиак (20 мл 5% NH_4OH на 1 л раствора), а для осаждения примеси железа вводят аммоний сернистый (25 г/л раствора). При наличии полноты осаждения и незначительного избытка аммония сернистого, для осветления раствора, адсорбции смолистых веществ и коагуляции взвеси, вводят активированный уголь (7,5 г/л раствора) и водный раствор

полиакриламида (1,2 мл 1% раствора полиакриламида на 1 л раствора) [2].

Недостатки этого способа - необходимость точной дозировки гидроокиси бария, обусловленной растворимостью гидроокиси бария $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ в растворе роданида аммония (при наличии в растворе избытка гидроокиси бария продукт не проходит по показателям "оптическая плотность спиртового раствора", "нерастворимые в воде вещества"), применение дополнительного количества реагентов реактивной квалификации для осаждения примеси железа и коагуляции осадка

$[NH_4OH, (NH_4)_2S]$, что ведет к завышенным показателям (вещества, окисляемые иодом, в пересчете на серу низкой валентности), невозможность совместной очистки раствора роданида аммония от примеси сульфат-ионов и железа в одну стадию; качество продукта нестабильно и зависит от количества примесей в исходном сырье (содержание примеси железа колеблется от 0,002 до 0,004 г/л, а сульфатов - 0,04-1,2%).

Цель изобретения - упрощение процесса и повышение степени очистки.

Поставленная цель достигается тем, что для очистки роданида аммония используют карбонат бария в качестве осадителя с последующей адсорбцией активированным углем, фильтрованием, кристаллизацией и сушкой.

Карбонат бария используют в виде гранул.

Предлагаемый способ позволяет избежать точной дозировки барий-содержащего осадителя, повысить значение pH раствора до 8-9 без добавления NH_4OH , а также одновременно с сульфатами осаждают и железо, сорбируя его активированным углем без применения дополнительных осадителей $[(NH_4)_2S]$ и коагулянтов (полиакриламид). При наличии наряду с железом (III) примеси железа (II) последнее окисляют до железа (III) путем подачи в раствор воздуха.

Пример 1. В химический стакан емкостью 1 л с электрообогревом и механической мешалкой помещают 500 мл технического аммония родани-

стого. Такой раствор содержит NH_4SCN 600 г/л, SO_4^{2-} - 0,04-1,2%, железа - 0,002-0,004 г/л. Содержимое стакана нагревают до 50-60°C. Для осаждения примеси сульфатов и железа добавляют барий углекислый порошкообразный реактивной квалификации (не менее 25 г/л раствора) и активированный уголь (не менее 15 г/л). Перемешивание раствора ведут в течение 2,5 ч при работающей мешалке. При наличии примеси железа (II) в раствор подают воздух. Производят фильтрование раствора. На фильтре остается сульфат бария и активированный уголь с адсорбированным железом. Фильтрат упаривают под вакуумом 450-500 мм рт.ст. при температуре не выше 70°C до плотности 1,15-1,16 г/см, так как при температуре выше 70°C аммоний роданистый разлагается с выделением аммиака. Кристаллизацию и сушку упаренного фильтрата производят известными методами. Процесс очистки - периодический. Результат очистки роданида аммония по примеру 1 приведен в табл. 1.

Пример 2. Проводят по примеру 1, но вместо порошкообразного бария углекислого (осч) берут гранулированный технический 1 сорт ГОСТ 2149-75. Процесс очистки - периодический. Результаты анализа роданида аммония приведены в табл. 2.

Пример 3. В стеклянную колонку длиной 40 см и диаметром 4 см загружают 440 г карбоната бария гранулированного. Раствор неочищенного роданида аммония с концентрацией 602,8 г/л раствора, содержащий 0,7% сульфат-ионов и 0,02% примеси железа, пропускают через слой гранулированного карбоната бария до исчезновения сульфатов. Затем раствор очищают от железа адсорбцией на активированном угле. Избыток карбоната бария по отношению к поглотившемуся сульфатами 3:1, что значительно меньше, чем в примерах 1 и 2. Фильтрование, упаривание, кристаллизацию и сушку производят по примеру 1. Процесс очистки в колонке непрерывный. Результаты анализов приведены в табл. 3.

