



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 05.X.1966 (P 116 739)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 30.V.1968

Kl. 12 m, 7/50

MKP C 01 f 7/50

UKD 661.862.361

Twórca wynalazku: dr inż. Marian Grobelny

Właściciel patentu: Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice (Polska)

Sposób wydzielania fluorku glinowego z jego roztworu wodnego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania fluorku glinowego z jego wodnego roztworu.

W znanych sposobach wytwarzania fluorku glinowego otrzymuje się ten związek w postaci przesyconego roztworu wodnego, z którego wydziela się go w postaci zbliżonej do trójhhydratu $\text{AlF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Odsączone kryształy odwadnia się przez ogrzewanie. Odwadnianie prowadzi się z reguły w dwóch etapach, przy czym najpierw uzyskuje się produkt zbliżony do jednohydratu lub półhydratu, a następnie fluorek glinu całkowicie pozbawiony wody. Dwustopniowość tej operacji jest podyktowana różnicą urządzeń suszących. Jedne z nich kwalifikują się lepiej do odwadniania w niższym zakresie temperatur, a inne przeznaczone są do wyprażania w temperaturze np. 600° wymaganej do uzyskania produktu bezwodnego, jak np. piece obrotowe lub fluidalne.

Najwolniejszym etapem przy wytwarzaniu bezwodnego fluorku glinu jest jego krystalizacja, która jak wiadomo polega na przejściu łatwo rozpuszczalnej odmiany fluorku glinowego w odmianę trudno rozpuszczalną. W celu jej przyspieszenia stosuje się mieszanie, ogrzewanie w temperaturach do stu stopni, zakwaszanie oraz szczepienie roztworu stałym krystalicznym fluorkiem glinu. Stosowanie tych środków pozwala na wydzielanie kryształów fluorku glinowego w ciągu kilku godzin. Sposobem według wynalazku można znacznie skrócić czas krystalizacji fluorku glinu.

2

Według wynalazku wydzielanie kryształów fluorku glinu prowadzi się przez ogrzewanie roztworu fluorku glinu zaszczipionego stałym krystalicznym fluorkiem glinowym do temperatury powyżej 100°C , co wymaga prowadzenia procesu w warunkach odpowiednio podwyższonego ciśnienia, w autoklawie. Podwyższenie temperatury w znacznym stopniu zwiększa szybkość krystalizacji bez obniżania wydajności procesu, ponieważ wpływ temperatury na rozpuszczalność substancji na ogół trudno rozpuszczalnej nie ma praktycznego znaczenia.

Ponadto okazało się, że kryształy wydzielone w wyższej temperaturze są mniej uwodnione. W temperaturze $160\text{--}200^\circ\text{C}$ można otrzymać fluorek glinowy o składzie zbliżonym do jednohydratu lub mieszaninę jednohydratu z półhydratem. Kryształy te przy chłodzeniu roztworu nie ulegają hydratacji, wobec czego masa krystaliczna otrzymana w wysokiej temperaturze pod zwiększonym ciśnieniem, po ochłodzeniu w celu obniżenia ciśnienia oraz po przesączeniu pod ciśnieniem atmosferycznym, nadaje się do dalszego odwadniania z pominięciem pierwszego etapu stosowanego przy odwadnianiu trójhhydratu.

Przykład. W laboratoryjnym autoklawie przeprowadzono szereg następujących doświadczeń.

Do autoklawu wlewano 1000 ml poreakcyjnego roztworu AlF_3 o stężeniu 132 g AlF_3/l , dodawano 100 g szczepionki w postaci kryształów $\text{AlF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ i ogrzewano mieszając do osiągnięcia określonego

ciśnienia względnie określonej temperatury, w których to warunkach utrzymywano układ w ciągu 15 minut, a następnie ochładzano w celu uzyskania ciśnienia atmosferycznego. Łączny czas ogrzewania, utrzymywania pod określonym ciśnieniem i chłodzenia wynosił we wszystkich przypadkach około 2 godzin. Wyniki doświadczeń przedstawione są w tabeli.

Ciśnienie atm około	Tempera- tura °C	Wydajność AlF ₃ w kryształach %	Zawartość AlF ₃ w produkcie %
0	80	50	61
5	160	80	83
10	182	90	85
15	200	92	88

Z powyższych wyników widać, że przyjęty czas krystalizacji był wystarczający jedynie przy wyższej temperaturze. Ponadto, zaznacza się wyraźny spadek stopnia uwodnienia otrzymywanych kryształów ze wzrostem temperatury procesu krystalizacji.

10 Zastrzeżenie patentowe

15 Sposób wydzielania fluorku glinowego z jego roztworu wodnego na drodze krystalizacji w podwyższonej temperaturze i w obecności stałego krystalicznego fluorku glinowego **znamienny tym**, że krystalizację prowadzi się w temperaturze powyżej 100°C, zwłaszcza w temperaturze 160—200°C.