

URZĄD PATENTOWY



CO 16, 33/10

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 4267.

Albert Fritz Meyerhofer
(Zürich, Szwajcaria).Kl. ~~12 i 37~~

120, 33/10

Postępowanie w celu otrzymania kwasu krzemofluorowodorowego i jego soli.

Zgłoszono 21 lipca 1924 r.

Udzielono 20 lutego 1926 r.

Pierwszeństwo: 20 grudnia 1923 r. dla zastrz. 1, 2, 6, 7, 9, 10; 30 lipca 1923 r. dla zastrz. 3;
27 października 1923 r. dla zastrz. 4; 1 października 1923 r. dla zastrz. 5; 19 października 1923 r. dla
zastrz. 8 (Niemcy).

Do otrzymania kwasu krzemofluorowodorowego i soli tegoż kwasu są znane tylko bardzo kłopotliwe metody, które fabrycznie trudne są do przeprowadzenia i nieekonomiczne. Zwykle poprzedza je otrzymanie kwasu fluorowodorowego, tak że do pewnego stopnia wszystkie trudności otrzymania i traktowania kwasu fluorowodorowego są wciągnięte w otrzymanie kwasu krzemofluorowodorowego i jego soli.

Niniejszy wynalazek otwiera obecnie ogólnie dostępną drogę do otrzymania zarówno kwasu krzemofluorowodorowego jak również jego soli, jeszcze ogólniej do otrzymania złożonego kwasu fluorowodorowego i jego połączeń wprost ze składników.

Polega on na tem, że sól fluorową prze-

mienia się fluorkiem krzemowym wobec kwasu, przyczem, dla utworzenia się soli, obecną jest rozpuszczalna sól tej zasady, która ma być sprzężona z kwasem krzemofluorowodorowym.

Zamiast wychodzić z fluorku krzemowego można wprowadzić także inne połączenie krzemowe np. kwas krzemowy lub krzemian. Te przemieniają się solą fluorową wobec rozpuszczalnej soli zasady mającej być sprzężoną z kwasem krzemofluorowodorowym i wobec kwasu.

Przy złożonych kwasach i solach fluorowych wprowadza się poprostu zamiast fluorku krzemowego odpowiednie fluorki lub połączenia części złożonej.

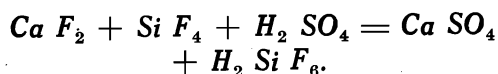
Dla ułatwienia przemiany prowadzi się

reakcję pod ciśnieniem, względnie pod ciśnieniem i w wysokiej temperaturze. Lotne połączenia, które powstają przy przemianie, można oddzielić przez destylację.

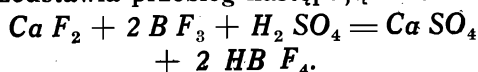
Również pracuje się ze stałymi materiałami wyjściowymi, albo z tak małymi ilościami rozpuszczalnika, że nie może nastąpić rozpuszczenie substancji działających i powstałych.

Kwas krzemofluorowodorowy zatem jako taki, a także przy otrzymywaniu soli, wytwarza się w tym procesie do pewnego stopnia ze składników.

Dla otrzymania kwasu przerabia się np. fluorek krzemu, jako fluorek fluszpat, ponieważ zawsze potrzebny jest fluorek metalu dającego łatwo nierozpuszczalne sole i kwas, np. siarkowy, przyczem reakcja przebiega według następującej formuły:



Dla złożonego kwasu fluorowodorowego przedstawia przebieg następująca formuła:



Ten sposób daje wielką oszczędność na kwasie rozkładowym. Następujący przykład cyfrowy objaśnia przebieg:

Do ołowionanego kotła mieszadłowego zamkniętego przykrywą daje się 78 kg fluorku wapniowego i 400 kg kwasu siarkowego 25%-wego. Do tej mieszaniny dopuszcza się w czasie ogrzewania 104 kg fluorku krzemowego. Po ukończeniu reakcji otrzymaną mieszaninę wypuszcza się. Z niej otrzymuje się, po odsączeniu utworzonego siarczanu wapniowego (125 kg), 425 kg 31%-wego kwasu krzemofluorowodorowego.

