

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY 128 643

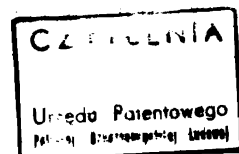
Patent dodatkowy  
do patentu —

Zgłoszono: 81 05 08 /P.231074/

Pierwszeństwo: —

Zgłoszenie ogłoszono: 82 11 22

Opis patentowy opublikowano: 1985 08 30



Int. Cl.<sup>3</sup> C01G 37/027

Twórcy wynalazku: Zygmunt Kowalski, Stanisław Kania, Kazimierz Boroń,  
Zygmunt Hojowski

Uprawniony z patentu: Zakłady Chemiczne "ALWERNIA", Alwernia /Polska/

## CIĄGŁY SPOSÓB OTRZYMYWANIA TLENKU CHROMOWEGO METODĄ TERMICZNEGO ROZKŁADU BEZWODNIKA KWASU CHROMOWEGO

Przedmiotem wynalazku jest ciągły sposób otrzymywania tlenku chromowego poprzez termiczny rozkład bezwodnika kwasu chromowego.

Według dotychczasowego sposobu otrzymywania tlenku chromowego, płatkowany  $\text{CrO}_3$  dozuję się ręcznie do pieców stacjonarnych, w których praży się wsad około 2 godziny w temperaturze 1 000 - 1 250°C, stosując ręczne mieszanie. Następnie spiek wygarnia się ręcznie z pieca na tace i kieruje się do mielenia. Tlenek chromowy otrzymany tą metodą posiada bardzo dobre własności pigmentowe, jednakże trudności związane z uciążliwym uciążliwym tą metodą czynią ją rzadko stosowaną w przemyśle.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu, który umożliwi uciążliwym uciążliwym procesowi otrzymywania tlenku chromowego. Próby uciążliwym uciążliwym procesu redukcji bezwodnika kwasu chromowego prowadzone były w piecach tunelowych, obrotowych, cyklonowych, w reaktorach w postaci suszarek rozpyłowych. Zastosowanie pieców tunelowych nie dało zadowalających wyników. Stopień prze-reagowania  $\text{CrO}_3$  do  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  nie przekraczał 20 %, a produkt zawierał dużo spieków. Prowadzenie procesu w piecach obrotowych było niemożliwe z powodu oklejania pieca, natomiast zarówno w piecach cyklonowych jak i reaktorach w postaci suszarek rozpyłowych nie uzyskano 100 % przereagowania surowca i odpowiednich parametrów jakościowych pigmentu, na skutek zbyt krótkiego przebywania reagenta w wysokiej temperaturze.

Przeprowadzone badania wykazały, że parametrami, których utrzymanie na odpowiednim poziomie jest koniecznym warunkiem całkowitego przereagowania surowca i odpowiedniej jakości produktu, zwłaszcza w zakresie własności pigmentowych jest temperatura i czas prażenia. Takie warunki prażenia uzyskać można w piecach obrotowych, jeżeli udałoby się wyeliminować zjawisko oklejania pieca. Oklejanie pieca spowodowane jest obecnością fazy ciekłej w dużym przedziale temperatur. Bezwodnik kwasu chromowego topi się w temperaturze 180 - 200°C, a całkowita redukcja do tlenku chromowego zachodzi powyżej temperatury 1 000°C. W niższych temperaturach tworzą się przejściowe tlenki chromu o różnym od 1,5 stosunku tlenu do chromu np.:  $\text{CrO}_{2,906}$ ;  $\text{CrO}_{2,625}$ ;  $\text{CrO}_{1,56}$ .

Stwierdzono, że dodatek do bezwodnika kwasu chromowego pewnych substancji powoduje zmniejszenie ilości fazy ciekłej podczas rozkładu termicznego bezwodnika kwasu chromowego, a tym samym eliminuje oklejanie urządzeń, które stanowiło główną przeszkodę w uciągleniu procesu.

Zgodnie z wynalazkiem bezwodnik kwasu chromowego miesza się z mocznikiem krystalicznym lub roztworem wodnym mocznika, przy czym ilość mocznika wynosi 1 - 3 % wagowych w stosunku do ilości bezwodnika kwasu chromowego, a otrzymaną mieszaninę praży się w temperaturze 1000 - 1250°C w ciągu 1 - 2 godzin w piecu obrotowym.

Wynalazek opiera się na stwierdzeniu, że dodatek mocznika do bezwodnika kwasu chromowego znacznie przyspiesza redukcję  $\text{CrO}_3$  w fazie początkowej procesu i zmniejsza do minimum ilość fazy ciekłej, powstającej przy topieniu się i rozkładzie bezwodnika kwasu chromowego.

**P r z y k ł a d I.** 1 kg krystalicznego mocznika mieszano z 50 kg płatkowanego bezwodnika chromowego, po czym dozowano do pieca obrotowego pracującego w przeciwnym kierunku i ogrzewanego bezprzewodowo gazem ziemnym. Wsad prażono w sposób ciągły w ciągu 1,5 godziny przy maksymalnej temperaturze w piecu 1100°C. Otrzymano pylisty produkt o dobrych właściwościach pigmentowych. Obserwacje pieca wykazują, że nie występuje zjawisko topienia się  $\text{CrO}_3$ , dzięki znacznie przyspieszonej redukcji w pierwszej fazie procesu.

**P r z y k ł a d II.** 50 kg płatkowanego bezwodnika kwasu chromowego zraszano 3 dm<sup>3</sup> roztworu wodnego mocznika, w którym stosunek mocznika do wody wynosił 1:1, po czym otrzymaną mieszaninę prażono w piecu obrotowym w temperaturze 1200°C w ciągu 2 godzin. Sposób według wynalazku pozwala uciągnąć termiczną metodą otrzymywania tlenku chromowego.

#### Z a s t r z e ż e n i e   p a t e n t o w e

Ciągły sposób otrzymywania tlenku chromowego metodą termicznego rozkładu bezwodnika kwasu chromowego, z n a m i e n n y   t y m , że mieszaninę bezwodnika kwasu chromowego z mocznikiem krystalicznym lub roztworem wodnym mocznika poddaje się prażeniu w temperaturze 1000 - 1250°C w ciągu 1 - 2 godzin, przy czym ilość mocznika wynosi 1 - 3 % wagowych w stosunku do ilości bezwodnika kwasu chromowego.