POLSKA RZECZPOSPOLITA LUDOWA

URZĄD PATENTOWY PRL

OPIS PATENTOWY

115918

Patent dodatkowy
do patentu nr ————

Zgłoszono: 09.06.78 (P. 207539)

Pierwszeństwo: ————

Zgłoszenie ogłoszono: 14.01.80

Opis patentowy opublikowano: **16.08.1982**

Int. Cl.[2] **C07C 101/26**

CZYTELNIA
Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Zbigniew Ratajewicz, Ludmiła Szlemińska, Józef Sawa, Lesław Miśniakiewicz, Stanisław Szewczak

Uprawniony z patentu: Politechnika Lubelska, Lublin (Polska)

Sposób otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego. Sposób według wynalazku może znaleźć szerokie zastosowanie w zakładach produkujących odczynniki chemiczne.

Dotychczas znane i stosowane sposoby otrzymywania tego związku polegają na zmieszaniu roztworu łatwo rozpuszczalnej soli żelazowej — najczęściej chlorku lub siarczanu żelazowego z solą sodową lub według polskiego opisu patentowego Nr 43 664 — z solą sodowo-wapniową kwasu wersenowego w stosunku molowym około 1:1. W wyniku reakcji powstaje roztwór wersenianu sodowo-żelazowego, który zawiera sól sodową np. chlorek lub siarczan oraz może zawierać zawiesinę siarczanu wapniowego, oddzielaną od roztworu. Z roztworu wydziela się stały wersenian sodowo-żelazowy przez zatężanie i krystalizację lub według polskiego opisu patentowego nr 43 665 przez wkraplanie do alkoholu np. metylowego, oddziela od ługów pokrystalicznych i suszy.

Opisana metoda posiada zasadniczą niedogodność, polegającą na zanieczyszczeniu produktu solami sodowymi zawierającymi anion użytej do reakcji soli żelazowej. Znany jest również sposób otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego polegający na otrzymaniu węglanu lub wodorotlenku żelazowego, a następnie przeprowadzeniu reakcji otrzymanego półproduktu z kwasem wersenowym i ługiem sodowym lub bezpośrednio z wersenianem jednosodowym.

2

Dalsze postępowanie jest analogiczne jak w metodzie opisanej poprzednio. Największą trudnością w tej metodzie jest otrzymywanie czystego węglanu lub wodorotlenku żelazowego gdyż proces ten jest bardzo pracochłonny.

Celem wynalazku jest otrzymanie wersenianu sodowo-żelazowego o wysokiej czystości z pominięciem podanych niedogodności.

Zgodnie z założonym rozwiązaniem zagadnienia technicznego opracowano metodę, polegającą na elektrochemicznym roztwarzaniu żelaza metalicznego w roztworze soli sodowych kwasu wersenowego o pH 2—6, najkorzystniej około pH 4, w temperaturze 300—350 K. Powstającą sól żelazawą utlenia się najkorzystniej tlenem powietrza. W wyniku utleniania powstaje wersenian sodowo-żelazowy, który krystalizuje się i oddziela od ługów pokrystalicznych. Ługi te po korekcji składu i temperatury zawraca się do elektrolizera.

Metoda upraszcza proces produkcji i obniża jego koszty, wielokrotnie zmniejsza ilość ścieków oraz umożliwia otrzymanie produktu o wysokiej czystości. Ponadto, z uwagi na stopniowe powstawanie wersenianu sodowo-żelazowego w nasyconym roztworze w obecności kryształów tej substancji, unika się trudności związanych z kry-

stalizacją i potrzeby stosowania alkoholu według polskiego opisu patentowego Nr 43 665.

W niżej podanym przykładzie stosowania sposobu według wynalazku jest wykorzystana aparatura, którą schematycznie pokazano na rysunku.

Przykład. 4 płyty z żelaza Armco umieszczono w elektrolizerze **1** wypełnionym roztworem mieszaniny wersenianów jedno i dwusodowego. Podłączono prąd przemienny o napięciu 30 V do skrajnych płyt i rozpoczęto proces elektrolizy w temperaturze 60°C (333 K). Po 2 godzinach włączono pompę **2** i wymuszono obieg elektrolitu, który z elektrolizera **1** przez wymienioną pompę **2** przepływał do zbiornika napowietrzającego **3**, w którym rozpoczynała się krystalizacja wersenianu sodowo-żelazowego.

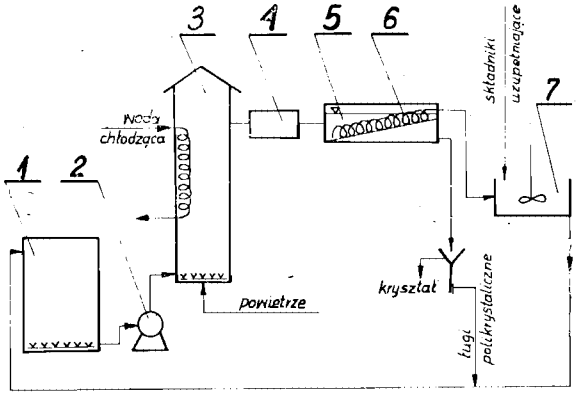
Po utlenieniu i ostudzeniu w odcinku rury **4** pełniącym rolę chłodnicy, dalsza krystalizacja połączona z sedymentacją przebiegała w odstojniku **5**. Powstały kryształ opadający na dno odstojnika **5** usuwano ślimakiem **6** z roztworu i wirowano, a roztwór o temperaturze około 40°C (313 K) przepływał do zbiornika **7**, w którym następowało podgrzanie do 60°C (333 K) i uzupełnienie wersenianem jednosodowym. Roztwór ten następnie kierowano z powrotem do elektrolizera **1**, gdzie powstawała dalsza porcja wersenianu żelazawego.

Dzięki ciągłej wymianie elektrolitu uniknięto powstawania w elektrolizerze osadu i blokowania elektrod. Otrzymany wersenian sodowo-żelazowy i ważono. Wydajność prądowa określona po 3 godzinach od momentu włączenia pompy wyniosła 70% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania wersenianu sodowo-żelazowego, **znamienny tym**, że żelazo metaliczne roztwarza się elektrochemicznie w roztworze soli sodowych kwasu wersenowego o pH 2—6 najkorzystniej około 4 w temperaturze 300—350 K, powstałą sól żelazawą utlenia się, najkorzystniej tlenem powietrza, krystalizuje wersenian sodowo-żelazowy i oddziela od ługów pokrystalicznych, które po korekcji składu i temperatury zawracane są do elektrolizera.

Fig. 1



DN-3. z. 107/82

Cena 100 zł