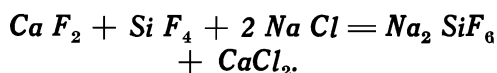
W porównaniu z powszechnie stosowanym dotychczasowym sposobem otrzymania kwasu krzemofluorowodorowego ma nowe postępowanie zasadniczą wyższość. Otrzymywanie kwasu odbywa się w jednym tylko biegu czynności, podczas gdy dotych-

czas jeszcze do tego było potrzebne otrzymanie kwasu fluorowodorowego przez destylację i nasycanie tego kwasu kwasem krzemowym. Uproszczony bieg czynności daje niezwykłą oszczędność na czasie i aparaturze.

W kwestji otrzymywania soli kwasu krzemofluorowodorowego i soli złożonych kwasów fluorowodorowych należy dodać jeszcze co następuje:

Kwas krzemofluorowodorowy powstaje z wytworzonego fluorku krzemowego, lub z kwasu krzemowego względnie jego soli. Jeżeli operuje się fluorkiem krzemowym, to dodawany kwas potrzebny jest tylko jako substancja kontaktowa i wystarczą drobne ilości jego.

Jest nawet możliwem obejść się zupełnie bez kwasu, przyczem przebieg jest następujący:



Jak już wspomniano we wszystkich wypadkach najbardziej odpowiednim fluorkiem jest fluszpat, który jako łatwo dostępny minerał stanowi najtańszy wyjściowy składnik dla części fluorowej. Wogóle należy dać pierwszeństwo nierozpuszczalnemu fluorkowi, o ile ten jest częścią pomocniczą postępowania.

Kwas krzemowy może być wprowadzony pod każdą znaną postacią, zwłaszcza jako kwas krzemowy czynny, np. jako stracony kwas krzemowy, jako krzemionka, w postaci materiału odpadkowego przy otrzymywaniu glinki i soli glinowych.

Może on również być używany nie tylko jako taki, lecz również w połączeniu, jako sól krzemowa lub krzemian, przyczem osobna sól metalu jest zbyteczną, o ile kwas krzemowy związany jest z zasadą, która może się przemienić w sól kwasu krzemofluorowodorowego.

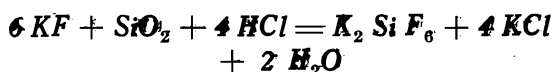
Powyższy przykład wskazywał już na to, że kwas solny jest szczególnie odpowiednim. Również korzystne są sole kwasu

solnego, jak również chlorki jako składniki solne.

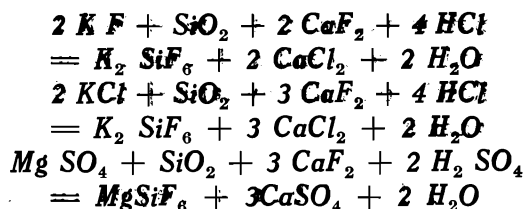
Przy otrzymywaniu złożonych soli fluorowych zmienia się postępowanie tylko o tyle, że używa się składników złożonych kwasów fluorowodorowych. I tak zamiast kwasu krzemowego wchodzi taki tlenek metalu lub metaloidu, który oddaje swą część złożoną, względnie jego fluorek razem z kwasem fluorowodorowym lub z potrzebnym prócz tego nierozpuszczalnym fluorkiem.

Przebieg tej części postępowania mogą objaśnić następujące równania:

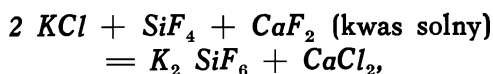
1) Metoda z fluorkiem dającym zarazem zasadę i z kwasem



2) Metoda z solą rozpuszczalną, fluorkiem z reguły nierozpuszczalnym i z kwasem.

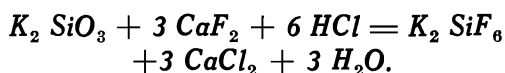


3) Metoda z krzemofluorowodorem, fluorkiem i małymi ilościami kwasu działającego kontaktowo.



która to przemiana udaje się i bez kwasu.

