

Danuta MAZONSKA, Teofil KOROLEWICZ,
Jerzy KUBALA

Instytut Chemii i Technologii
Nieorganicznej

OTRZYMYWANIE WĘGLANU SODOWEGO WYSOKIEJ CZYSTOŚCI

Streszczenie. Opisano metodę otrzymywania węglanu sodowego wysokiej czystości, polegającą na ekstrakcji zanieczyszczeń z roztworu Na_2CO_3 w postaci 8-hydroksychinolinianów i dwuetylodwułtliokarbaminianów przy pH 11,5 i po wysyceniu dwutlenkiem węgla przy pH 9,5. Strącony w obecności wersenianu sodowego wodorowęglan sodowy rozkłada się w temp. 180°C. Zawartość zanieczyszczeń w otrzymanym węglanie sodowym wynosi: Ag, Cu, Mn, Pb, Tl poniżej $1 \cdot 10^{-5}\%$, Al, Fe, Mg poniżej $3 \cdot 10^{-5}\%$, Ca, K, Sr poniżej $1 \cdot 10^{-4}\%$.

Węglan sodowy wysokiej czystości znajduje zastosowanie w analizie chemicznej. Przy oznaczaniu śladów niektórych pierwiastków, nieodzownym jest stosowanie odczynników najwyższej czystości. I tak np. przy oznaczaniu śladowych ilości krzemionki (1-2) okazało się niezbędnym stosowanie węglanu sodowego o jak najmniejszej zawartości krzemu. Zaistniała więc konieczność opracowania metody otrzymywania Na_2CO_3 , w którym zawartość zanieczyszczeń byłaby jak najmniejsza. Spośród wielu sposobów otrzymywania węglanu sodowego na uwagę zasługiwała metoda Solvay'a lub oczyszczanie Na_2CO_3 metodami fizykochemicznymi. Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, że stosowanie metody Solvay'a wymaga, jako surowca, wysokiej czystości chlorku sodowego, amoniaku i dwutlenku węgla, a uzyskany produkt zawiera zbyt wielkie ilości chlorku. Korzystniejszym wydawał się sposób otrzymywania węglanu sodowego z zastosowaniem fizykochemicznych metod oczyszczania Na_2CO_3 .

Opisana poniżej metoda polega na oczyszczaniu roztworu Na_2CO_3 na drodze ekstrakcji zanieczyszczeń przy użyciu 8-hydroksychinolininy i karbaminianu sodowego przy pH 11,5, a następnie po częściowym wysyceniu roztworu dwutlenkiem węgla przy pH 9,5. Z roztworu po ekstrakcji strąca się wodorowęglan sodowy przez wprowadzenie CO_2 w obecności wersenianu sodowego. Odsączony osad NaHCO_3 suszy się i rozkłada w temperaturze 180°C. Otrzymany węglan sodowy przemywa się alkoholem etylowym w celu usunięcia zanieczyszczeń organicznych.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Odczynniki:

Węglan sodowy cz.d.a. - P.P.H. "POCh"

Karbaminian sodowy cz.d.a. - P.P.H. "POCh"

8-hydroksychinolina cz.d.a. - P.P.H. "POCh"

n-butyloamina destylowana,

chloroform cz.d.a. podwójnie destylowany,

alkohol izoamylový cz.d.a. podwójnie destylowany,

kwás wersenowy otrzymany przez wytrącenie kwasem solnym sp.cz. z roztworu soli dwusodowej EDTA,

dwutlenek węgla z butli gazowej.

1. Otrzymywanie węglanu sodowego sp.cz.

Do roztworu zawierającego 200 g węglanu sodowego cz.d.a. w 1 dm³ H₂O dodawano 1,4 g karbaminianu sodowego i pozostawiano na okres kilku godzin.

Otrzymany roztwór sączono i ekstrahowano trzykrotnie po 5 minut świeżymi porcjami 0,1 M roztworu 8-hydroksychinoliny w mieszaninie chloroformu i alkoholu izoamylového (4:1). Ekstrakcję prowadzono każdorazowo w obecności 2 cm³ n-butyloaminy. Stosunek fazy wodnej do organicznej wynosił 10:1.

Po oddzieleniu fazy organicznej, wody roztwór wysycano dwutlenkiem węgla do pH = 9,5, po czym ekstrahowano trzykrotnie 0,1 M roztworem 8-hydroksychinoliny w mieszaninie chloroformu i alkoholu izoamylového (4:1). Stosunek faz 10:1. Po oddzieleniu fazy organicznej do mieszaniny roztworów węglanu sodowego i wodorowęglanu sodowego dodano 2,9 g kwasu wersenowego i pozostawiono na okres 12 godzin, po czym wysycano gazowym dwutlenkiem węgla w ciągu 9 godzin.

Wytrącony osad wodorowęglanu sodowego odsączano a przesącz wysycano ponownie dwutlenkiem węgla w ciągu 6 godzin. Otrzymane osady połączone, pręmywano niewielką ilością zdejonizowanej wody i po wysuszeniu poddawano rozkładowi w temperaturze 180°C przez 20 godzin. Wydajność procesu 60%.

