



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

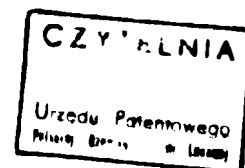
Zgłoszono: 85 12 31 (P. 257277)

Int. Cl.⁴ C07C 101/26

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 87 10 19

Opis patentowy opublikowano: 89 06 30



Twórcy wynalazku: Zbigniew Ratajewicz, Józef Sawa

Uprawniony z patentu: Politechnika Lubelska,
Lublin (Polska)

Sposób otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego.

Dotychczas w technice znany jest z polskiego opisu patentowego nr 115 918 sposób otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego polegający na roztwarzaniu elektrochemicznym żelaza metalicznego w roztworze soli sodowych kwasu wersenowego, powstałą sól żelazawą utlenia się z jednoczesną krystalizacją wersenianu sodowo-żelazowego i oddziela ługi pokrystaliczne zawracając je do elektrolizera. Znany jest również z polskiego opisu patentowego nr 135 576 sposób otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego polegający na elektrochemicznym roztwarzaniu żelaza metalicznego w roztworze soli sodowych kwasu wersenowego i dotlenianiu tlenem powietrza, przy czym proces prowadzi się w zamkniętym obiegu bez krystalizacji, do uzyskania stężenia wersenianu sodowo-żelazowego odpowiadającego stanowi nasycenia wersenianu jednosodowego w temperaturze 293–313 K, po czym roztwór przepompowuje się przez filtr do wyparki, a roztwór w obiegu uzupełnia się świeżą porcją roztworu wersenianu jednosodowego.

Istotą sposobu otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego polegającego na elektrochemicznym roztwarzaniu żelaza metalicznego, jest to, że roztwarzanie elektrochemiczne przeprowadza się w roztworze wodnym kwasu octowego kończąc je przy zawartości wolnego kwasu octowego co najmniej 0,5 m, następnie anodowo utlenia się na elektrodach grafitowych jony żelazawe z równoczesnym wytrącaniem zasadowego octanu żelazowego do zaniku wypadania octanu żelazowego, który oddziela się od roztworu, przemywa i wprowadza do zawiesiny wodnej wersenianu jednosodowego o temperaturze 70–90°C i utrzymuje się w tej temperaturze ciągle mieszając do zaniku reakcji kompleksowania, a następnie schładza się roztwór i poddaje krystalizacji, oddzielając kryształy wersenianu sodowo-żelazowego, natomiast odzyskany roztwór kwasu octowego stosuje się do ponownej syntezy octanu żelazowego.

Korzystnym skutkiem wynalazku jest to, że pozwala na otrzymywanie odczynnika o czystości odczynnikowej powodując przy jego syntezie praktycznie całkowite wykorzystanie kwasu octowego i wersenowego.

Jednocześnie w dotychczasowych metodach przy wytwarzaniu wersenianu sodowo-żelazowego otrzymuje się jako produkty uboczne roztwory zanieczyszczone soli kuchennej w ilościach

trzykrotnie wyższych molowo niż otrzymywany produkt. Przy anodowym roztwarzaniu żelaza w roztworach odpowiednich wersenianów sodowych powstające jony żelazawe powodują rozkład kwasu wersenowego obniżając wydajność procesu i jednocześnie zanieczyszczając elektrolit produktami rozkładu.

Przykład. Przez elektrolizer z anodami żelaznymi o pojemności 4 dm^3 z 2 dm^3 elektrolitu z 3 m kwasem octowym przepuszcza się ładunek prądu 54 Ah o gęstości prądu anodowego do 2 A/dm^2 w celu uzyskania octanu żelazawego. Następnie uzyskany roztwór octanu żelazawego wprowadza się do elektrolizera z anodami grafitowymi, gdzie octan żelazawy poddaje się utlenianiu anodowemu przy gęstości prądu anodowego do 2 A/dm^2 i ładunku prądu 27 Ah, w wyniku czego uzyskuje się trudno rozpuszczalny zasadowy octan żelazowy, który odsącza się i przemywa wodą destylowaną uzyskując 200 g osadu. Octan żelazowy w ilości 200 g wprowadzono do $0,5 \text{ dm}^3$ zawiesiny wodnej wersenianu jednosodowego o temperaturze 70°C zawierającej 292 g kwasu wersenowego, ciągle mieszając, a po zmianie zabarwienia mieszaniny na jasnobrązowe, to jest po zakończeniu reakcji kompleksowania poddano ją krystalizacji. Uzyskano 409 g wersenianu sodowo-żelazowego oraz 2 mole kwasu octowego w ługach pokrystalicznych, który można stosować do dalszej syntezy octanu żelazowego. Po rekrystalizacji uzyskano produkt o czystości odczynnikowej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego polegający na elektrochemicznym roztwarzaniu żelaza metalicznego, znamienny tym, że roztwarzanie elektrochemiczne przeprowadza się w roztworze wodnym kwasu octowego kończąc je przy zawartości wolnego kwasu octowego co najmniej 0,5 m, następnie anodowo utlenia się na elektrodach grafitowych jony żelazawe z równoczesnym wytrącaniem zasadowego octanu żelazowego do zaniku wypadania octanu żelazowego, który oddziela się od roztworu, przemywa i wprowadza do zawiesiny wodnej wersenianu jednosodowego o temperaturze $70\text{--}90^\circ\text{C}$ i utrzymuje się w tej temperaturze ciągle mieszając do zaniku reakcji kompleksowania, a następnie schładza się roztwór i poddaje krystalizacji, oddzielając kryształy wersenianu sodowo-żelazowego, natomiast odzyskany roztwór kwasu octowego stosuje się do ponownej syntezy octanu żelazawego.