

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Akt. Z. 774 862 IV +/12m
Blager. 21.4.43

Frankfurt a. Main

BAG

Target

3414

30/4.17

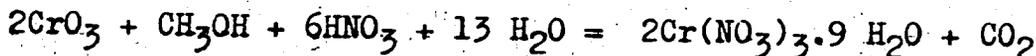
Dr. W/F.1339

Krefeld-Uerdingen, den 19.4.1943

Verfahren zur Herstellung von Chrom(III)-nitrat.

Es ist bekannt, Chrom(III)-nitrat durch Umsetzung des Oxyds bzw. der Hydroxyde des dreiwertigen Chroms mit Salpetersäure herzustellen. Die Herstellung aus Chromoxyd hat den Nachteil, dass das Oxyd sich nur schwer in Salpetersäure löst; selbst durch lang anhaltendes Kochen in Salpetersäure gelingt es nicht, eine vollständige Auflösung zu erzielen. Infolgedessen ist eine Filtration vom Rückstand erforderlich. Abgesehen davon stellt der Kochvorgang hohe Anforderungen an das Gefäßmaterial. Frisch gefällte Chromhydroxyde lösen sich zwar leicht in Salpetersäure, infolge ihrer voluminösen Beschaffenheit enthalten sie aber stets beträchtliche Mengen an Verunreinigungen, sodass das aus den Hydroxyden gewonnene Chrom(III)-nitrat einer besonderen Reinigung bedarf.

Es wurde nun gefunden, dass man Chrom(III)-nitrat von hervorragendem Reinheitsgrad in technisch einfacher Weise erhält, wenn man Chromsäure in Gegenwart von Methylalkohol, Formaldehyd oder Ameisensäure mit Salpetersäure behandelt. Die Umsetzung verläuft z.B. bei Anwendung von Methanol als Reduktionsmittel nach der folgenden Gleichung:



Ogleich Formaldehyd und Ameisensäure, die bei der Oxydation von Methanol zunächst entstehen, von Salpetersäure sehr leicht unter Entwicklung von nitrosen Gasen oxydiert werden, verläuft die Reduktion der Chromsäure nach dem vorliegenden Verfahren überraschenderweise quantitativ ohne jegliche Entwicklung von nitrosen Gasen.

Durch geeignete Wahl der Konzentration der Reaktionsteilnehmer gelingt es eine Chrom(III)-nitratlösung von derartiger Konzentration zu erhalten, dass das Nitrat bei Zimmertemperatur ohne weiteres auskristallisiert. Das Verfahren kann auch kontinuierlich durchgeführt werden.

Beispiel. 50 Gewichtsteile Chromsäure werden in 50 Teilen Wasser glöst. Unter Kühlung lässt man in diese Lösung eine Mischung von 105 Raumteilen Salpetersäure (spez. Gew. 1,4, mit einem Gehalt von 95,8 Gew. T. HNO_3 entsprechend einem Überschuss von 2% HNO_3) und 8,1 Gewichtsteilen Methanol mit einer solchen Geschwindigkeit einlaufen, dass die Temperatur sich zwischen 50-65° bewegt. Am Ende des Einlaufens wird zur Beendigung der Reduktion noch kurz gerührt. Die Chrom(III)-nitratlösung vom spez. Gew. 1,56 wird unter Rühren der sehr schnell einsetzenden Kristallisation über-

lassen. Die Mutterlauge kann bei einem neuen Ansatz zum Lösen der Chromsäure benutzt werden. Die Reduktion verläuft quantitativ.

Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von Chrom(III)-nitrat, dadurch gekennzeichnet, dass man Chromsäure in Gegenwart von Methylalkohol, Formaldehyd oder Ameisensäure mit Salpetersäure umsetzt.