



УКРАЇНА

(19) UA (11) 79707 (13) C2
(51) МПК (2006)
C01B 11/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ СОЛЕЙ ЙОДНУВАТОЇ КИСЛОТИ

1

(21) а200602727

(22) 14.03.2006

(24) 10.07.2007

(46) 10.07.2007, Бюл. №10, 2007р.

(72) Антонов Віктор Рюрикович, Білоножко Віктор Васильович, Вавулицький Олександр Семенович, Овчінніков Анатолій Інокентійович, Рябцев Борис Олексійович, Чеброва Тетяна Іванівна

(73) ВІДКРИТЕ АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО "НАУКОВО-ВИРОБНИЧЕ ОБ'ЄДНАННЯ "ЙОДОБРОМ"

(56) SU 1690317, А1, 11.20.1999

JP 2003299215, А, 17.03.2005

US 3378337, А, 16.04.1968

(57) 1. Спосіб одержання солей йоднуватої кислоти, що включає взаємодію сполуки, що є джерелом йоду, з перекисом водню в присутності йоднуватої кислоти, нейтралізацію одержаного кислого розчину гідроксидом відповідного металу, криста-

2

лізацію і сушіння продукту, який **відрізняється** тим, що як сполуку, що є джерелом йоду, беруть розчин йодиду металу або розчин йоду і йодиду металу, і даний розчин дозують у розчин йоднуватої кислоти одночасно з перекисом водню.

2. Спосіб одержання солей йоднуватої кислоти за п.1, який **відрізняється** тим, що як сполуку, що є джерелом йоду, беруть розчин йодиду металу або розчин йоду і йодиду металу, що одержують розчиненням йоду в розчині гідроксиду відповідного металу.

3. Спосіб одержання солей йоднуватої кислоти за будь-яким з пп. 1, 2, який **відрізняється** тим, що до одержаного розчину солі йоднуватої кислоти додають розчин солі відповідного металу, йодат якого менш розчинний, ніж сіль йоднуватої кислоти, що була присутня у вихідному розчині.

Винахід відноситься до технології одержання йоднуватої кислоти і йодатів металів. Винахід знайде застосування в хімічній, фармацевтичній і харчовій промисловості при виготовленні йодовмісних сполук.

Відомі способи одержання йодатів металів, засновані на окисненні йоду чи йодиду металу окислювачами, такими як бертолетова сіль, хлор, бром [В.И. Ксензенко, Д.С. Стасиневич. Химия и технология брома, йода и их соединений. - М.: Химия, 1995, стр.399; Г. Реми. Курс неорганической химии, т.1 - М.: Мир, 1972, стр.777]. Недоліком цих способів є використання високих концентрацій особливо небезпечних окислювачів, необхідність утилізації побічних продуктів реакції, необхідність додаткових технологічних стадій для одержання якісного продукту, потреба в спеціальному корозійностійкому обладнанні і засобах техніки безпеки для збереження і використання окислювачів.

Найбільш близьким способом одержання йоднуватої кислоти та її солей по технічній суті є спосіб, що ґрунтується на реакції окислення йоду перекисом водню в присутності йоднуватої кислоти при температурі 60-80°C [Патент US 3378337, 16.04.68]. Перевагою цього способу є одержання чистих розчинів йоднуватої кислоти, не забруднених іншими солями або кислотами. Але низька

розчинність йоду у воді обмежує швидкість реакції окислення йоду перекисом водню у розчині, в результаті при даній температурі частина перекису водню не встигає прореагувати з йодом і розкладається з виділенням кисню. Пухирці кисню, що осідають на поверхні кристалічного йоду, ще більше гальмують процес розчинення йоду. Одержання дрібнокристалічного йоду є трудомісткий і небезпечний для здоров'я процес. Проведення процесу при високій температурі і надлишку кристалічного йоду в реакційній масі збільшують витрати за рахунок сублимації йоду. Сублимований йод, осідаючи на кришці реактора, може обсіпатися в реакційний розчин після завершення процесу окислення, що погіршує якість одержуваного продукту.

Метою винаходу є спрощення та скорочення тривалості технологічного процесу, зниження витрат перекису водню і йоду.

Поставлена мета досягається тим, що розчин йодистоводневої кислоти чи йодиду відповідного металу, або розчин йоду в йодистоводневій кислоті чи в розчині йодиду відповідного металу, дозують у розчин йоднуватої кислоти, одночасно в розчин йоднуватої кислоти дозують розчин перекису водню.

