

(19) **KG** (11) **538** (13) **C1**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО ПО НАУКЕ И
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ (51)⁷ **C01D 3/08**
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

к предварительному патенту Кыргызской Республики

(21) 20010068.1

(22) 14.11.2001

(46) 30.11.2002, Бюл №11

(71)(73) Усубакунов М.У., Жунушов А.Т. (KG)

(72) Усубакунов М.У., Жунушов А.Т., Жеенбаев Ж.Ж., Иманакунов Б.И., Чукулова У.Э., Мамытова С.А., Майрыкова Н.К., Джамгырчиева Т.Т., Никольская Н.А., Исмаилова Ж. (KG)

(56) Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые химические вещества. – М.: Химия, 1974. – С. 285

(54) **Способ получения натрия хлорида**

(57) Изобретение относится к технологии минеральных солей и может быть использовано для получения натрия хлорида, пригодного для применения в медицине в качестве изотонического раствора для инъекций. Задачей изобретения является разработка способа получения натрия хлорида, пригодного для изготовления физиологических растворов из природных каменных солей с содержанием в них натрия хлорида от 20 до 92%. Задача решается разработкой способа получения натрия хлорида, включающего растворение исходного сырья, фильтрацию, нагревание с введением хлористого бария в кислой среде, нейтрализацию и введение растворов едкого натрия и карбоната натрия, упаривание и сушку, в котором в качестве исходного сырья берут природную каменную соль с содержанием натрия хлорида от 20 до 92%, вводят хлористый барий до его избытка на 3%, осаждение сульфат ионов ведут в кислой среде с рН 1, а ионов кальция, магния и тяжелых металлов – в среде с рН 10, прокаливание проводят при 400°C в течение 40 мин. Преимуществом способа является высокий процент выхода целевого продукта, простота в использовании, не требующая сложного аппаратного оформления, низкая себестоимость. 4 пр.

Изобретение относится к технологии минеральных солей и может быть использовано в медицине для получения натрия хлорида, пригодного для изготовления изотонического раствора для инъекции.

Известен способ тонкой очистки стандартных сортов соли путем перекристаллизации, промывки чистым соляным раствором, а также обработкой концентрированной соляной кислотой (Позин М.Е. Технология минеральных солей. – Л: Химия, 1974. – С. 93).

Известен способ получения натрия хлорида, марки «ч» и «чда» заключающийся в том, что техническую поваренную соль растворяют, полученный рассол отстаивают, де-

кантируют, подкисляют соляной кислотой до слабокислой реакции, нагревают, приливают раствор хлористого бария, нагревают 20 мин, отстаивают, фильтруют, нейтрализуют раствором едкого натрия, приливают раствор карбоната натрия, фильтруют, нейтрализуют соляной кислотой, упаривают, вычерпывая натрия хлорид, отстаивают, промывают и сушат при 70-100°C (Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые химические вещества. – М.: Химия, 1974. – С. 285).

Недостатком является то, что известный способ не позволяет получить из технической поваренной соли натрия хлорид марки «химически чистый» («х.ч.»), пригодного для изготовления изотонического раствора для инъекций, применяемого в медицине.

Задачей изобретения является разработка способа получения натрия хлорида марки «х.ч.», применяемого в медицине для приготовления изотонического раствора для инъекций.

Задача решается разработкой способа получения натрия хлорида, включающий растворение исходного сырья, фильтрацию, нагревание с введением хлористого бария в кислой среде, нейтрализацию и введение растворов едкого натрия и карбоната натрия, упаривание и сушку в котором в качестве исходного сырья берут природную каменную соль с содержанием натрия хлорида от 20 до 92%, вводят хлористый барий до его избытка на 3%, осаждение сульфатионов ведут в кислой среде с рН 1, а ионов кальция, магния и тяжелых металлов – в среде с рН 10, прокаливание проводят при 400°C в течение 40 мин.

Для осуществления способа природную каменную соль растворяют, полученный рассол фильтруют, подкисляют до рН 1, кипятят, осаждают сульфат-ионы при избытке хлористого бария на 3%, фильтруют, нагревают, прибавляют едкий натр до рН 10 для осаждения гидроокиси магния с последующей добавкой раствора карбоната натрия для полного осаждения ионов кальция, бария и тяжелых металлов, фильтруют, подкисляют концентрированной соляной кислотой до рН 3, упаривают на водяной бане, выделившийся натрия хлорид промывают дважды холодным бидистиллятом, фильтруют под вакуумом, сушат при 70°C с последующим прокаливанием целевого продукта при 400°C в течение 40 мин.

Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1.

1 кг природной каменной соли месторождения Кетмень-Тюбе с содержанием 92% натрия хлорида растворяют в 3 л дистиллированной воды, фильтруют от нерастворившегося остатка, который составляет 41.25 г. Полученный рассол объемом 3.2 л, содержащий натрия хлорид. – 919.29 г, сульфат-ионов – 15.75 г, кальция 6.97 г, магния – 0.32 г и солей тяжёлых металлов – 0.01 г, подкисляют концентрированной соляной кислотой до рН 1, кипятят 30 минут, приливают раствор 40.08 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в 200 мл воды (с избытком BaCl_2 по отношению к сульфат-ионам на 3%), смесь отстаивают, фильтруют, нейтрализуют едким натрием до рН 10, приливают раствор 75 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в 200 мл воды до полного осаждения ионов кальция, магния, тяжелых металлов и избытка бария в виде карбонатов кальция и бария, гидрооксидов магния и солей тяжелых металлов, кипятят 20 минут для их быстрого осаждения, фильтруют, подкисляют концентрированной соляной кислотой до рН 3 и упаривают на водяной бане. Выделившийся натрия хлорид промывают дважды холодным бидистиллятом, фильтруют под вакуумом, сушат при 70°C. Прокаливают в муфельной печи при 400°C в течение 40 мин.

Получают 889.770 г или 96.7% целевого продукта – белое кристаллическое вещество без запаха, с содержанием натрия хлорида не менее 99.97%. В целевом продукте содержание примесей соответствует марки «х.ч.».

Кроме того, содержание 23 микропримесей находятся в пределах 10^{-4} – $10^{-70}\%$. Анализы выполнены на атомно-эмиссионном спектрометре с индивидуально-связанной плазмой.

Пример 2.

1 кг природной каменной соли месторождения Кетмень-Тюбе с содержанием 55.90% натрия хлорида растворяют в 3 литрах воды, фильтруют от нерастворившегося остатка, который составляет 410 г. Полученный рассол объемом 2.6 л, содержащий натрий хлорид – 551.5 г, сульфат-ионов – 18.95 г, кальция – 5.71 г, магния – 0.37 г и солей тяжёлых металлов – 0.01 г, подкисляют соляной кислотой до pH 1, кипятят 20 минут и приливают раствор 48.22 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в 200 мл воды (с избытком хлористого бария по отношению к сульфат-ионам на 3%), смесь отстаивают, фильтруют, нейтрализуют едким натрием до pH 10, приливают раствор 71 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в 200 мл воды до полного осаждения ионов кальция, магния, тяжелых металлов и избытка бария в виде карбонатов кальция и бария, гидрооксидов магния и солей тяжелых металлов, кипятят 20 минут для их быстрого осаждения, фильтруют. Очищенный рассол подкисляют соляной кислотой до pH 3 и упаривают на водяной бане. Выделившийся натрий хлорид промывают дважды холодным бидистиллятом, фильтруют под вакуумом, сушат, прокаливают при 400°C в течение 40 минут.

Получают 538.59 г или 96.35 % целевого продукта, белое кристаллическое вещество без запаха, с содержанием натрия хлорида не менее 99.98%. В целевом продукте содержание примесей – кальций, магний, тяжелые металлы и сульфат-ионы соответствует марке «х.ч.».

Кроме того, содержание 23 микропримесей находятся в пределах 10^{-4} – $10^{-7}\%$. Анализы выполнены на атомно-эмиссионном спектрометре с индивидуально-связанной плазмой.

Пример 3.

1 кг природной каменной соли месторождения Кочкорка с содержанием 25.3% натрия хлорида растворяют в 3 л воды, фильтруют от нерастворившегося остатка, который составляет 693 г. Полученный рассол объемом 2.4 л, содержащий натрия хлорида – 245.9 г, сульфат-ионов – 52.3 г, кальция – 2.84 г, магния – 0.196 г и солей тяжёлых металлов – 0.01 г, подкисляют соляной кислотой до pH 1, кипятят 30 минут и приливают раствор 133, 09 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в 200 мл воды (с избытком хлористого бария по отношению к сульфат-ионам на 3%), смесь отстаивают, фильтруют, нейтрализуют едким натрием до pH 10, приливают 40 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в 200 мл воды до полного осаждения ионов кальция, магния, тяжелых металлов и избытка бария в виде карбонатов кальция и бария, гидрооксидов магния и солей тяжелых металлов, кипятят 20 минут для их быстрого осаждения, фильтруют. Очищенный рассол подкисляют соляной кислотой до pH 3 и упаривают на водяной бане. Выделившийся натрий хлорид промывают дважды холодным бидистиллятом, фильтруют под вакуумом, сушат, прокаливают при 400°C в течение 40 минут.