Т а б л и ц а 1

Компоненты	Нормы, %, по ГОСТ 3768-64 для квалификации		Данные анализв очистки по предлагаемому способу				известному			
	х.ч.	ч.д.а.	партии							
			ч.	1	2	3	4	1	2	
Роданистый аммоний, не менее	99	98	98	99,2	99,2	99,4	99,4	99,4	99,2	5
Нерастворимые в воде вещества, не более	0,005	0,01	0,02	0,0046	0,0046	0,0044	0,0044	0,0046	0,0048	
Нелетучие вещества, не более	0,01	0,02	0,05	0,009	0,009	0,009	0,009	0,009	0,01	
Сульфаты, не более	0,0025	0,005	0,02	0,0025	0,0025	0,0025	0,0025	0,0055	0,005	
Тяжелые металлы (Pb), не более	0,0003	0,0005	0,001	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	829564
Хлориды, не более	0,002	0,005	0,02	0,001	0,001	0,002	0,002	0,002	0,002	
Железо, не более	0,0001	0,0003	0,0008	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0003	0,0005	
Вещества, окисляемые иодом (в пересчете на серу низшей валентности), не более	0,002	0,005	0,01	0,00048	0,00049	0,00032	0,00034	0,002	0,002	6
Оптическая плотность спиртового раствора	0,05	0,05	не определено	0,045	0,045	0,05	0,05	0,05	0,055	

П р и м е ч а н и е . Для очистки берут сырье с содержанием SO_4^{2-} в партиях 1,2-0,6%, 3,4-1,2%; Fe в партиях 1,3-0,002%, 2,4-0,004%.

Т а б л и ц а 2

Компоненты	Нормы, %, по ГОСТ 3768-64 для квалифи- кации	Данные анализов очистки роданида аммония по примеру 2			
		1	2	3	4
Роданистый аммоний, не менее	99	99	99	99,2	99,2
Нерастворимые в воде вещества, не более	0,005	0,005	0,005	0,0045	0,0045
Нелетучие вещества, не более	0,01	0,009	0,009	0,01	0,01
Сульфаты, не более	0,0025	0,0025	0,0025	0,0025	0,0025
Хлориды, не более	0,002	0,001	0,001	0,002	0,002
Тяжелые металлы (Pb), не более	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002
Железо, не более	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001
Вещества, окисляемые иодом (в пересчете на серу низшей валентности), не более	0,002	0,00044	0,0004	0,00042	0,00042
Оптическая плотность спиртового раствора	0,05	0,0425	0,0425	0,045	0,045

П р и м е ч а н и е . В партиях 1,2 берут сырье с содержанием сульфатов - 0,6% и железа 0,002% и 0,004% соответственно.
В партиях 3,4 берут сырье с содержанием сульфатов - 1,2% и железа 0,002% и 0,004% соответственно.

Т а б л и ц а 3

Компоненты	Нормы, %, по ГОСТ 3768-64 для квалифи- кации, х.ч.	Результаты анализов очистки по примеру 3
1	2	3
Роданистый аммоний, не менее	99	99
Нерастворимые в воде ве- щества не более	0,005	0,005
Нелетучие вещества, не более	0,01	0,009
Сульфаты, не более	0,0025	0,0025
Хлориды, не более	0,002	0,002

1	2	3
Тяжелые металлы (Pb), не более	0,0002	0,0002
Железо, не более	0,0001	0,0001
Вещества, окисляемые иодом (в пересчете на серу низшей валентности), не более	0,002	0,00032
Оптическая плотность спиртового раствора, не более	0,05	0,040

Примечание. Для очистки берут сырье с содержанием примеси сульфатов 0,6% и примеси железа 0,004%.

Формула изобретения

1. Способ очистки роданида аммония, включающий осаждение примесей барий-содержащим осадителем адсорбцию активированным углем с последующим фильтрованием, кристаллизацией и сушкой, отличающийся тем, что, с целью повышения степени очистки, в качестве барий-содержащего осадителя используют карбонат бария.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что, с целью упрощения способа, карбонат бария используют в виде гранул.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе
 1. Горштейн Г.М., Тютюнова Н.Н. Труды ИРЕА, № 26, 1964, с. 383, 411.
 2. Технологический регламент производства аммония роданистого реактивного в цехе МТР. Донецкий завод химреактивов, 1970.

Составитель Т. Беренштейн

Редактор Т. Гыршкан Техред Е. Гаврилешко Корректор В. Бутяга
 Заказ 3609/71 Тираж 505 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПИ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4