4) Wprowadzenie kwasu krzemowego pod postacią soli krzemowej względnie krzemianu, przyczem wówczas tylko potrzebną jest ta sól krzemowa, fluorek i kwas.



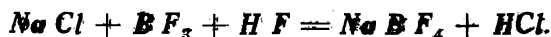
Tu należy włączyć następujący przykład cyfrowy:

Do 10 kg kwasu solnego ($d = 1,1$)

wprowadza się 2,3 kg fluorku wapniowego, 1,2 kg soli kuchennej i 1 kg kwasu krzemowego z 60% SiO_2 . Mieszaninę ogrzewa się kilka godzin do mniej więcej 80° podczas ustawicznego mieszania. Po ukończonej przemianie odsącza się ssąco krzemofluorek sodu, przemywa aż do zniknięcia chloru i suszy.

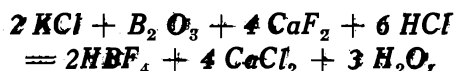
Wydajność krzemofluorku wynosi 1,7 kg.

Przy otrzymywaniu złożonych soli fluorowych najprostszą drogą jest ta, przy której działa się połączeniem fluorowem części złożonej na sól zasady mającej być wprowadzoną. Przy tem otrzymuje się potem część kwasową tej soli jako wolny kwas.

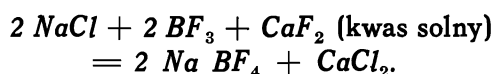


Tutaj nie uwydatniają się dobrze zalety tego postępowania i dlatego należy podkreślić przedewszystkiem te drogi, przy których przerabia się fluorek jako dostarciciel fluoru.

Przykład wprowadzenia części kompleksowej w postaci tlenku stanowi równanie:



a wprowadzenia części złożonej w postaci fluorku formuła:



W ostatnim wypadku jest kwas znów substancją kontaktową i przemiana jest możliwą także bez kwasu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Postępowanie w celu otrzymania kwasu krzemofluorowodorowego i jego soli, znamienne tem, że na sól fluorową działa się fluorkiem krzemu w obecności kwasu.

2. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1, znamienność obecnością

rozpuszczalnej soli zasady mającej być związaną z kwasem krzemofluorowodorowym.

3. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że na sól fluorową działa się kwasem krzemowym lub krzemianem w pewnym wypadku w obecności rozpuszczalnej soli zasady, mającej być związaną z kwasem krzemofluorowodorowym w obecności kwasu.

4. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1—3, znamienny tem, że używa się składników złożonych kwasów fluorowodorowych w celu utworzenia tych kwasów lub ich soli.

5. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1—4, znamienny tem, że w celu otrzymania kwasu krzemofluorowodorowego wprowadza się do reakcji fluszpat lub inny fluorek, fluorek krzemowy i kwas, szczególnie siarkowy.

6. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1—5, znamienny tem, że wprowadza się do reakcji fluorek, kwas krzemowy lub fluorek krzemowy i chlorek tego metalu, którego krzemofluorek ma być otrzymany, w obecności kwasu solnego.

7. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1—6, znamienny tem, że powoduje się bezpośrednie oddziaływanie

na siebie fluorku, fluorku krzemowego i łatwo rozkładalnej soli, jak chlorek tego metalu, którego krzemofluorek ma być otrzymany.

8. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1—4 i 6, znamienny tem, że wprowadza się do reakcji fluorek i sól krzemową tego metalu, którego krzemofluorek ma być otrzymany w obecności kwasu, zwłaszcza solnego.

9. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1—8, znamienny tem, że kwas krzemowy wprowadza się jako połączenie czynne, możliwie bezwodne, a więc w wysokim stopniu zdolne do reakcji.

10. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1—9, znamienny tem, że reakcję prowadzi się pod ciśnieniem zwiększonym, względnie pod ciśnieniem zwiększonym i w wyższej temperaturze.

11. Sposób wykonania postępowania według zastrz. 1—10, znamienny tem, że przemianę prowadzi się ze stałymi materiałami wyjściowymi w obecności tylko małej ilości wody, nie wystarczającej do rozpuszczenia.

Albert Fritz Meyerhofer,

Zastępca: M. Kryzan,

rzecznik patentowy.