2. Analiza otrzymanego węglanu sodowego

Zawartość zanieczyszczeń w otrzymanym węglanie sodowym oznaczano metodą spektrochemiczną po wydzieleniu zanieczyszczeń na drodze ekstrakcji oraz przez bezpośrednią analizę spektrograficzną Na₂CO₃.

Odwagę 20 g badanego węglanu sodowego w polietylenowym naczyniu zobojętniano kwasem solnym sp.cz. (1:1) i rozcieńczano wodą do objętości 100 cm³. pH otrzymanego roztworu doprowadzano do wartości 7,5. Całość przenoszono do rozdzielacza i ekstrahowano kolejno karbaminiany oraz 8-hydroksychinoliny mieszaniną chloroformu i alkoholu izoamylového (4:1). Ekstrakty od-

parowywano w zlewkach teflonowych dodając 0,2 g podłoża grafitowego, suszono w temperaturze 55° i homogenizowano.

Wzorce spektrograficzne sporządzano przez odparowanie roztworów azotanów każdego z oznaczanych pierwiastków na podłożu grafitowym z dodatkiem 4% NaCl sp.cz.

Zdjęcia spektrograficzne wykonywano na spektrografie średniej dyspersji Q-24, stosując klisze Spektral-Platten Blau Hart ORWO i elektrody grafitowe o średnicy 6 mm firmy Elektrokarbon - Topolcany. Po ustaleniu warunków analizy, około 40 mg wzorca lub koncentratu wprowadzano do kraterów przedpalanych elektrod węglowych, wzbudzano w aktywowanym łuku prądu zmiennego o natężeniu 8 A, stosując szczelinę o szerokości 0,015 mm, przerwę analityczną 3 mm, czas naświetlania 60 s.

Wzorce spektrograficzne do bezpośredniej analizy Na_2CO_3 sporządzono przez dodatek odpowiednich ilości roztworów oznaczanych pierwiastków do 2 g węgla sodowego sp.cz., rozpuszczonego w wodzie i uzupełnienie roztworów do stałej objętości.

Roztwory wzorców odparowywano do sucha i homogenizowano.

Próbki węgla sodowego oraz wzorce na osnowie Na_2CO_3 wprowadzano do kraterów przedpalanych elektrod, wzbudzano w łuku prądu stałego o natężeniu 8 A, stosując szczelinę o szerokości 0,015 mm, przerwę analityczną 3 mm, czas naświetlania 60 s.

W oparciu o wszystkie uzyskane wyniki pomiarów mikrofotometrycznych, określono krzywe analityczne w układzie współrzędnych: $\Delta P, \log c$

$$\Delta P = P_{1+t} - P_t$$

P_{1+t} - przekształcone zaczerwienie linii i tła,

P_t - przekształcone zaczerwienie tła,

c - stężenie oznaczanych pierwiastków.

Korzystano z następujących linii analitycznych:

Ag - 323,0 nm, Cu - 324,7 nm, Zn - 279,4 nm, Pb - 283,3 nm, Tl - 276,7 nm,
Al - 302,2 nm, Fe - 302,0 nm, Mg - 279,5 nm, Ca - 324,7 nm, Sr - 460,8 nm.

Potas oznaczono po zagęszczeniu metodą fotometrii płomieniowej.

Zawartość zanieczyszczeń w otrzymanym węglu sodowym:

Ag, Cu, Zn, Pb, Tl - poniżej $1 \cdot 10^{-5}\%$, Al, Fe, Mg - poniżej $3 \cdot 10^{-5}\%$,
Ca, Sr, K - poniżej $1 \cdot 10^{-4}\%$.

LITERATURA

- [1] Baker P.M., Farrant B.R.: *Analyst* **93**, 732 (1968).
[2] Kostrikin J.M., Štern O.M., Dzysluk A.A.: *Tiepłoennergetika* **3**, 93 (1966).

ПОЛУЧЕНИЕ УГЛЕКИСЛОГО НАТРИЯ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Резюме

Предложен метод получения углекислого натрия основан на экстракции примесей в виде 8-оксихинолинов и диэтилдитиокарбаматов из раствора Na_2CO_3 при pH 11,5 и после насыщения двуокисью углерода при pH 9,5. Осажденный в присутствии трилона Б кислый карбонат натрия разлагается при 180°C . Содержание примесей в полученном Na_2CO_3 : Ag, Cu, Mn, Pb, Tl ниже $1 \cdot 10^{-5}\%$, Al, Fe, Mg ниже $3 \cdot 10^{-5}\%$, Ca, K, Sr ниже $1 \cdot 10^{-4}\%$.

PREPARATION OF HIGH-PURITY SODIUM CARBONATE

Summary

Method of preparation of high-purity sodium carbonate by means of extraction of impurities from Na_2CO_3 solution in the form of 8-hydroxyquinolines and diethyldithiocarbamates at pH 11,5 and after saturation with carbon dioxide at pH 9,5 has been described. In the presence of EDTA sodium bicarbonate was decomposed at 180°C . The content of impurities in Na_2CO_3 obtained is as follows: Ag, Cu, Mn, Pb, Tl below $1 \cdot 10^{-5}\%$, Al, Fe, Mg below $3 \cdot 10^{-5}\%$, Ca, K, Sr below $1 \cdot 10^{-4}\%$.