

上東産 비스무트를 原料로한 次窒酸비스무트의 製造

延世大學校 理工大學 化學科

李 龍 根

(1966. 8. 5 受理)

The Preparation of bismuthsubnitrate

by

Yong Keun Lee

Dept. of Chem. Yonsei University

(Received, Aug. 5, 1966)

Abstract

The preparation of bismuthsubnitrate for the purpose of medicine, with both crude and refined bismuth metals, has been performed by applying the following methods: (A) Neutralization process, (B) Hydrolysis process.

On the basis of results of a series of experiments, the following conclusion was obtained:

1) The quantitative determination showed that there was little difference between these two processes, in their yields.

However the process (B), hydrolysis method was technically more simple than (A), neutralization method, and purity of final product by process (B) was found to be much more superior to (A).

2) It was found that bismuthsubnitrate products obtained from refined bismuth metal was almost the same with imported ones (Fisher, Squibb, etc.) in their purities.

1. 緒 論

本研究는 國産金屬비스무트를 原料로 하여 醫藥用인 次窒酸비스무트를 製造하는 目的이 있다. 특히 大韓重石 上東鐵山의 粗비스무트를 直接 原料로 하여 窒酸鹽의 製造, 加水分解, 洗滌, 不純物의 除去, 製造工程의 比較, 製品의 分光分析 등 次窒酸비스무트의 製品에 미치는 諸條件을 檢討하여 效率的인 國産化를 企圖함에 있으며 또한 研究實驗에 의한 各種 data를 次窒酸비스무트製造의 工業化를 위한 基礎로서 提供함에 그 目的이 또한 있다.

實驗結果를 綜合하면 加水分解法으로 粗비스무트를 原料로 使用할 때 操作의 單純化를 企圖함으로써 中和法으로 얻은 製品 보다 純度가 優秀하고 製造工程이 簡便하므로 값싼 次窒酸비스무트를 얻을 수 있었다.

또한 이것이 醫藥品으로서의 適否如否⁽¹⁾를 確認함과 同時에 batch法으로 精製된 金屬비스무트⁽²⁾를 原料로 하여 얻은 製品과 比較檢討하였다.

2. 試藥 및 裝置

1. 試 藥

진한 HNO_3 ; 工業用 및 一級品,
진한 NH_4OH ; 工業用 및 一級品
 $20\%-\text{Na}_2\text{CO}_3$; 工業용으로 調製,
 $20\%-\text{NaOH}$; 工業용으로 調製.

2. 裝 置

分光分析器(emission spectrography); Janall-Ash 製
3.4m Ebert 型

pH-meter; 東亞電波製(日産), Glass 電極 HM-5 型
電氣爐; 國際科學製(國産), C-4 型을 各各 使用.

3. 實驗方法

1. 試料의 調製

試料 [I]; 粗비스무트*1 덩어리를 黑鉛도가니에 넣어 電氣爐속에서 熔融시킨 다음 上層의 酸化物 및 不純物을 除去하고 물속에 떨어뜨려 粒狀 또는 葉狀으로 만

*1 大韓重石 上東鐵山에서 99.7~99.8%로 製鍊된 金屬비스무트

들었다.

試料 [I]: 精製비스무트²를 可及的 적은 덩어리로 만들었다.

使用한 試料의 不純物은 Table I 과 같다.

Table I Impurities of samples

Samples No.	Impurities(ppm)					
	Cu	Ag	Pb	Te	V	Mg
1	20	150	1,000	1,000	Tr	Tr
[I] 2	10	150	1,000	1,000	Tr	Tr
3	15	150	1,000	1,000	Tr	Tr
1	Nd	Nd	Nd	Nd	Tr	Tr
[II] 2	Nd	Nd	Nd	Nd	Tr	Tr
3	Nd	Nd	Nd	Nd	Tr	Tr

