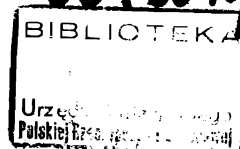


2

1 grudnia 1928 r.

URZĄD PATENTOWY



## RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

# OPIS PATENTOWY

Nr 9063.

Albert Fritz Meyerhofer  
(Zürich, Szwajcaria).

Kl. 12-1 II.

12 b, 1/20

### Sposób wytwarzania związków alkaliów z soli potasowcowych i związków ziem alkalicznych.

Zgłoszono 23 kwietnia 1927 r.

Udzielono 20 czerwca 1928 r.

Pierwszeństwo: 19 maja 1926 r. dla zastrz. 10—14; 9 lutego 1927 r. dla zastrz. 1—9, 15—19 (Niemcy).

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest sposób wytwarzania związków alkaliów z soli potasowcowych i związków ziem alkalicznych, polegający na tem, że reakcję przeprowadza się przez krótki czas i oddziela się ługi, o ile przebieg reakcji stanie się powolniejszy. W ten sposób można w jednostce czasu przeprowadzać przez naczynia reakcyjne wielkie ilości przerabianych materiałów, przez co wyżykuje się lepiej przyrządy i osiąga większą produkcję.

Niniejszy wynalazek ma szczególniejsze znaczenie dla przeróbki soli alkaliów z wapnem żrącym lub podobnymi związkami, czyli dla wytwarzania wodorotlenku alkalicznego. Najlepiej przeprowadzać proces w taki sposób, aby otrzymać ługi, zawierające w litrze więcej niż 200 g wodorotlenku alkalicznego.

Zaleca się również przeprowadzanie procesu przy temperaturach powyżej 80°, najlepiej około 100°C. W celu przyspieszenia procesu można zastosować ciśnienie, przeprowadzając proces w zamkniętych naczyniach i przy wyższej temperaturze.

Przebieg procesu jest korzystniejszy, jeżeli sól alkaliczna znajduje się w nadmiarze, bo wtedy można mieć pewność, że przemiana wapna żrącego lub temu podobnych związków jest zupełna, przyczem wytwarza się mniej mułu, który pochodzi przeważnie od nieprzetworzonego wapna żrącego.

Proces może być wielostopniowy i ciągły, o ile się użyje całego szeregu zbiorników. Do pierwszych zbiorników wprowadza się czynniki reakcji, sól alkaliczną i wapno żrące, poczem po krótkim czasie przesącza się zawartość naczynia. Stały

produkt przemiany i nieprzetworzone czynniki reakcji wprowadza się do następnego naczynia wraz z pewną ilością świeżego rozpuszczalnika. Przebieg reakcji w drugim naczyniu jest równie szybki jak w pierwszym, bo usunięto rozpuszczalny produkt reakcji, wpływający na zmniejszenie szybkości reakcji. W ten sposób zdąża się szybko do stosunkowo wielkiego stężenia.

Jako cieczy reakcyjnej można używać z korzyścią ługów płóczkowych, przyczem jeżeli przeróbka odbywa się stopniowo, to ługi płóczkowe przeprowadza się w przeciwnym kierunku jak wapno żrące, wskutek czego przebieg reakcji jest żywszy, a jednocześnie stężenie wodorotlenku alkaliów silniejsze.

W stężonych roztworach wodorotlenku alkaliów zawierających ewentualnie jakieś zanieczyszczenia można te ostatnie stracić, dodając do wymienionego roztworu wapno żrące. Potem trzeba przefiltrować i dopiero odfiltrowany wodorotlenek wapnia miesza się z solą alkaliczną, która ma ulec przemianie. Mając kilka naczyń reakcyjnych wprowadza się np. do pierwszego naczynia wodorotlenek wapnia i przefiltrowany ług z drugiego naczynia. Ług ten oddziela się potem znowu przez filtrowanie od wodorotlenku wapnia, który zawiera teraz zanieczyszczenia pochodzące z ługu. Osad pozostały z filtrowania wprowadza się do drugiego naczynia, do którego wchodzi również ług, pochodzący z trzeciego naczynia i sole alkaliczne. Po niedługim czasie, mianowicie gdy reakcja stanie się bardzo powolna, filtruje się również zawartość drugiego naczynia, przyczem otrzymany ług płynie do pierwszego naczynia, a pozostałość wprowadza się do trzeciego naczynia, do którego wprowadza się jednocześnie przefiltrowany ług z czwartego naczynia, tak że i tu reakcja, która nie była jeszcze ukończona, przebiega szybko. W razie potrzeby zwiększa się jeszcze ilość naczyń reakcyjnych w celu zupełnego wyzy-

skania czynników reakcji. W przeciwnym kierunku jak czynnik reakcji prowadzi się ciecz płóczkową pierwotnie czystą. W ten sposób oddziela się produkty reakcji, a zarazem chwyta się je bez reszty.

