



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 137888

(51) Int. Cl.² C 01 F 7/56

(21) Patentsøknad nr. 751004

(22) Inngitt 24.03.75

(23) Løpedag 24.03.75

(41) Alment tilgjengelig fra 30.09.75

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 06.02.78

(30) Prioritet begjært 28.03.74, Italia, nr. 49835 A/74

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte for fremstilling av aluminium-hydroksyklorider.

(71)(73) Søker/Patenthaver SNAMPROGETTI S.P.A.,
Corso Venezia 16,
I-Milano,
Italia.

(72) Oppfinner BRUNO NOTARI, San Donato Milanese,
LUIGI RIVOLA, San Donato Milanese,
Italia.

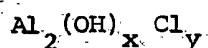
(74) Fullmektig Siv.ing. Audun Kristensen,
J.K. Thorsens Patentbureau, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Norsk patent nr. 131641 (C 01 F 7/56)

137888

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av aluminium-hydroksyklorider.

Det er kjent en fremgangsmåte for fremstilling av aluminium-hydroksyklorider med den generelle formel



hvor x og y kan variere fra 1 til 3,5 henhv. fra 5 til 2,5

I henhold til denne fremgangsmåte omsettes et aluminiumoksyd eller vannholdig aluminiumoksyd med saltsyre og mengden av aluminiumoksyd er meget høyere enn den stökiometriske mengde nödvendig for oppnäelse av aluminiumtriklorid.

Reaksjonen foregår ved temperaturer fra 100 til 160°C og det anvendte utgangsmaterial kan velges blandt bayer-aluminiumoksyd, bauxitt, gibsitt, hydrargillitt, bömitt. Som nevnt ovenfor anvendes et stort overskudd derav i forhold til den stökiometriske mengde nödvendig for oppnäelse av triklorid-derivatet, og mer nöyaktig er mengden 2,5 til 5 ganger så höy som den stökiometriske mengde.

Det er nå funnet, og dette er grunnlaget for den foreliggende oppfinnelse, at hvis reaksjonen gjennomföres ved höyere temperaturer kan det anvendes en mengde aluminiumoksyd eller vannholdig aluminiumoksyd i stökiometrisk mengde eller bare i et lite overskudd i forhold til den mengde som er nödvendig for oppnäelse av trikloridet, og det oppnäs aluminium-hydroksyklorider med den ovenstående formel hvor x er fra 1 til 4 og y fra 5 til 2.

137888

Ugangsmaterialet kan også her velges blant bayer-aluminiumoksyd, bauxitt, gibbsitt, hydrargillitt, diaspor, bömitt, men det understrekes at den spesielle anvendelse av bayer-aluminiumoksyd ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) tillater gjennomføring av reaksjonen med kortere reaksjonstider og det oppnås mer basiske aluminium-hydroksyklorider.

Oppfinnelsen vedrører således en fremgangsmåte for fremstilling av aluminium-hydroksyklorider med formel $\text{Al}_2(\text{OH})_x\text{Cl}_y$, hvori x og y er fra 1 til 4 henholdsvis fra 5 til 2, hvor saltsyre med en konsentrasjon av 30 - 37 vektprosent omsettes med aluminiumoksyder eller vannholdige aluminiumoksyder i en mengde tilsvarende eller i et lite overskudd i forhold til den stökiometriske mengde som er nødvendig for oppnåelse av triklorid-derivatet, og det særegne ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er at reaksjonen gjennomføres ved temperaturer av over 160 og inntil 270°C og trykk av 0.1 - 50 kg/cm².

Ved enden av oppslutningen henholdsvis reaksjonen foreligger et faststoff som hovedsakelig utgjøres av uomsatt aluminiumoksyd og som kan fraskilles og på nytt tilføres reaksjonsbeholderen. Også her er det mulig å understreke den fordel som skriver seg fra anvendelsen av bayeraluminiumoksyd i forhold til anvendelse av andre Al-forbindelser. Bruk av bauxitt i den forutgående oppslutningsreaksjon bevirker dannelse av et faststoff som inneholder silisiumoksyd og aluminiumoksyd i et forhold som avhenger av de spesielle reaksjonsbetingelser og av bauxitt-typen. De forskjellige krystallografiske strukturer og den forskjellige granulometri bevirker med hensyn til bauxitt og de andre nevnte mineraler en lavere reaksjonshastighet som ved samme temperatur betyr lengre reaksjonstider, av størrelsesorden 2 til 5 ganger så lange som de andre.

Arbeidsforholdene og de mulige anvendelser av de oppnådde klorhydroksyder er ellers de vanlige som vil være kjent for fremstilling og anvendelse av aluminium-hydroksyklorider.