Nd: Not detected, Tr; Trace

2. 次窒酸비스무트의 製造

A 法 (中和法); Fig. I 과 같다. 卽 金屬비스무트를 進한 HNO₃ 에 녹혀 不溶性殘渣를 濾過한 다음 放置한다. 완전히 窒酸鹽을 析出시키고 傾斜하여 母液(I)과 分離한다. 窒酸鹽에 蒸溜水를 加하여 잘 攪고 熱湯에 攪拌하면서 徐徐히 注入하여 加水分解시켜 次窒酸비스무트의 沈澱을 얻는다. 沈澱은 濾液(1)과 濾別하고 蒸溜水로 洗滌한 다음 다시 洗液 (1)과 分離하여 30°C 以下에서 乾燥시켜 次窒酸비스무트 (1)을 얻는다. 母液 (1)을 約 半量으로 濃縮시키고 放置하여 다시 窒酸鹽을 析出시켜 위와 같은 操作으로 各各 母液 (2), 濾液(2), 洗液(2)를 分離하고 次窒酸비스무트 (2)를 얻게 된다. 母液(2), 濾液(1), (2), 洗液 (1), (2)를 합하여 進한 NH₄OH로 水酸化物을 만들고 不純物³을 除去하여 少量의 進한 HNO₃에 녹인 다음 20% Na₂CO₃로 中和하면 (PH≈1.8), 次窒酸鹽이 析出되므로 위와 같은 方法으로 濾液(3), 洗液(3)과 分離하여 次窒酸비스무트(3)를 얻는다. 이와 같이 하여 다시 次窒酸비스무트(4)를 얻은 다음 分離된 濾液(4)와 洗液(4)를 합하여 進한 NH₄OH로 水酸化物을 만들고 金屬비스무트로 還元시킨다.⁴

B 法(加水分解法); Fig. II 와 같다. 卽 A 法과 같은 操作으로 母液(I), 濾液(I), 洗液(I)을 各各 分離하여 次窒酸비스무트(I)을 얻는다. 母液(I), 濾液(I), 洗液(I)을 합하여 進한 NH₄OH로 水酸化物을 만들고 不純物을 除去하여 少量의 進한 HNO₃에 녹인다. 이것을 直火上에서 約 半量으로 濃縮하여 放置한

다음 完全히 窒酸鹽을 析出시켜 母液(II)와 分離하고 次窒酸비스무트(I)과 같은 方法으로 次窒酸비스무트(II)를 얻는다. 같은 操作을 反覆하여 各各 次窒酸비스무트(III), (IV), (V)를 얻은 다음 母液(V), 濾液(V), 洗液(V), 를 合한 混合液(V)는 A 法과 같이 金屬비스무트로 還元시킨다.

3. 純度試驗; 次窒酸비스무트의 不純物은 分光分析法로 檢出하였으며 大韓藥典에 準하여 確認, 純度, 減量 및 定量試驗을 하였다.

4. 結果 및 考察

1. 窒酸비스무트의 製造

a) 窒酸添加量에 따른 鹽의 析出量; 金屬비스무트 10g 을 녹이는 데 使用한 進한 HNO₃(S.G≈1.2)의 添加量과 一晝夜放置後의 窒酸鹽의 析出量은 Table II 와 같다.

Table II Yields of bismuthnitrates

added HNO ₃ (ml)	hrs. taken for dissolution(min)	yields(g)
20	90~100	20.5
25	60~70	20.8
30	10~15	20.8
35	8~12	19.0
40	5~8	17.0

HNO₃ 20ml 을 使用하였을 때는 溶解後, 殘渣를 濾別하기가 어렵고 25ml, 30ml 때는 同一한 鹽의 析出量을 나타내나, 30ml 때가 溶解時間이 훨씬 短縮된다.

b) 溶解時 溫度의 效果 및 放置時間; 窒酸鹽 析出에 미치는 金屬비스무트 溶解時의 溫度의 效果로서 實際 操作上的 觀點에서 다음 네가지 方法을 擇하였다.

I; 豫熱(HNO₃를 75~90°C 로)하여 溶解後, 自然 放置.

II; 豫熱(HNO₃를 75~90°C 로)하여 溶解後, 加熱하여 過剩의 HNO₃를 揮散시키고 自然 放置.

III; 室溫에서 溶解後, 自然 放置

IV; 室溫에서 溶解後, 加熱하여 過剩의 HNO₃를 揮散시키고 自然 放置

위와 같은 네가지 方法으로 各各 金屬비스무트 10g 를 進한 HNO₃ 30ml 에 溶解시켜 一晝夜 放置한 結果 窒酸鹽의 析出量은 거의 近似하였다(18.5~19.5g). 그러므로 III 法은 豫熱 또는 過剩의 HNO₃을 揮散시킬 必要가 없으므로 他法에 比하여 有利하다.