W myśl niniejszego wynalazku należy używać takich soli alkalicznych, które z wapnem żrącym (lub podobnymi związkami) albo naogół z związkami ziem alkalicznych tworzą sole nierozpuszczalne. W pierwszym rzędzie dotyczy to przemian zachodzących pomiędzy fluorkiem sodu, lub innymi fluorkami alkalicznymi i wapnem żrącym lub podobnymi związkami.

Przy ostatniej przemianie korzystne jest użycie odnośnych wodorotlenków ziem alkalicznych w takiej postaci, w której ich skład odpowiada w przybliżeniu wzorowi chemicznemu. Ma być zatem obecna tylko taka ilość grup wodorotlenowych, która odpowiada bezpośrednio wartości. Tak samo jest w wypadku użycia wodorotlenków baru, strontu, magnezu i t. d., bez względu na to, czy się ich używa pojedynczo, czy razem.

Najwygodniejszy jest oczywiście wodorotlenek wapnia, w którym z  $\text{CaO}$  jest związana tylko jedna grupa  $\text{H}_2\text{O}$ , lecz nie mniej i nie więcej. Jeżeli wapno zawiera magnezję, to  $\text{MgO}$  powinien być również tylko równoważną ilością  $\text{H}_2\text{O}$ .

Z tego względu używa się w myśl wynalazku przede wszystkim sucho gaszonego wapna. Odpowiedni wodorotlenek wapnia otrzymuje się np. przez gaszenie palonego wapna pod ciśnieniem pary. Do tego celu można używać gaszonego wapna w kawałkach albo w postaci ziarnistej lub sproszkowanej.

Gaszenie może się odbywać pod ciśnieniem kilku atmosfer, albo w tak zwanych bębnoch do gaszenia wapna.

Otrzymany materiał suchy przesiewa się jeszcze ewentualnie przez drobne sito, np. 200 oczkowe, albo rozgatkowuje się zapomocą prądu powietrza.

Do przeprowadzenia procesu w myśl niniejszego wynalazku nadaje się również wodorotlenek wapnia otrzymany niżej podanymi sposobami.

Palone wapno rozdrabia się do pewnego stopnia i miesza z wodą, przyczem wapno z reguły nie pochłania tyle wody, ile potrzeba do jego równoważnego nawodnienia. Otrzymany w ten sposób produkt suchy wystawia się potem w dalszym ciągu na działanie pary, a wkońcu znowu go się przesiewa.

Inny sposób: wapno gasi się naprzód w postaci papki, którą przepuszcza się potem przez gęste sito np. 900 oczkowe, zagęszcza i daje mu się osiąść. Zagęszczony mułek wapienny suszy się naprzód na powietrzu, a potem jeszcze przy ogniu, aż do otrzymania  $Ca(OH)_2$ .

Przerabiane materiały są z reguły mieszaniną roztworu alkaliów i stałych soli ziem alkalicznych, mającą postać mułu. Jakkolwiek tworzenie się mułu można utrudnić przez zastosowanie nadmiaru soli alkaliów, to jednak oddzielenie silnie alkalicznej cieczy od stałych związków ziem alkalicznych jest połączone z trudnościami. Płótno filtrowe ulega działaniu silnych alkaliów, tak że chcąc wogóle używać płócien filtrowych trzeba rozcieńczać filtrowany materiał. Jeżeli stężenie alkaliów osiągnie stopień zbyt wysoki, to włókna pęcznieją, płótno staje się nieprzepuszczalne i nieużyteczne. Tkanina azbestowa także się nie nadaje, bo rozkłada się w ługu alkalicznym, wskutek czego powstaje śluzowata wydzielina, która uniemożliwia filtrowanie.

Próby wykazały, że można używać do tego celu tkanin metalowych; szczególnie nadają się tkaniny z drutu żelaznego np. tak zwane tkaniny galonowe.

Zapomocą tkanin z żelaznego drutu można filtrować bez trudności kleisty muł powstający np. przy przemianie fluorku alkaliów z wapnem żrącym i zawierający

drobny fluorek wapniowy i ług alkaliczny.

Oprócz tkanin galonowych można też używać tak zwanej tkaniny Köper'a.

Nieoczekiwanie okazało się, że filtrowanie przez tkaniny metalowe wogóle jest możliwe, ponieważ drobne cząstki fluorku wapnia jak wiadomo dają się trudno filtrować. Mimo to okazało się, że filtrowanie według nowego sposobu odbywa się dobrze i że na tkaninie pozostaje mocna warstwa, dająca się zdjąć, czego nie można powiedzieć o środkach glinkowych.

