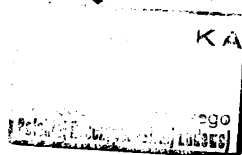


Warszawa, 28 czerwca 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



601 & 5124²



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 24935.

Kl. ~~12 m, 3.~~

12 m, 5/24

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

Sposób wytwarzania bezwodnego obojętnego węglanu magnezu z dolomitu lub z wapniaka.

Zgłoszono 2 maja 1935 r.

Udzielono 7 maja 1937 r.

Pierwszeństwo: 19 maja 1934 r. (Niemcy).

W celu wytwarzania związków magnezu z dolomitu wypalony dolomit wraz z roztworem chlorku magnezu, który jako produkt odpadkowy przemysłu potasowcowego jest do dyspozycji w znacznej ilości, przemieniano w wodorotlenek magnezu, który po oddzieleniu od wytworzonego roztworu chlorku wapnia przerabiano dalej na magnezję lub inne związki magnezu, np. węglan magnezu. Sposób ten jednak posiada wielką wadę, której dotychczas pomimo licznych usiłowań nie udało się usunąć, a mianowicie wodorotlenek magnezu tworzy się w postaci szlamowatej, trudnej do odfiltrowania, a zwłaszcza do przemycania.

Według wynalazku dolomit lub wapniak

przetwarza się przez użycie roztworu chlorku magnezu w obojętny bezwodny węglan magnezu, który wykryształizowuje w postaci dobrze ukształtowanych drobnych kryształów nie sprawiających żadnej trudności przy oddzielaniu ich od roztworu chlorku wapnia.

Wiadomo, że obojętny węglan magnezu w postaci trójwodoru w roztworze wodnym przez ogrzewanie w temperaturze ponad 150°C zamienia się na obojętny bezwodny węglan magnezu. Sposób według wynalazku jest oparty na stwierdzeniu, że również znana reakcja między wodorotlenkiem magnezu i kwasem węglowym w obecności wody w temperaturze powyżej 150°C nie prowadzi do węglanu zasadowe-

go, lecz bezpośrednio do obojętnego bezwodnego węglanu magnezu, dzięki czemu w temperaturze ponad 150°C jedynymi tworzącymi się osadami są obojętny bezwodny węglan magnezu i wodorotlenek magnezu. Następnie zauważono, że w podanych warunkach temperatury reakcja ta zachodzi i wówczas, gdy wodorotlenek magnezu przemieniany na węglan ewentualnie zawiera jeszcze znaczne nawet ilości roztworu chlorku wapnia. Jest to o tyle nieoczekiwane, że, jak wiadomo, w niższych temperaturach zawiesiny wodorotlenku magnezu w roztworze chlorku wapnia można przeprowadzić działaniem dwutlenku węgla w węglan wapnia i chlorek magnezu, a zatem reakcja ta w niższej temperaturze przebiega w kierunku przeciwnym. Poza tym okazało się, że bez względu na ewentualny nadmiar wodorotlenku magnezu całkowita ilość doprowadzanego dwutlenku węgla w temperaturze powyżej 150°C wiąże się natychmiast, wytwarzając wyłącznie obojętny bezwodny węglan magnezu, a nie wytwarzając jednocześnie związków zasadowych i wodzianów. Ta ostatnio wymieniona okoliczność ma szczególne znaczenie przy suszeniu produktu tworzącego się w wyniku przemiany, gdyż jedynie w bezwodnym węglanie magnezu, identycznym z naturalnym magnezylem, kwas węglowy jest związany na tyle trwałe, że całkowite odwodnienie tego węglanu przez ogrzewanie go następuje bez strat kwasu węglowego.

Przy bezpośredniej przemianie niewypalonego dolomitu lub wapniaka z roztworem chlorku magnezu w obecności dwutlenku węgla na obojętny bezwodny węglan magnezu stwierdzono, że niezbędnym warunkiem przebiegu przemiany jest obecność dwutlenku węgla w wystarczającej ilości, a nawet lepiej w niewielkim nadmiarze. Jeżeli chociażby przejściowo zabraknie dwutlenku węgla, to reakcja natychmiast ulega przerwie. W celu technicznego prze-

prowadzenia sposobu wynika stąd zasada jak najstaranniejszego unikania strat dwutlenku węgla, jakie mogłyby być np. spowodowane nieuszczelnnością autoklawu, a nawet jest rzeczą wskazaną doprowadzanie podczas przemiany dwutlenku węgla w umiarkowanym nadmiarze.

Przedmiotem wynalazku jest zatem sposób wytwarzania związków magnezu z dolomitu lub z wapniaka przez przemianę z roztworem chlorku magnezu, przy czym przemiana w obojętny bezwodny węglan magnezu odbywa się w temperaturze powyżej 150°C w obecności dwutlenku węgla stosowanego w ilości równoważnej, najkorzystniej jednak przy użyciu umiarkowanego nadmiaru. Utworzony obojętny bezwodny węglan magnezu oddziela się następnie od roztworu chlorku wapnia, przemiywa i suszy w temperaturze najkorzystniej około 120°C .

Przy przeróbce dwustopniowej najpierw wypala się w znany sposób dolomit lub wapniak i przez użycie roztworu chlorku magnezu poddaje się przemianie na wodorotlenek magnezu i roztwór chlorku wapnia. Następnie na mieszanie reakcyjną działa się w autoklawie w temperaturze powyżej 150°C , najkorzystniej 170° — 120°C , dwutlenkiem węgla wytwarzanym przy wypalaniu surowca, przy czym otrzymuje się bezwodny obojętny węglan magnezu, który można łatwo oddzielić od roztworu zawierającego chlorek wapnia.