또한 窒酸鹽을 完全히 析出시키는 데 所要되는 時間을 알기 위하여 III 法으로 溶解한 다음 各各 5, 10, 15, 24 時間 經過後의 鹽의 析出量을 比較하니, 10 時間以上 이면 一晝夜放置한 析出量과 거의 同一하다.

² 本校國體物理學 研究室에서 Batch 法에 依해 4 nine grade로 精製된 棒狀 金屬비스무트

³ 水酸化비스무트의 不純物中 Cu⁺⁺, Ag⁺는 過量의 進한 NH₄OH로 各各 ammonium complex ion 을 형성시켜 제거

⁴ 환원에는 Na₂SnO₂를 사용

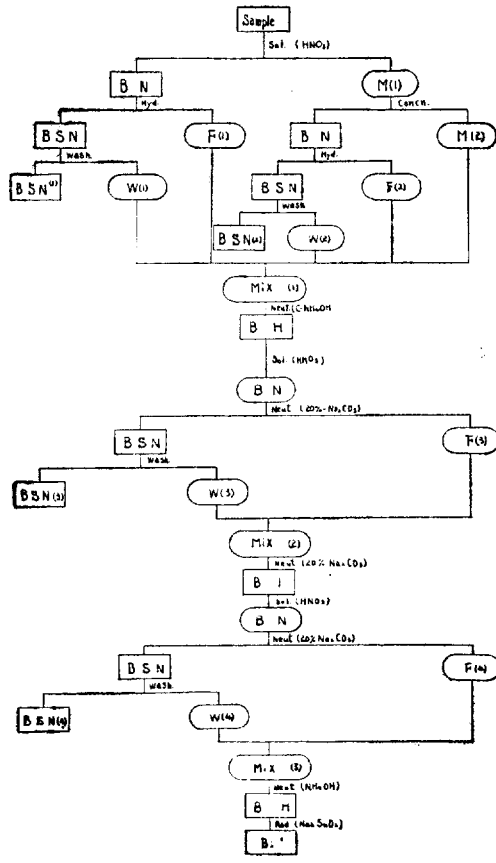


Fig. 1 Scheme of bismuthsubnitrate manufacture by A method

2. 次窒酸비스무트의 製造

a) 加水分解條件; 文獻(3), (4)에 의한 窒酸鹽을 4 倍의 물로 잘 개서 21 倍의 熱湯속에서 攪拌하면서 少量씩 注入시켜 白色結晶性粉末을 얻는다.

本實驗에서는 加水分解時의 물의 量과 溫度가 結晶析出에 미치는 影響을 檢討하기 위하여 各各 10g의 窒酸鹽을 4 倍의 물에 잘 개서 各各 15, 18, 21, 23, 25 倍의 熱湯으로 加水分解시키고 또한 물의 量을 21 倍로 하고 물의 溫度를 各各 20, 40, 60, 80, 95°C 以上으로 變化시켜 加水分解時의 條件을 달리하였다. 생긴 沈澱의 沈澱速度가 水溫이 높을 수록 빠르며, 沈澱狀態도 水溫이 낮을 때는 微細한 粉末인데 比하여 높을 때는 부피가 큰 가벼운 次窒酸鹽을 얻을 수가 있었다.