Przez metalowe tkaniny daje się równie dobrze filtrować muł, zawierający fluorki ziem alkalicznych, powstający przy przemianie fluorku z związkami ziem alkalicznych. Siatki metalowe mogą mieć też ogólniejsze zastosowanie, np. do oddzielania czerwonego mułu przy wytwarzaniu glinki metodą alkaliczną.

Należy jeszcze zauważyć, że przy przemianie, zachodzącej między fluorkiem alkaliów i wapnem żrącym, przy której powstaje fluorek wapnia, otworki tkaniny nie muszą być specjalnie małe, wystarcza np. 900 do 1200 otworów na  $cm^2$  tkaniny galonowej, przyczem osad filtrowy oddziela się od takiej tkaniny niezmiernie łatwo.

Przesączanie uskutecznia się celowo za pomocą filtrów ssących, np. pierścieniowych. Przy zastosowaniu odpowiedniej próżni i odpowiedniej temperatury osad filtrowy wysycha szybko i może być łatwo zeskrobywany.

Aby skrobacze nie uszkodziły właściwej tkaniny filtru, ochrania się ją zapomocą grubszej tkaniny; najczęściej wystarcza zabezpieczenie, składające się z kilku ochronnych drutów.

#### Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania związków alkaliów przez przemianę soli potasowców ze związkami ziem alkalicznych,

zwłaszcza z wapnem żrącym, lub ze związkami podobnymi, znamienny tem, że proces przemiany trwa krótko, a ług oddziela się o ile prędkość reakcji znacznie się zmniejszy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że dąży się do otrzymania ługów o stężeniu przewyższającym 200 g/l.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że proces przeprowadza się przy temperaturze powyżej 80°, najlepiej około 100°.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tem, że proces przeprowadza się pod ciśnieniem i przy wysokiej temperaturze.

5. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tem, że używa się nadmiaru soli alkaliów.

6. Sposób według zastrz. 1—5, znamienny tem, że przebieg procesu jest wielostopniowy i ciągły.

7. Sposób według zastrz. 6, znamienny tem, że ługów płóczkowych używa się jako cieczy reakcyjnej, którą przeprowadza się ewentualnie przez naczynie reakcyjne poszczególnych stopni w przeciwnym kierunku względem związku ziem alkalicznych.

8. Sposób według zastrz. 1—7, znamienny tem, że związek ziem alkalicznych wprowadza się naprzód w zetknięcie z silnymi ługami związku alkaliów, a po odfiltrowaniu tych ostatnich miesza się go z solami alkaliów w obecności cieczy reakcyjnej.

9. Sposób według zastrz. 1—8, znamienny tem, że jako soli alkalicznej używa się fluorku sodu, a jako związku ziem alkalicznych wodorotlenku wapnia.

10. Sposób według zastrz. 9, znamienny tem, że używa się takiego wodorotlenku wapnia, względnie wodorotlenku ziem alkalicznych, którego skład odpowiada dokładnie lub w przybliżeniu wzorowi chemicznemu.

11. Sposób według zastrz. 9 i 10, znamienny tem, że używa się suchego wapna gaszonego.

12. Sposób według zastrz. 9—11, znamienny tem, że używa się wodorotlenku wapnia otrzymanego z palonego wapna, ewentualnie sproszkowanego przez nawadnianie pod ciśnieniem pary.

13. Sposób według zastrz. 9—12, znamienny tem, że używa się wodorotlenku wapnia otrzymanego z palonego wapna nawodnionego pod ciśnieniem pary i przesianego przez drobne sito, lub rozgatkowanego zapomocą prądu powietrza.

14. Sposób według zastrz. 9—12, znamienny tem, że używa się wodorotlenku wapnia, otrzymanego przez zwilżenie wodą palonego wapna, wystawienie go potem na działanie pary i przesianie przez drobne sito, lub rozgatkowanie zapomocą prądu powietrza.

15. Sposób według zastrz. 9—14, znamienny tem, że używa się wodorotlenku wapnia, otrzymanego przez gaszenie palonego wapna na muł, który się potem filtruje przez drobne sita, a po oczyszczeniu suszy przez ogrzanie.

16. Sposób według zastrz. 1—15, znamienny tem, że oddzielanie cieczy od stałych produktów reakcji odbywa się przez filtrowanie przez metalowe tkaniny, wykonane celowo z żelaznego drutu.

17. Sposób według zastrz. 16, znamienny tem, że używa się tkanin metalowych, galonowych lub Köper'a.

18. Sposób według zastrz. 16 i 17, znamienny tem, że do filtrowania przez tkaniny z żelaznego drutu używa się filtrów ssących.

19. Sposób według zastrz. 16—18, znamienny tem, że przy filtrowaniu zapomocą tkanin metalowych ochrania się te ostatnie zapomocą grubszej tkaniny ochronnej, lub zapomocą drutów ochronnych, żeby zapobiec ich uszkodzeniu przez skrobacze.

Albert Fritz Meyerhofer.

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