Получают 243.64 г или 96.3% целевого продукта – белое кристаллическое вещество без запаха с содержанием натрия хлорида не менее 99.97%. В целевом продукте не обнаруживаются кальций, магний и сульфат-ионы. В целевом продукте содержание примесей – кальций, магний, тяжелые металлы и сульфат-ионы соответствует марки «х.ч.».

Кроме того, содержание 23 микропримесей находятся в пределах 10-4-10-7%. Анализы выполнены на атомно-эмиссионном спектрометре с индивидуально-связанной плазмой.

Пример 4.

1 кг природной каменной соли месторождения Кочкорка с содержанием 20.2% натрия хлорида растворяют в 3 л воды, фильтруют от нерастворившегося остатка, который составляет 763 г. Полученный рассол объемом 2.3 л, содержащий натрия хлорида – 198.3 г сульфат-ионов – 53.9 г, кальция – 1.75 г, магния – 0.21 г и солей тяжёлых металлов 0.01 г, подкисляют соляной кислотой до pH 1, кипятят 30 минут и приливают раствор 137.16 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в 200 мл воды (с избытком хлористого бария по отношению к сульфат-ионам на 3%), смесь отстаивают, фильтруют, нейтрализуют едким натрием до pH 10, приливают

37.9 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в 200 мл воды до полного осаждения ионов кальция, магния, тяжелых металлов и избытка бария в виде карбонатов кальция и бария, гидрооксида магния и солей тяжелых металлов, кипятят 20 минут для их быстрого осаждения, фильтруют. Очищенный рассол подкисляют соляной кислотой до pH 3 и упаривают на водяной бане. Выделившийся натрия хлорид промывают дважды холодным бидистиллятом, фильтруют под вакуумом, сушат, прокаливают при 400°C в течение 40 минут.

Получают 194.5 г или 96.3% целевого продукта – белое кристаллическое вещество без запаха, с содержанием натрия хлорида не менее 99.97%. В целевом продукте содержание примесей – кальций, магний, тяжелые металлы и сульфат-ионы не превышает нормы содержания примесей марки «х.ч.».

Кроме того, содержание 23 микропримесей находятся в пределах 10^{-4} - $10^{-7}\%$. Анализы выполнены на атомно-эмиссионном спектрометре с индивидуально-связанной плазмой.

Если осаждение сульфат-ионов ведут в слабокислой среде при стехиометрическом (расчетном) количестве хлористого бария, то полной очистки рассола от сульфат-ионов не будет. Это связано с тем, что реакция образования сульфата бария смещается влево, в результате чего растворимость последнего в рассоле увеличивается.

Если осаждение ионов магния, кальция и бария ведут в нейтральной или слабощелочной среде (pH 8-9), то они практически осаждаются не будут, поскольку магний осаждается в виде гидроокиси, а кальций и барий в виде карбонатов только при pH 10 и выше.

Если не прокаливать целевой продукт, то удаления остатка соляной кислоты и органических веществ не будет.

Преимуществом способа является высокий процент выхода целевого выхода, простота в использовании, не требующая сложного аппаратного оформления, низкая себестоимость.

Формула изобретения

Способ получения натрия хлорида, включающий растворение исходного сырья, фильтрацию, нагревание с введением хлористого бария в кислой среде, нейтрализацию и введение растворов едкого натрия и карбоната натрия, упаривание и сушку, отличающийся тем, что в качестве исходного сырья берут природную каменную соль с содержанием натрия хлорида от 20 до 92 %, вводят хлористый барий до его избытка на 3 %, осаждение сульфат ионов ведут в кислой среде с pH 1, а ионов кальция, магния, бария и тяжелых металлов – в среде с pH 10, прокаливание проводят при 400°C в течение 40 мин.

Составитель описания
Ответственный за выпуск

Усубакунова З.К.
Арипов С.К.