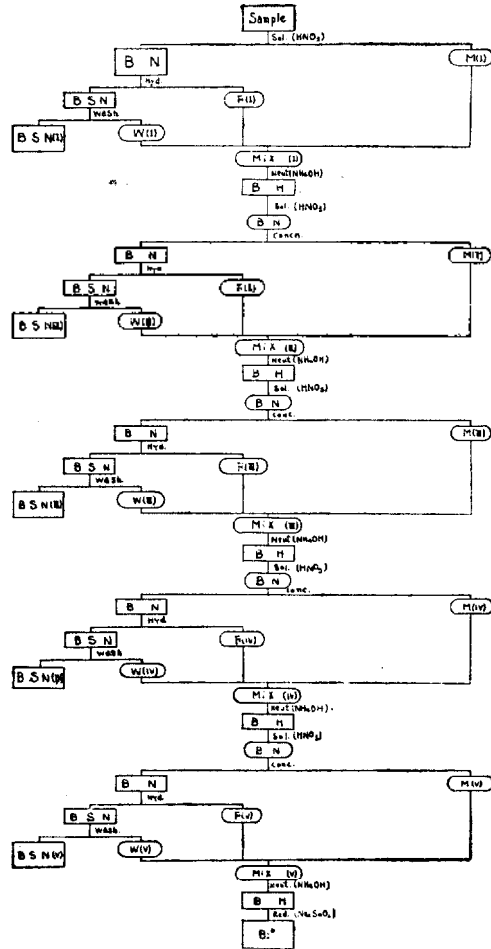


Fig. 2 Scheme of bismuthsubnitrate manufacture by B method

次窒酸鹽의 收得量은 水量에 따라서는 別差가 없고 [15 倍(4.25g), 18 倍(4.30g), 21 倍(4.33g), 23 倍(4.33g), 25 倍(4.27g)], 加水分解는 水溫이 높을 수록 빨리 進行되며 次窒酸鹽의 結晶狀態는 水溫에 따라 相異하였다. 그러므로 水溫 및 水量에 따라서 各各 相異한 組成을 가진 次窒酸鹽이 生成되리라고 생각된다. 여기에 關해서는 앞으로 X-ray 研究로서 檢討할 餘地가 있으리라고 생각된다. 그러므로 앞으로의 加水分解는 窒酸鹽을 4 倍의 물로 잘 개서 21 倍의 熱湯에 徐徐히 注加하는 條件을 取하기로 한다.

b) 放置時間에 따르는 收得量 및 純度; 試料 [I.]에서 얻은 窒酸鹽 10g을 各各 取하여 a)와 같이 加水分解後, 放置時間을 各各 달리하고 洗滌, 乾燥하여 次窒酸비스무트를 얻은 結果는 Table Ⅱ과 같다.

c) 次窒酸비스무트의 洗滌; 洗滌條件을 다음 두가지 方法으로 比較檢討하였다.

Table III Yields and purities of BSN depending on standing time.

standing time (hrs)	yields(g)	Impurities(ppm)		
		Cu	Ag	Pb
1	3.7450	1	Tr	Nd
4	3.9264	1	2	Nd
24	4.3534	2	3	Nd

I; 蒸溜수로 數回로 나누어 洗滌.

II; 蒸溜수와 NH₄OH 洗滌水*5를 混用하여 數回로 나누어 洗滌.

窒酸鹽 10g의 加水分解로 얻은 次窒酸비스무트(BSN(I))와 混合液 600ml의 中和(pH=1.6)로 얻은 次窒酸비스무트(BSN(3))를 各各 I, II法으로 洗滌한 結果는 Table IV, V와 같다.

Table IV Effects on washing states for BSN(I)

methods	washing sol. (ml)		pH	yields (g)	Impurities (ppm)			
	dist. NH ₄ OH aq.	wash. sol.			Cu	Ag	Pb	
I	1st	5	—	2.1	3.7205	1	Tr	Nd
	2nd	10	—	2.6				
	3rd	10	—	3.4				
	4th	10	—	3.8				
	5th	10	—	3.8				
II	1st	5	—	2.2	3.7317	1	Tr	Nd
	2nd	—	10	4.8				
	3rd	—	10	8.6				
	4th	10	—	6.0				
	5th	10	—	6.0				

Table V Effects on washing states for BSN(3)

methods times	washing sol. (ml)		pH	yields (g)	Impurities (ppm)			
	dist. NH ₄ OH aq.	wash. sol.			Cu	Ag	Pb	
I	1st	5	—	2.1	3.1521	3~5	4~5	250~300
	2nd	10	—	2.5				
	3rd	10	—	3.4				
	4th	10	—	3.6				
	5th	10	—	3.6				
II	1st	5	—	2.3	3.1426	3~5	4~5	250~300
	2nd	—	10	4.7				
	3rd	—	10	8.5				
	4th	10	—	5.9				
	5th	10	—	6.0				

*5 蒸溜수에 2ml의 濃한 NH₄OH 2ml를 加하여 500ml로 稀釋(pH=11.4)

I, II法에서는 各各 同一量의 洗滌水를 使用하였으나 各各의 最終洗滌水의 pH가 I法에서는 3.6~3.8인데 比하여 II法에서는 6.0(當時蒸溜水의 pH)로 되었다. 또한 洗滌途中 遠心分離操作에서 I法에서는 네번 洗滌할 때부터 混濁되므로 分離가 어려웠으며 따라서 약간의 沈澱의 流失이 있었다. 그러므로 II法을 適用하면 洗滌도 쉽고 少量의 洗滌水로서 中性이 될 때까지 洗滌할 수 있다. 結晶의 純度上으로 보아도 I, II法이 同一하였다. Table V에서와 같이 混合液의 中和로 얻은 製品 BSN(3)의 純度는 加水分解로 얻은 製品 BSN(1)보다도 훨씬 不純하다.

d) 不純物의 除去; Table I에 의하면 試料(I)의 主要不純物은 Cu, Ag, Pb, Te이므로 鹽의 加水分解로 次窒酸鹽을 析出시킨 다음 混合液 속의 不純物을 本實驗에서는 다음과 같이 除去하였다.

