



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 134696

(51) Int. Cl.² C 01 G 7/00

(21) Patentsøknad nr. 740371
(22) Inngitt 05.02.74
(23) Løpedag 05.02.74

(41) Alment tilgjengelig fra 06.08.74
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 23.08.76
(30) Prioritet begjært 05.02.73, Italia, nr. 20006 A/73

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte for fremstilling av vannfritt gull-triklorid.

(71)(73) Søker/Patenthaver SNAM PROGETTI S.P.A.,
Corso Venezia 16,
Milano, Italia.

(72) Oppfinner DANIELA BELLI DELL'AMICO, Carrara,
FAUSTO CALDERAZZO, Ghezzano, Italia.

(74) Fullmektig Siv.ing. Audun Kristensen,
J.K. Thorsens Patentbureau, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Ingen.

Den foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for fremstilling av vannfritt gull-triklorid ut fra hydratisert tetraklor-gull(III)-syre. Fremstilling av gull-triklorid er tidligere kjent og foregår under meget strenge reaksjonsbetingelser.

En metode består i å behandle metallisk gull med klor ved temperaturer som varierer fra 220 til 250°C, idet temperaturen velges slik at den rette avveining oppnås mellom ønsket om å oppnå brukbare reaksjonshastigheter og behovet for å unngå termisk spalting til gull-monoklorid.

Andre metoder består i å behandle metallisk gull med SO_2Cl_2 ved 160°C, eller med ICl .

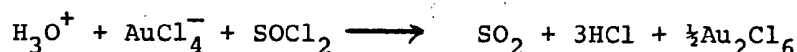
Videre er det kjent at gull-triklorid kan fremstilles ved å behandle tetraklor-gull(III)syre med klor ved 200°C, men det oppnådde produkt er urent på grunn av ufullstendig omdannelse av utgangsproduktet. Det har nå vist seg at det med kvantitative utbytter og ifølge en enkel og økonomisk metode, er mulig å oppnå vannfritt gull-triklorid ved å behandle tetraklor-gull(III)syre med tionylklorid, hvor reaksjonen foregår ved romtemperatur eller ved en temperatur som alltid er lavere enn 65°C.

Den foreliggende oppfinnelse vedrører således en fremgangsmåte for fremstilling av vannfritt gull-triklorid, og det særegne ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er at findelt hydratisert tetraklor-gull(III)syre suspenderes i tionylklorid hvorefter blandingen avskjermes mot lys og omrøres ved temperatur mellom 20 og 65°C, hvorefter det dannede krystallinske gull-triklorid isoleres fra reaksjonsblandingen.

134696

Reaksjonen er meget enkel, siden utgangsproduktet er handelsvanlig tetraklor-gull(III)syre, med formel $\text{H Au Cl}_4 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$.

Reaksjonen foregår skjematisk på følgende måte:



Til tross for driftsbetingelsene foregår ingen vesentlig reduksjon til gull-monoklorid og reaksjonen går praktisk talt fullstendig mot dannelsen av triklorid, som likeledes er fritt for spor av SO_2 og SOCl_2 . Gull-saltet, fremstilt som angitt ovenfor, kan benyttes som katalysator for karboksylering av glykoler eller det kan benyttes som utgangsmaterial for fremstilling av gull-klorkarbonyl-derivater og fosgen.

Oppfinnelsen illustreres under henvisning til det følgende eksempel.

EKSEMPEL

Som utgangsmaterial benyttes den handels-vanlige tetraklor-gull(III)-syre (C. Erba, Milano, H. Drijfhout, Amsterdam).

5.0 g (12.70 mmol) av fint oppdelt tetraklor-gull(III)syre suspenderes i 125 ml tionylklorid og omrøres ved romtemperatur i 5 timer samtidig som løsningen avskjermes mot lys. En gassutvikling starter ca. 20 minutter etter blandingen og opphører etter 4 timer. Etter avsluttet reaksjon inndampes løsningsmidlet til 40 ml under redusert trykk, hvorefter heptan tilsettes. Et rødt, krystallinsk klorid filtreres fra og tørkes under vakuum. 3.2 g av saltet oppnås med utbytte 83.1%. Reaksjonen gjennomføres likeledes ved en høyere temperatur (65°C) og det bemerkes at høyere reaksjonshastigheter også gir gode resultater, både med hensyn til utbytte og produktrenhet.

Gull-triklorid er litt løselig i SOCl_2 , med løselighet litt lavere enn 1% (vekt/volum).

134696

Analyse ga følgende resultater:

	Au	Cl
Funnet	65.21	34.30
Teoretisk	64.94	35.06

Infrarød undersøkelse ga ikke gode spektrallinjer, siden gull-saltet sannsynligvis reagerte med kaliumbromid i oppsamlingsskålene. De oppnådde spektrallinjer var imidlertid tilfredsstillende til å fastslå at linjene for SO_2 eller SOCl_2 ikke var tilstede.

Saltet ble identifisert som gull-triklorid ved hjelp av følgende reaksjoner med acetonitril og pyridin, som danner tidligere kjente kompleksforbindelser:

- reaksjon med acetonitril utføres ved å tilsette fast Au_2Cl_6 til CH_3CN avkjølt til omtrent -80°C , hvorefter temperaturen langsomt økes. Etter en delvis fordampning av løsningsmidlet utvinnes $\text{AuCl}_3 \cdot (\text{CH}_3\text{CN})$ ved filtrering ved -70°C (utbytte 50%), og
- addisjonsproduktet med pyridin fremstilles ved å benytte den støkiometriske mengde av ligandforbindelsen med CH_2Cl_2 som løsningsmiddel. Ligandforbindelsen tilsettes til en overmettet løsning av gull-triklorid, på forhånd avkjølt til -80°C , og komplekset isoleres ved filtrering ved romtemperatur.

Analyse av de ovennevnte kompleksforbindelser bekreftet formelen $\text{AuCl}_3 \cdot (\text{L})$, hvori L står for CH_3CN eller $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$.

		C	H	Au	Cl	N
$\text{AuCl}_3 \cdot (\text{CH}_3\text{CN})$	Funnet	7.17	0.97	56.76	30.81	4.08
	Teoretisk	6.97	0.88	57.19	30.88	4.07
$\text{AuCl}_3 \cdot (\text{C}_5\text{H}_5\text{N})$	Funnet	15.85	1.48	49.80	27.15	3.95
	Teoretisk	15.70	1.32	51.50	27.81	3.66

134696PATENTKRAV

Fremgangsmåte for fremstilling av vannfritt gull-triklorid, karakterisert ved at findelt hydratisert tetraklor-gull(III)syre suspenderes i tionylklorid hvorefter blandingen avskjermes mot lys og omrøres ved temperatur mellom 20 og 65°C hvorefter det dannede krystallinske gull-triklorid isoleres fra reaksjonsblandingen.