



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 15.IV.1965 (P 108 418)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 15.XII.1966

Kl. 12i, 17/64

MKP C 01 b 17/64

UKD 661.8...544

BIBLIOTEKA

Urzedu Patentowego

Współtwórcy wynalazku: Aurelia Woźnicka, Stefania Koral, Maria Cierymska, Marian Makulec, Krystyna Balik

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Rudniki”, Rudniki Częstochowskie (Polska)

Sposób zabezpieczania tiosiarczanu sodowego czystego do analiz przed rozkładem w czasie suszenia

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób zabezpieczania tiosiarczanu sodowego cz.d.a. przed częściowym rozkładem na siarczyn i siarczan sodowy w czasie suszenia.

Według obowiązujących norm (PN-C-80023) tiosiarczan sodowy cz.d.a. winien odpowiadać następującym warunkom:

Zawartość tiosiarczanu w przeliczeniu na substancję bezwodną co najmniej 63,7—64,3%

Zawartość substancji nierozpuszczalnych

w wodzie maksymalnie 0,005%

Zawartość siarczanów i siarczynów

w przeliczeniu na SO_4^{2-} 0,05%

Zawartość siarczków jako S^{2-} mak-

symalnie 0,0005%

Zawartość metali ciężkich strącanych

siarkowodorem w przeliczeniu na Pb^{2+}

maksymalnie 0,001%

Zawartość żelaza jako Fe^{3+} maksymalnie

0,0005%

Zawartość wapnia Ca^{2+} maksymalnie 0,005%

Tiosiarczan sodowy cz.d.a. otrzymuje się przez oczyszczenie tiosiarczanu sodowego technicznego ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

Mechaniczne zanieczyszczenia i siarkę koloidalną usuwa się przez rozpuszczenie produktu technicznego w wodzie destylowanej, absorpcję siarki koloidalnej na węglu aktywowanym i oddzielenie fazy stałej od cieklej przez sączenie na gorąco przez worki filtracyjne. Jony Pb^{2+} , Ca^{2+} , SO_4^{2-} , któ-

2

rych zawartość sięga rzędu 0,4% usuwa się na drodze krystalizacji ługów przesączonych jak wyżej, oraz ponownego rozтворzenia kryształów w wodzie destylowanej i ponownej krystalizacji, przemycia odsączonych kryształów alkoholem lub eterem a następnie suszenia, w suszarkach szafkowych w temperaturze 35—45°.

Postępowanie takie nie zawsze prowadzi do otrzymania kryształów tiosiarczanu cz.d.a. o zawartości siarczanów i siarczynów najwyżej 0,05% (oznaczanych jako SO_4^{2-}). Często zawartość tych zanieczyszczeń jest wyższa od ilości przewidzianych normami.

Sposobem według wynalazku można uzyskać tiosiarczan sodowy o zawartości siarczanów poniżej 0,05% już po jednorazowej krystalizacji. Stwierdzono, że warunki w jakich prowadzi się suszenie tiosiarczanu mają istotny wpływ na zawartość wymienionych zanieczyszczeń w produkcie końcowym. Obecny w powietrzu kwas węglowy powoduje bowiem częściowy rozkład tiosiarczanu na siarczyn i siarczan.

Według wynalazku przeciwdziała się temu rozkładowi w ten sposób, że suszenie tiosiarczanu oczyszczonego uprzednio w znany sposób, prowadzi się w temperaturze 35—45°C w atmosferze powietrza nasyconego amoniakiem w ilości 0,02—0,04% objętościowych P_H oparów nad tiosiarczanem winno wynosić 8—9. Ta niewielka zawartość NH_3 jest wystarczająca do zobojętnienia kwasu węglo-

wego, który w stanie wolnym działa destruktywnie na tiosiarczan.

Sposób według wynalazku został opisany w poniższym przykładzie.

Przykład. Do wyparki żeliwnej emaliowanej wprowadza się 100 kg technicznego tiosiarczanu sodowego, 30 litrów wody destylowanej i 1 kg węgla aktywowanego. Zawartość wyparki ogrzewa się do około 90°C, oraz miesza do całkowitego rozpuszczenia tiosiarczanu. Po rozpuszczeniu kryształów sprawdza się alkaliczność roztworu i nastawia na wartość $pH = 9$. O ile roztwór jest zbyt alkaliczny — obniża się alkaliczność 30-procentowym kwasem octowym. Roztwór sączy się na nuczyci filtracyjnej próżniowej przez płótno filtracyjne bawełniane.

Roztwór przesączony chłodzi się jednocześnie mieszając bez przerwy. Po ochłodzeniu do około 20°C przerywa się krystalizację. Rozdziela na wirówce kryształ od ługów pokrystalicznych, płucze niewielką ilością wody destylowanej na wirówce

od zanieczyszczeń jonami Pb^{++} i Ca^{++} . Ługi pofiltracyjne zawraca się do produkcji tiosiarczanu sodowego czystego.

Odwirowany kryształ suszy się w suszarce szafkowej w temperaturze 35—45°C wysycając powietrze oparami amoniaku do zawartości 0,02—0,04% objętościowych wolnego NH_3 . Papierek uniwersalny wilgotny wskazuje P_H powietrza 8—9. Otrzymany tiosiarczan wykazuje zawartość siarczianów i siarczynów poniżej 0,05%. Wydajność tiosiarczanu sodowego cz.d.a. wynosi 75%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób zabezpieczenia tiosiarczanu sodowego czystego do analiz przed rozkładem w czasie suszenia **znamienny tym**, że oczyszczony w znany sposób wilgotny tiosiarczan sodowy suszy się w temperaturze 35—45°C w atmosferze powietrza nasyconego amoniakiem w takiej ilości, ażeby P_H oparów nad solą poddawaną suszeniu wynosiło 8—9.