Cu, Ag의 除去; 混合液을 各各 100ml씩 取하여 2ml의 NH₄OH 4ml씩을 加하여 水酸化物을 만든 다음 水酸化物沈澱의 完結如否를 알기 위하여 過量의 濃한 NH₄OH 0.1~0.2 ml를 더 加하니 水酸化物은 생기지 않고 上澄液이 Cu(NH₃)₄²⁺의 濃青色이 나타났으므로 이 때를 水酸化物沈澱의 終末點으로 보아 繼續하여 2ml의 NH₄OH 2ml씩으로 數回나누어 青色이 없어질 때까지 洗滌하고 遠心分離한다. 이 때 Ag⁺도 Ag(NH₃)₂⁺로서 水酸化物로 부터 除去되나 無色이므로 Cu, Ag 除去의 終末點은 洗滌水가 青色을 나타내지 않는 點으로 決定하였다.

Pb의 除去; Cu, Ag를 除去한 水酸化物에 各各 5%-NaOH를 加하여 Pb를 PbO₂²⁻로 除去했다.

Te의 除去; Te은 融點이 낮으므로 試料調製時의 熔融過程에서 蒸氣로서 揮散되었으리라고 생각하여 特別한 方法을 考慮치 않았다.

其他 不純物의 除去; Trace程度로 나타난 Fe, V, Mg은 考慮對象에서 除外하였다.

위의 같은 方法으로 各各 不純物을 除去한 다음, 過量의 NH₄OH와 NaOH는 蒸溜水 10ml씩으로 네번 씻어 上澄液을 可及의 中性으로 만든다. 다음에 水酸化物

Table VI Contents of impurities in BSN(3)

times	impurities(ppm)		
	Cu	Ag	Pb
1	3	5	250
2	5	4	250
3	3	5	250
4	5	4	250
5	4	5	250

은 진한 HNO₃ 약 1ml에 녹여 20%-NaOH로 中和하여 (pH=1.6) 次窒酸鹽을 析出시키고 c)의 Ⅱ法으로 씻어 얻은 次窒酸비스무트(BSN(3))의 純度는 Table VII과 같다.

不純物中 Cu, Ag의 除去로서 진한 NH₄OH를 每回 2ml씩으로, Pb의 除去로서는 5%-NaOH를 每回 1ml씩으로 各各 1, 2, 3, 4, 5회로 나누어 씻었으나 不純物의 含量은 모두 Cu; 3~5, Ag; 4~5, Pb; 250 ppm 程度로서 거의 同一하였다. 故로 NaOH에 의한 Pb의 除去는 尠히 無意味하며 Cu, Ag의 除去도 1回 以上の 洗滌은 不必要하다.

e) 混合液의 中和에 의한 次窒酸鹽의 析出量 및 純度; 混合液(1) 100ml를 d)에 의하여 不純物을 除去하고 水洗한 다음 진한 HNO₃ 1ml에 녹인 다음 不溶性 殘渣는 濾過한다. 20%-Na₂CO₃로 各各 pH를 달리하여 中和시키고 c)의 Ⅱ法으로 洗滌하여 얻은 次窒酸비스무트(BSN(3))는 Table VII과 같다.

Table VII Results of BSN(3)

pH	impurities(ppm)				yields(g)
	Cu	Ag	Pb	Te	
1.2	1	5	250	Nd	0.3315
1.4	2	4	250	Nd	0.5119
1.6	3	5	250	Nd	0.5242
1.8	3	10	250	Nd	0.5298
2.0	5	10	250	Nd	0.6657
5.4	10,000	150	<10,000	Nd	0.7048

中和時의 pH가 2.0를 넘으면 析出되는 結晶이 漸次 黃變하므로 이것은 비스무트의 Na鹽의 生成에 의한 것

이라고 생각된다. pH가 6.0을 넘으면 아무런 沈澱이 생기지 않았다. 混合液(2) 100ml를 pH 1.8까지 20%-Na₂CO₃로 中和하여 얻은 次窒酸비스무트(BSN(4))는 Table VIII와 같다.