Znacznie korzystniejsza jest jednak inna odmiana wykonywania sposobu według wynalazku, według której niewypalony dolomit lub wapniak przeprowadza się w postaci zawiesiny w takiej ilości roztworu chlorku magnezu, która co najmniej wystarcza do przeprowadzenia przemiany, po czym w temperaturze powyżej 150°C wytwarza się obojętny bezwodny węglan magnezu doprowadzając ewentualnie taką ilość dwutlenku węgla, która by co najmniej zapewniała pokrycie nieprzewidzianych

strat. Po ochłodzeniu mieszaninę reakcyjną spuszcza się z autoklawu i sączy bez żadnych trudności.

Przy przeróbce dolomitu według tej odmiany sposobu zaleca się stosowanie nieco wyższych temperatur, aniżeli przy przeróbce wapniaka; przy stosowaniu wapniaka i zachowaniu wspomnianych warunków osiąga się, praktycznie biorąc, 100%-ową przemianę w temperaturze około 280°C, podczas gdy przy przeróbce dolomitu niezbędna jest temperatura około 330°C, jeżeli zastosowana jest teoretycznie obliczona ilość roztworu chlorku magnezu. Jeżeli natomiast stosuje się nadmiar tego roztworu, to temperatura reakcji znacznie się obniża; np. przy zastosowaniu 2 moli $MgCl_2$ na 1 mol $CaCO_3$ wapniaka lub dolomitu można uzyskać, praktycznie biorąc, 100% wydajności przy przeróbce wapniaka w temperaturze 200°C i przy przeróbce dolomitu w temperaturze około 230°C, przy czym zawartość wapna w magnezycie wytworzonym odpowiada zawartości wapna w magnezycie naturalnym. Zanieczyszczenia występujące w postaci SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 i siarczanu zależą głównie od czystości materiałów wyjściowych, natomiast zanieczyszczenie chlorkami może być usunięte przez dokładne wymywanie.

Przez wcześniejsze przerwanie dopływu dwutlenku węgla albo przez wypuszczenie części dwutlenku węgla z autoklawu można, w razie potrzeby, otrzymywać mieszaniny bezwodnego obojętnego węglanu magnezu i wodorotlenku magnezu, które zaczynają wydzielać dwutlenek węgla również dopiero w temperaturze powyżej około 400°C, podczas gdy zupełne uwodnienie wodorotlenku magnezu obecnego w tej mieszaninie osiąga się w temperaturze 400°C.

Przykład I. 100 kg drobno zmielonego wapniaka (o zawartości 98% $CaCO_3$) ogrzewa się wraz z 550 litrami roztworu zawierającego 340 g $MgCl_2$ w litrze w autoklawie zaopatrzonym w kwasoodporne wy-

łożenie w ciągu 2-ch godzin w temperaturze 200°C (14 atm) jednocześnie doprowadzając dwutlenek węgla pod ciśnieniem około 15 atm i intensywnie mieszając. Po ochłodzeniu w wymienniku ciepła sztuczny magnezyt poddaje się filtrowaniu i przemylaniu. Po wysuszeniu w temperaturze 120°C ciężar uzyskanego magnezytu wynosi 85 kg.

Przykład II. 200 kg drobno zmielonego dolomitu (o zawartości 53% $CaCO_3$ i 45% $MgCO_3$) z 600 litrami roztworu poddaje się w ciągu 3 godzin w temperaturze 230°C (26 atm) działaniu CO_2 jak w przykładzie I. Otrzymuje się 173 kg magnezytu. Ług macierzysty zawierający 170 g $MgCl_2$ i 200 g $CaCl_2$ w litrze może być np. zastosowany do przemiany wypalonego wapniaka lub dolomitu w celu uzyskania wodorotlenku magnezu.

Skład węglanów magnezu:

	I	2
% MgO	46,5	46,0
% CaO	0,5	0,9
% Al_2O_3	0,1	0,3
% Fe_2O_3	0,1	0,2
% SiO_2	0,2	0,5
% CO_2	50,8	49,8
% SO_3	0,3	0,3
% Cl	0,1	0,1
% H_2O	0,8	1,0

W każdym przypadku należy dbać o nieobecność soli amonowych w mieszaninie reakcyjnej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania bezwodnego obojętnego węglanu magnezu z dolomitu lub wapniaka przez działanie roztworem chlorku magnezu, znamienny tym, że reakcję z tym roztworem przeprowadza się w temperaturze powyżej 150°C i w obecności dwutlenku węgla użytego w ilości odpo-

wiadającej stosunkowi stechiometrycznemu, najlepiej w umiarkowanym nadmiarze, oraz w nieobecności soli amonowych.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że dolomit lub wapniak wypalony w znany sposób przemienia się wraz z roztworem chlorku magnezu na wodorotlenek magnezu i roztwór chlorku wapnia, po czym otrzymaną zawiesinę traktuje się w temperaturze 170° do 200°C w autoklawie dwutlenkiem węgla, najkorzystniej otrzymanym przy wypalaniu użytego surowca.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że niewypalony dolomit lub wapniak w postaci zawiesiny w roztworze chlorku magnezu, użytym w ilości co najmniej wystarczającej do dokonania prze-

miany, poddaje się działaniu dwutlenku węgla w ilości uwzględniającej ewentualne jego straty w temperaturze 280° do 330°C.

4. Sposób według zastrz. 3, znamieny tym, że przemianę przeprowadza się w temperaturze tym niższej, im większy stosuje się nadmiar roztworu chlorku magnezu, np. przy zastosowaniu 2 moli $MgCl_2$ na 1 mol $CaCO_3$ reakcję przeprowadza się w temperaturze 200°C (przy użyciu wapniaka) lub w temperaturze 230°C (przy użyciu dolomitu).

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.

