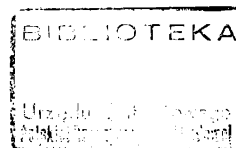


5 grudnia 1931 r.

LO1 f 758

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14716.

Kl. 12-m-7.
12m, 7/58

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

Sposób wyrobu bezwodnego chlorku glinu.

Zgłoszono 6 lutego 1929 r.

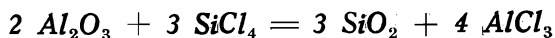
Udzielono 6 października 1931 r.

Pierwszeństwo: 7 lutego 1928 r. (Niemcy).

Znane jest, że przy oddziaływaniu chloru na surowce zawierające równocześnie tlenek glinu i kwas krzemowy, a więc glinę, kaolin, bauksyt i t. p. przeprowadza się w obecności środka redukującego nie tylko tlenek glinu, lecz równocześnie (nie biorąc pod uwagę innych składników, jak tlenek żelazowy, tlenek tytanowy i t. d.) i kwas krzemowy w chlorek. Znany sposób według patentu niemieckiego Nr 399454 ma na celu otrzymanie obok chlorku glinu również czterochlorku krzemu. Jeżeli jednak nie ma żadnego zapotrzebowania na czterochlorek krzemu, wtedy jego tworzenie się jest zbyt dużym zużyciem chloru. Gdy natomiast ma być wytworzony chlorek glinu do zastosowania, np. w przemy-

śle naftowym, to winien on być wytworzony niezależnie od czterochlorku krzemu.

Dodatkowe ścisłe badania przebiegu chlorowania surowców zawierających kwas krzemowy i tlenek glinowy nie wykazały żadnej regularności między tworzeniem się chlorku glinu i chlorku krzemu. Doświadczenie prowadzone w takich warunkach, że od początku reakcji do chloru został domieszany chlorek krzemu, pozwoliło stwierdzić, że chlorek krzemu, według znanego, jako takie, równania



działa w stosunku do tlenku glinowego przy temperaturach powyżej 500° jako

środek chlorujący, zwiększa zatem wydajność chlorku glinu i to mianowicie nawet wtedy, gdy Al_2O_3 związana jest z kwasem krzemowym. Dalej okazało się, co jest jeszcze ważniejszym, że w tych warunkach chlor nie oddziałuje na kwas krzemowy.

Wynalazek polega na stwierdzeniu, że chlorowanie można ograniczyć do Al_2O_3 , jeżeli przewidziana jest obecność wystarczającej ilości chlorku krzemowego w gazie chlorowym. Chlorek krzemu konieczny jako dodatek do chloru winien tutaj być wprowadzony do obiegu; zostaje on dodany do chloru, po przemianie oddzielony od chlorku krzemu, skondensowany, a potem znowu wyparowany, by mógł być ponownie dodany do chloru. Chlorek krzemu, którego punkt wrzenia wynosi $56^{\circ}C$, posiada przy zwykłej temperaturze już tak silne ciśnienie pary, że dla przeprowadzenia sposobu wystarczy przepuszczać chlor przez chlorek krzemu, by go dostatecznie zaopatrzyć w chlor. Uzyskanie odpowiedniego stężenia $SiCl_4$ w chlorze osiągnąć można łatwo przez dobór temperatury płynnego $SiCl_4$. Zależnie od ilości chlorku krzemu, który zostaje dodany do chloru, można osiągnąć to, że po oddzieleniu chlorku glinu zostaje znowu strącona ta sama ilość chlorku krzemu, jaką dodano do chloru (technicznie właściwa ilość $SiCl_4$) lub że część $SiCl_4$ przemienia się z gliną na chlorek glinowy (zawiele $SiCl_4$) lub też, że tworzy się nowa część $SiCl_4$ (zamało $SiCl_4$). Zależnie od ilości dodanego $SiCl_4$ można zatem osiągnąć różne wyniki.

Celem osiągnięcia, by np. przy temperaturze reakcji około 750° przy ostudzeniu produktu reakcji dało się strącić tyle $SiCl_4$ ile dodano do chloru, a więc, jeżeli nie następuje dodatkowe wytwarzanie się $SiCl_4$, należy do reakcji z materiałami wyjściowymi wprowadzać mieszaninę składającą się z mniej więcej równych ilości wagowych $SiCl_4$ i chloru.

Przykład I (bez dodatku $SiCl_4$). 100 kg mieszaniny ukształtowanej i skoksowanej np. według patentu niemieckiego Nr 450979 z gliny i węgla brunatnego, zawierającej około 30% Al_2O_3 , 55% SiO_2 i 15% węgla czystego, traktuje się 102 kg chloru przy około $700 - 800^{\circ}$. Tworzy się 71 kg $AlCl_3$ i 54 kg $SiCl_4$, a pozostałość wynosi 36 kg.

Przykład II. 100 kg materiału wyjściowego według przykładu I traktuje się przy 750° około 57 kg chloru, do którego dodano około 60 kg $SiCl_4$. Tworzy się 71 kg $AlCl_3$, a około 60 kg $SiCl_4$ skrapla się. Pozostałość wynosi 65 kg. Ponieważ została skroplona ta sama ilość $SiCl_4$, jaką dodano do chlorku, wynika z tego, jak to również potwierdza waga pozostałości, że rezultatem reakcji jest tylko chlorek glinu.

Przykład III. 100 kg materiału wyjściowego według przykładu I traktuje się przy 750° chlorem w ilości 45 kg, do którego dodano 75 kg $SiCl_4$. Tworzy się 70 kg $AlCl_3$, a około 61,5 kg $SiCl_4$ skrapla się. Pozostałość wynosi około 70,5 kg. 13,5 kg $SiCl_4$ z Al_2O_3 przemieniło się zatem na $AlCl_3$, to znaczy nieco więcej niż 20% chlorku krzemu oddziaływało według powyższego wzoru zamiast chloru na tlenek glinowy. Z tego wynika, że domieszanie nadmiaru $SiCl_4$ do chloru nie jest szkodliwe, gdyż nadmiar zostaje wykorzystany na korzyść tworzenia się chlorku glinu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wyrobu bezwodnego chlorku glinu z surowców zawierających równocześnie tlenek glinowy i kwas krzemowy przez oddziaływanie chloru w obecności środka redukującego jak węgiel, lub tlenek węgla, znamieny tem, że działa się chlorem nasyconym czterochlorkiem krzemu, przyczem przez powiększenie ilości $SiCl_4$ w chlorze zmniejsza się ilość równoczesnego tworzenia się chlorku krzemu z kwasu krzemowego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamien-
ny tem, że celem zapobieżenia oddziały-
waniu na kwas krzemowy używa się do
chlorowania mieszaninę chloru i chlorku
krzemu w prawie równych stosunkach ilo-
ściowych.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, zna-
mienny tem, że domieszany do chloru

chlorek krzemu odzyskuje się po oddzie-
leniu chlorku glinu i używa ponownie do
reakcji.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.