Table VIII Results of BSN(4)

pH	impurities(ppm)				yields(g)
	Cu	Ag	Pb	Te	
1.6	400	70	5,000	Nd	0.1474

中和回數가 늘어갈수록 析出되는 次窒酸鹽은 더욱 不純하다.

f) 最終混合液의 處理; 次窒酸鹽을 析出した 다음의 最終殘留液은 亞주석酸나트륨(Na₂SnO₂)으로서 金屬 비스무트로 還元시켰다.

Table XI Recovery of Bi from final solution

methods	yields(g)	impurities(ppm)			
		Cu	Ag	Pb	Te
A	0.1325	50	5	2,000	Nd
B	0.1597	50	5	2,000	Nd

上記不純物外로 Sn이 3 ppm, Na가 약간 존재하나 이것은 還元劑로 使用한 亞주석酸나트륨으로 인한 것이므로 工業적으로는 還元劑로 活性炭이 有利하다.

g) 製法の 比較; 試料 [I] 10g을 使用하여 A, B 두 製法에 의한 製品의 收得量, 純度 및 試藥使用量의 比較는 Table X-1과 같다.

Table X-1 Experimental summary for sample [I]

methods	products	yields(g)	impurities(ppm)				reagents(ml)		
			Cu	Ag	Pb	Te	c-HNO ₃	c-NH ₄ OH	20%Na ₂ CO ₃
{A	BSN(1)	7.4423	Nd	5	Nd	Nd	30	—	—
{B	" (1)	7.3326	1	Tr	Nd	Nd	30	—	—
{A	" (2)	1.4587	2	5	Nd	Nd	—	—	—
{B	" (I)	3.4573	1	Tr	Nd	Nd	5	72	—
{A	" (3)	3.1829	4	5	250	Nd	5	60	20
{B	" (II)	0.9341	1	Tr	Nd	Nd	2	5	—
{A	" (4)	0.3234	400	70	5,000	Nd	1	3	3
{B	" (IV)	0.3707	2	1	20	Nd	1	3	—
{A	—	—	—	—	—	Nd	—	—	—
{B	" (V)	0.2460	5	1	100	Nd	1	1	—
*Total yield(g) {A		12.4073					**Amount of reagent used(ml) {A 36		
{B		12.3397					{B 39		
							63		
							81		
							23		
							—		

*recovery of Bi from residual solution was excepted.

**reagents necessary for recovery of Bi from residual solution was excepted.

두 製法의 差異는 A法에서는 窒酸鹽溶液을 炭酸나트륨으로 中和하여 次窒酸비스무트를 얻는데 比하여 B法에서는 窒酸鹽溶液으로부터 窒酸鹽을 析出시킨 다음 加水分解하여 얻는다.

收得量은 近似하나 製品의 純度에 있어서는 A法보다 B法이 훨씬 純粹하였고 試藥使用量은 진한 HNO₃와 진한 NH₄OH는 B法에서 多少 많이 使用되었으나 代身 Na₂CO₃는 全혀 使用되지 않았다.

h) 試藥別 製品의 比較; 위에서와 같이 두 製法中 B法이 優秀하므로 B法에 의하여 試料[I], [II]를 各 工業用 및 化學用試藥을 使用하여 얻은 製品을 比較하면 收得量은 모두 近似值를 나타내며 製品의 純度는 Table X-II와 같다.

Table X-II Experimental summary for B method

samples	products	Reagents					
		Tech. impurities(ppm)			Chem. impurities(ppm)		
		Cu	Ag	Pb	Cu	Ag	Pb
[I]	B N	20	20	150	20	20	150
	BSN(I)	1	Tr	Nd	Tr	Tr	Nd
	" (II)	1	Tr	Nd	Tr	Tr	Nd
	" (III)	1	Tr	Nd	Tr	Tr	Nd
	" (IV)	2	1	20	3	Tr	20
" (V)	5	1	100	2	Tr	100	
[II]	B N	5	Tr	Nd	2	Tr	Nd
	BSN(I)	Tr	Tr	Nd	Tr	Tr	Nd
	" (II)	Tr	Tr	Nd	Tr	Tr	Nd
	" (III)	Tr	Tr	Nd	Tr	Tr	Nd
	" (IV)	3	Tr	Nd	Tr	Tr	Nd
" (V)	2	Tr	Nd	2	Tr	Nd	
		purities of exported		Fisher: Nd	Nd	Nd	
				Squibb: Nd	Tr	Nd	

試料에 대하여 各 工業用 및 化學用試藥을 使用하여 얻은 製品의 純度는 거의 비슷하다. 또한 工業用試藥을 使用하여 各 試料[I], [II]로부터 얻은 製品의 不純物中 Cu, Ag는 別差異가 없으나 다만 BSN(IV), (V)에서 보면 Pb는 큰 差異를 나타내었다.