(13) C2

(11) 79707

(19) UA

Спосіб, який заявляється, характеризується як відомими ознаками:

- окислення йоду до йоднуватої кислоти перекисом водню в присутності йоднуватої кислоти;

- нейтралізація розчину йоднуватої кислоти гідроксидом металу; так і новими ознаками:

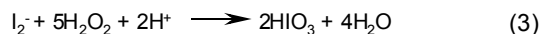
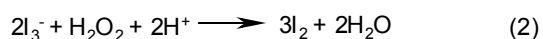
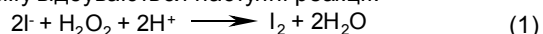
- що як сполуку, що є джерелом йоду, беруть розчин йодиду металу або розчин йоду і йодиду металу і даний розчин дозують у розчин йоднуватої кислоти одночасно з перекисом водню;

- що як сполуку, що є джерелом йоду, беруть розчин йодиду металу або розчин йоду і йодиду металу, що одержують розчиненням йоду у розчині гідроксиду відповідного металу;

- до розчину йоднуватої кислоти і/чи її солі, отриманому після проведення реакції окислення, додають розчин солі відповідного металу, йодат якого менше розчинний, чим йоднувата кислота чи її сіль, що присутні у вихідному розчині.

Спосіб полягає в наступному.

Для одержання йоднуватої кислоти або йодату металу як вихідні реагенти використовується розчин йодистоводневої кислоти чи розчин йодиду металу, або йод, розчинений у розчині йодистоводневої кислоти чи в розчині йодиду металу. Розчин йодиду або йодиду з йодом, дозують у розчин йоднуватої кислоти, одночасно в розчин йоднуватої кислоти дозують розчин перекису водню. При цьому відбуваються наступні реакції:



Йод, що утворився у розчині по реакції (1) і (2), відразу реагує з перекисом водню по реакції (3), це виключає утворення кристалічної фази йоду, збільшує швидкість реакції між йодом і перекисом водню, практично виключає витрати йоду за рахунок сублимації і знижує самовільний розпад перекису водню.

З отриманого розчину кристалізують цільовий продукт, відокремлюють від маточного розчину і сушать.

Приклад 1. Одержання йодату натрію. Розчин йодиду натрію дозують у розчин йоднуватої кислоти й одночасно в розчин йоднуватої кислоти дозують розчин перекису водню. Після синтезу безбарвний розчин йоднуватої кислоти і йодату натрію нагрівають для розкладу можливих залишків перекису водню, далі випаровують до початку кристалізації йодату натрію і охолоджують, одержуючи кристали йодату натрію. Кристали йодату натрію відокремлюють від маточного розчину і сушать. Маточний розчин використовують як вихідний розчин йоднуватої кислоти для наступного синтезу.

Приклад 2. Одержання йодату натрію. Кристалічний йод розчиняють у розчині йодиду натрію. Отриманий розчин дозують у розчин йоднуватої

кислоти й одночасно в розчин йоднуватої кислоти дозують розчин перекису водню. Після синтезу безбарвний розчин йоднуватої кислоти і йодату натрію нагрівають для розкладу можливих залишків перекису водню, невелику частину маточного розчину відбирають для наступного синтезу, а більшу нейтралізують гідроксидом натрію, випаровують насухо, одержуючи кристали йодату натрію.

Приклад 3. Одержання йодату натрію. Йод розчиняють у розчині гідроксиду натрію з утворенням розчину йодиду і йодату натрію. Отриманий розчин дозують у розчин йоднуватої кислоти й одночасно в розчин йоднуватої кислоти дозують розчин перекису водню. Після синтезу безбарвний розчин йоднуватої кислоти і йодату натрію нагрівають для розкладу можливих залишків перекису водню, далі випаровують до початку кристалізації йодату натрію і охолоджують, одержуючи кристали йодату натрію. Кристали йодату натрію відокремлюють від маточного розчину і сушать. Маточний розчин використовують як вихідний розчин йоднуватої кислоти для наступного синтезу.

Приклад 4. Одержання йодату калію. Надлишок йоду розчиняють у розчині гідроксиду калію. Отриманий розчин дозують у розчин йоднуватої кислоти й одночасно в розчин йоднуватої кислоти дозують розчин перекису водню. Після синтезу безбарвний розчин йоднуватої кислоти і йодату калію нагрівають для розкладу можливих залишків перекису водню, невелику частину маточного розчину відбирають для наступного синтезу, а більшу частину нейтралізують гідроксидом калію, випаровують насухо, одержуючи кристали йодату калію.

Приклад 5. Одержання йодату кальцію. До отриманого розчину йоднуватої кислоти і/чи її солі, після проведення реакції окислення чи до маточного розчину за прикладами 1-5, додається розчин хлориду кальцію.

Йодат кальцію має меншу розчинність, чим розчинність йоднуватої кислоти, йодату калію і йодату натрію, тому кристалізується і випадає в осад. Кристали йодату кальцію відокремлюють від маточного розчину, промивають і сушать.

Пропонований спосіб одержання солей йоднуватої кислоти дозволяє:

- 1) спростити технологічний процес, виключивши трудомістку і небезпечну стадію подрібнення кристалічного йоду;

- 2) скоротити тривалість технологічного процесу, за рахунок збільшення швидкості окислення;

- 3) знизити витрати перекису водню на окислення;

- 4) знизити втрати йоду за рахунок зменшення його сублимації;

- 5) підвищити якість одержуваних продуктів, за рахунок виключення попадання в нього кристалічного йоду.