

URZĄD PATENTOWY



COH

1100

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Biuro Patentowe w Warszawie

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 8609.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Kl. 12 m 4

12 m, 1100

Sposób otrzymywania bezwodnych chlorków metali lotnych przy temperaturze ich powstania.

Zgłoszono 21 maja 1927 r.

Udzielono 22 marca 1928 r.

Pierwszeństwo: 13 sierpnia 1926 r. (Niemcy).

Sposób otrzymywania bezwodnego chlorku magnezu z tlenowych związków magnezu jest znany i polega w zasadzie na tem, że przy formowaniu większych brył z tlenowych związków magnezu dodaje się domieszki mające zdolność parowania oraz koksowania i wytwarzające przy ogrzewaniu pory, wskutek czego związki tlenowe zawarte w tej porowatej mieszaninie mogą swobodnie zwiększać swą objętość, przemieniając się na stały chlorek magnezu z powodu ogrzewania doprowadzanego chlorku.

Próby wykazały, że sposób ten można również zastosować do wytwarzania innych bezwodnych chlorków lotnych przy temperaturze ich powstawania, jak np. BeCl_2 ,

AlCl_3 , FeCl_3 , TiCl_4 i t. d., lub ich mieszanin.

Wprowadzie proces przemiany tlenków na odpowiednie chlorki, w obecności węgla jako środka redukcyjnego, jest egzotermiczny, lecz dotychczas nie udało się znaleźć technicznie praktycznej metody takiej przemiany dowolnego materiału surowego bez doprowadzania ciepła z zewnątrz. Przyczyny tego niepowodzenia należy się dopatrywać (tak samo jak w wypadku niezupełnej przemiany magnezji na stały chlorek magnezu) w zbyt powolnem postępowaniu reakcji od zewnętrznej strony do wnętrza bryłkowatej masy reakcyjnej; przyczyną tej przeszkody są warunki przestrzenne, bo tlenki przemieniając się na chlorki zajmują

znacznie większą przestrzeń; tak, np. 1 mol Al_2O_3 . O ile nie ma wolnej przestrzeni, to przemiana jest niezupełna. Próby wykazały, że można osiągnąć pożądaną cel przez zastosowanie zasad wymaganych przy przemianie tlenowych związków magnezu na bezwodny chlorek magnezu, to znaczy trzeba naprzód aglomerować przerabiany materiał (formować kule, pręty lub tym podobne) mieszaniny z środkami redukcyjnymi zajmującymi wiele miejsca, jak np. torf, trociny i tym podobne, a potem suszyć i koksować. Otrzymane w ten sposób bardzo porowate formaki (których ciężar jednostkowy może być dowolny) podgrzewa się do temperatury 100 — 200° i wystawia na działanie chloru w odpowiednim szybie. Chlor styka się wtedy z przerabianym materiałem na wielkiej powierzchni, przy czem reakcja może się odbywać jednocześnie na powierzchni formaków i wewnątrz. Wskutek egzotermicznego przebiegu reakcji formaki nagrzewają się, co wpływa na wzrost prędkości reakcji, przy czem jednak do temperatury topliwości nie powinno się doprowadzać. Przebieg reakcji jest bardzo szybki, proces może być prowadzony w sposób ciągły, kierunki przepływu prądu chloru i przerabianego materiału mogą być zgodne, lub przeciwnie, w każdym razie nie traci się chloru z gazami wylotowymi.

Techniczny postęp spowodowany niniejszym wynalazkiem polega na umożliwieniu wytwarzania nieorganicznych, bezwodnych chlorków (które są lotne przy temperaturze ich powstawania) w wielkich piecach szybowych zaopatrzonych w wymurowanie chroniące je przed utratą ciepła i nieopalanym z zewnątrz, podczas gdy dotąd używano do tego celu drogiego i mało wydajnych retort. Poza tem przy prowadzeniu procesu nowym sposobem wyzyskuje się materiał surowy bez reszty.

Jeżeli przy chlorowaniu powstaje mieszanina chlorków, która wychodzi z pieca w postaci pary, to poszczególne chlorki

można rozdzielać znanymi sposobami na podstawie różnic temperatury wrzenia, względnie sublimacji. Opisanym sposobem można wytwarzać wszelkie nieorganiczne, bezwodne chlorki metali, a w szczególności chlorki, otrzymywane bezpośrednio z odpowiednich tlenków pochodzenia mineralnego.

Przykład I. 100 części ziemi berylowej $3BeO \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ miesza się dokładnie z 40 częściami rozdrobnionego torfu i z odpowiedniem spoiwem, poczem mieszaninę tę formuje się, suszy, koksuje przy temperaturze około 700° (np. w obrotowym piecu) i w stanie podgrzanym wprowadza do szybowego pieca. Gdy się zaczyna doprowadzać chlor, to reakcja rozpoczyna się szybko i może być prowadzona dalej sposobem ciągłym. Chlorek berylu i chlorek glinu sublimują, więc frakcjonuje się je przez strącanie, a pozostałość formaków przybiera postać porowatych szkieletów krzemionkowych.

Przykład II. 100 części glinki i 50 części pyłu torfowego zwilża się wodą i dokładnie miesza, suszy, koksuje i w stanie ogrzanym wprowadza do pieca szybowego. Chlor zaczyna natychmiast działać. Chlorki glinu, żelaza i tytanu sublimują; strąca się je w oddzielnych komorach. Chlorowanie może się odbywać w przeciuprądzie, lub w zgodnym prądzie. Porowatą krzemionkę odprowadza się z pieca (jako pozostałość) okresowo lub stale.

Przykład III. 100 części chromitu, zawierającego 50,8% tlenku chromu i 23,5% tlenku żelaza (Fe_2O_3) miesza się z 70 częściami torfu i pyłkowego węgla brunatnego, zarabia się mazią jako spoiwem, formuje i koksuje. Przez chlorowanie przy temperaturze około 600° otrzymuje się technicznie czysty, bezwodny i wolny od żelaza chlorek chromu jako pozostałość, którą odprowadza się z pieca okresowo lub stale. Chlorek żelaza sublimuje i osiada w stosownych komorach kondensacyjnych. Chlorek chro-

mu i węgiel pozostające razem w piecu oddziela się potem łatwo sposobem mechanicznym lub chemicznym.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania bezwodnych chlorków metali lotnych przy temperaturze ich powstawania, znamienny tem, że tlenek lub mieszaninę tlenków miesza się z materiałami bardzo porowatymi, dającymi się koksować, ewentualnie z jakimś spoiwem,

poczem mieszaninę tę formuje się, koksuje i otrzymane formaki o wielkiej porowatości poddaje działaniu chloru, a lotny chlorek metalu strąca się, względnie mieszaninę chlorków rozdziela się na składniki znany sposóbem.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.