製品의 純度上으로는 化學用試藥을 使用하여 試料[II]로부터 만든 製品이 理想的이나, 工業上으로는 工業用試藥을 使用하여 試料[I]로부터 얻은 製品이 實用的이다. 그러나 試料[II]로부터 얻은 製品中 BSN(I), (II), (III)은 外製品(Fisher, Squibb 製品)에 比하여 純度上으로 거의遜色이 없다.

i) 製品의 藥典試驗; 工業用試藥을 使用하여 試料[I]로부터 얻은 製品을 大韓藥典에 따라 다음과 같은 試驗을 하였다.

1) 確認試驗

2) 純度試驗; a) 炭酸鹽 b) 鹽化物 c) Ammonium 鹽 d) Alkali 또는 Alkali 土金屬 e) 砒素 f) 鉛, 銅, 銀 및 黃酸鹽

위의 結果는 各項이 모두 藥典規定에 適合하였으며 (BSN(V)除外) 減量 및 定量試驗結果는 다음과 같다.

減量試驗; 次窒酸비스무트 1g을 105°C에서 2時間 乾燥시킨 다음 精秤하니 0.9957g이므로 減量百分率은 0.43%이다. (藥典規定最大減量 3%)

定量試驗; 105°C에서 次窒酸비스무트를 2時間乾燥하여 그中, 約 1g을 精秤하여 恒량이 될 때까지 強熱해서 酸化비스무트(Bi₂O₃)로 만들어서 秤量하여 計算한 收率*6은 91%이다. (藥典規定 79%以上)

5. 結 論

上東產 金屬비스무트를 原料로 하여 次窒酸비스무트를 製造한 結果, 다음과 같은 結論을 얻었다.

窒酸비스무트製造에서; (1) 金屬비스무트 10g을 녹이는데 必要한 진한 HNO₃(s. g=1.2)의 量은 30ml가 適當하며 (2) 金屬비스무트의 溶解는 室溫에서 하고 鹽의 析出에 適合한 放置時間은 10時間이면 充分하다.

次窒酸비스무트의 製造에서; (3) 加水分解는 窒酸鹽의 4배의 蒸溜水로 잘 갠 다음 21배의 熱溫에 注加한다. (4) 析出된 次窒酸비스무트의 純度는 加水分解後, 室溫까지 冷却하여 即時 濾過하는 것이 좋다. (5) 洗滌條件은 蒸溜水와 NH₄OH 洗滌水를 混用하는 것이 좋다. (6) 不純物中, Cu, Ag의 除去는 진한 NH₄OH를 使用하고 Pb의 除去는 加水分解法(B法)에서 不必要하다.

두 製法을 比較하면; (7) 收得量은 近似하나 加水分解法(B法)은 操作이 簡便하고 使用하는 試藥도 두 가지 만으로 充當될 뿐 아니라 純度도 中和法(A法)에 比하여 優秀하다. (8) 工業用試藥을 使用하여 粗비스무트(試料[I] (2 nine grade))로부터 얻은 製品의 大部分은 精製비스무트(試料[II] (4 nine grade))나 化學用試藥을 使用했을 때와 收量이나 純度上으로 보아 큰 差異는 없다. (9) 收率은 大略 91%이다.

References

- 1) 大韓藥典註解(集賢社, 서울, 1962), B. 67-70
- 2) 鄭重鉉 外 Batch法에 의한 金屬비스무트의 帶精製(延世大 固體物理學研究室, 1965).
- 3) 龜谷哲治 無機製造化學 下卷(廣川書店, 東京, 日本, 1955), p. 119.
- 4) 無機化學全集IV(丸善出版社 東京, 日本, 1951)p. 320

*6 最終殘留液에서 回收된 金屬비스무트는 除外