

## NAČIN DOBIVANJA ŽELEZNOG HLORIDA

V. N. Njegovan

Železni hlorid, bez kristalne vode,  $\text{FeCl}_3$ , dobiva se na veliko tako da se elementaran hlor provodi preko zagrejanih otpadaka železa. Nastali hlorid sublimuje se u čistom stanju. Kako naše potrebe toga produkta nisu tolike da bi se isplaćivao ovaj način, upućeni smo na t. zv. mokri postupak.<sup>1)</sup> Taj se postupak sastoji u tome da se u rastvor  $\text{FeCl}_2$  koji je dobiven rastvaranjem elementarnog železa u sonoj kiselini, uvodi hlor. Kako je nezgodno u laboratorijumu raditi elementarnim hlorom, oksidacija se radije vrši konc. azotnom kiselinom. I ako se po propisu dodaje azotne kiseline manje nego po računu, jer se nastali NO u rastvoru ponovno oksiduje i dalje vrši oksidaciju železa, ipak je vrlo teško ukloniti zaostalu azotnu kiselinu. Ona se isteruje tako da se rastvoru dodaje vode i ponovno isparuje, što treba ponavljati mnogo puta i čitav postupak traje danima a bez pravog uspeha, jer se azotna kiselina još uvek može dokazati. A i kad bi se azotna kiselina sva uklonila treba po tome postupku zaostalu količinu dvovalentnog železa ukloniti uvođenjem elementarnog hlora. I neke druge varijacije tog postupka dosta su komplikovane.

Namesto azotne kiseline može se upotrebiti vodonični peroksid. Sličan postupak nisam mogao da nađem opisan u literaturi pa ga ovde iznosim. Princip se sastoji u tome da se elementarno železo (železne strugotine) stavi u alikvotan razblažen rastvor sone kiseline (1 : 1) i posle dva dana odfiltruje od izlučenog ugljenika i zaostalih količina železa. Rastvor se razblaži dvostrukom količinom vode. U tako pripremljen rastvor naleva se malo po malo smesa alikvotnih delova sone kiseline i peroksida, koja je razblažena vodom na isti volumen kao i rastvor železa. Važno je da oba rastvora budu dovoljno razblažena, jer se reakcijom u koncentrovanom rastvoru gubi mnogo peroksida uzalud.<sup>2)</sup> Na taj način sve dvovalentno železo prelazi odmah u trovalentno, po jednačini:



Rastvor ne sme dati sa sveže pripravljenim rastvorom fericijan-kalijuma plavu boju, a suvišak peroksida dokazuje se tako, da se u rastvor stavi fosforne kiseline i titanskog sulfata, čime se javlja žuta boja. Rastvor se sada ispari toliko da se na 100 d. železa dobije 483 d. rastvora, što odgovara formuli  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Posle nekoliko dana stajanja izlučuju se žuti kristali.

Ovde iznosim konkretan primer: 100 g železnih strugotina stavi se u smesu od 400 ml konc. sone kiseline i 400 ml vode. Posle dva dana filtruje se kroz nabrani filter koji je odvađnut na tehničkoj vagi. Filter se ispere

<sup>1)</sup> Hagers Handbuch der pharmazeutischen Praxis, Berlin, 1938, Bd. I. str. 1283.

<sup>2)</sup> F. Haber and I. Weiss, Proc. Roy. Soc. (London) A 147, B 32—51 (1934); C. A. 29, 988 (1935).

vodom, osuši u sušnici i odvagane količina ostatka. Rastvor se razblaži na 2,5 litra. Posebno se u dva litra vode stavi 200 ml konc. sone kiseline i 120 ml peroksida (ca. 25%) i nadopuni na 2,5 litra. Rastvor peroksida uleva se malo po malo u rastvor železa do negativne reakcije na dvovalentno železo. Rastvor se ispari tako da na 100 g železa dođe 483 g rastvora; eventualni slobodni hlor treba ukloniti k u h a n j e m rastvora do nestanka reakcije sa KI-skrobnim papirom. Tako dobiven rastvor treba da stoji bez pristupa jake svetlosti.

Kako je nemoguće, pri većim količinama, rastvor vagati u zdjeli koja je stalno montirana, treba prosto isparavati dotle dok hladan rastvor ne pokazuje 57° Bé ili sp. tež. 1,653.

Iako je danas peroksid nešto skuplji od azotne kiseline, ipak ovaj postupak ima tu prednost da je vrlo jednostavan.

Interesantno bi bilo detaljnije proučiti kinetiku ove reakcije.

»PLIVA«  
TVORNICA LIJEKOVA  
ZAGREB

Primljeno 29. ožujka 1949.

#### ABSTRACT

##### A method for the preparation of ferric chloride

by

V. N. Njegovan

To a diluted solution of ferrous chloride, obtained by dissolving iron in hydrochloric acid, a diluted mixture of equal parts of hydrochloric acid and hydrogen peroxide is slowly added until potassium ferrocyanide gives no reaction for the ferrous ion. The solution thus obtained is evaporated until its composition corresponds to the formula  $\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ .

»PLIVA«  
MANUFACTURE OF MEDICINALS  
ZAGREB (CROATIA)

[Received, March 29, 1949]