EKSEMPEL 1

Det ble anvendt bayer-aluminiumoksyd med partikler 40 til 70 μ m diameter. Oppslutningen ble gjennomført på følgende måte:

50 kg tørt aluminiumoksyd (α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ble omsatt med 110 kg saltsyre i en vandig løsning med konsentrasjon 33 vektprosent. Reaksjonen ble gjennomført i en emaljert stålreaktor med 160 l romfang utstyrt med en anker-rører som roterte med 80 omdreininger pr. minutt idet reaktoren ble tilført nitrogen opp til et trykk på 0.5 atmosfærer. Temperaturen ble hevet fra romtemperaturen til 180°C i løpet av 30 minutter og reaksjonen ble fortsatt i 4 timer ved 180°C idet slutt-trykket var 8 kg/cm². Det ble til slutt oppnådd et bunnfall bestående av uomsatt aluminiumoksyd (α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) tilsvarende 1% av tilført aluminiumoksyd. Sluttproduktet behøvde derfor ikke noen filtrering og hadde en Al_2O_3 -mengde tilsvarende 19.5% og en densitet bestemt ved 20°C på 1.40. Den kjemiske analyse bekreftet at det var et hydrokso-klorid med formel $\text{Al}_2(\text{OH})_3\text{Cl}_3$. Mer spesielt var den totale kjemiske analyse av produktet etter fraskilling av bunnfallet følgende:

Al_2O_3	19.5 vektprosent
Cl	21.0 "
Fe	45 ppm
Na	0.12 vektprosent
Ti	10 ppm
Si	10 "
pH	0.9

EKSEMPEL 2

Det ble anvendt samme material som i det foregående eksempel og følgende reaksjon ble gjennomført:

800 g tørt aluminiumoksyd (α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ble omsatt med 1000 g saltsyre i vandig løsning med konsentrasjon 37 vektprosent.

137888

Oppslutningsreaksjonen ble gjennomført i en reaktor av "Hastelloy B" utstyrt med en magnetisk sleperører som roterte med en hastighet på 200 omdreininger pr. minutt.

Før reaksjonen ble igangsatt ble luften i reaktoren erstattet med nitrogen til et overtrykk på 0.5 kg/cm^2 .

Temperaturen ble så hevet fra romtemperatur til 230°C i løpet av 30 minutter og reaksjonen ble forsatt i 6 timer ved 230°C idet slutt-trykket var 25 kg/cm^2 .

Til slutt ble temperaturen senket til 80°C og 700 g destillert vann ble tilsatt.

Den kjemiske analyse viste et bunnfall bestående av uomsatt aluminiumoksyd ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) tilsvarende 2% av tilført aluminiumoksyd. Sluttproduktet behövde derfor ingen filtrering og hadde et Al_2O_3 -innhold tilsvarende 19.5% og en densitet ved 20°C på 1,41.

Den kjemiske analyse bekreftet et hydroksyklorid med formel $\text{Al}_2(\text{OH})_4\text{Cl}_2$.

Mer spesielt var den totale kjemiske analyse av produktet som ble oppnådd ved fraskilling av bunnfallet følgende:

Al_2O_3	19.5 vektprosent
Cl	14.4 "
Fe	45 ppm
Na	0.12 vektprosent
Ti	10 ppm
Si	10 "
pH	1.7

EKSEMPEL 3

Utgangsmaterialet var bauxitt, finmalt til partikler med størrelse fra 120 til 180 mesh (0,125 - 0,83 mm) med følgende sammensetning (vekt):

137888

Al_2O_3	65%
Fe_2O_3	4%
SiO_2	12%
TiO_2	2%

Oppslutningen ble gjennomført ved omsetning mellom 145 kg bauxitt og 100 kg HCl i vandig løsning med konsentrasjon 37 vektprosent. Med hensyn til oppslutningsdetaljer og den anvendte reaktor refereres til eksempel 1.

Etter innføring av N_2 (ved 0.5 kg/cm^2) i reaktoren ble temperaturen hevet til 180°C i løpet av 30 minutter og reaksjonen ble fortsatt i 45 timer ved 180°C .

Ved slutten av syreoppsluttingen ble det iaktatt at bare 25% av tilført bauxitt var oppløst og resten besto av det uomsatte bunnfall.

Den kjemiske analyse av oppslemningen, etter fraskillingen av bunnfallet, viste den følgende sammensetning;

Al_2O_3	13.5 vektprosent
Cl	20.7 "
Fe	1.5 "

Den kjemiske analyse av bunnfallet viste den følgende sammensetning:

Al_2O_3	54 vektprosent
SiO_2	10 "
Fe	0.9 "

Det oppnådde hydroksyklorid hadde formel $\text{Al}_2(\text{OH})_{1.5}\text{Cl}_{4.5}$

137888

6

PATENTKRAV.

1. Fremgangsmåte for fremstilling av aluminium-hydroksyklorider med formel $\text{Al}_2(\text{OH})_x\text{Cl}_y$, hvori x og y er fra 1 til 4 henholdsvis fra 5 til 2, hvor saltsyre med en konsentrasjon av 30 - 37 vektprosent omsettes med aluminiumoksyder eller vannholdige aluminiumoksyder i en mengde tilsvarende eller i et lite overskudd i forhold til den stökiometriske mengde som er nödvendig for oppnåelse av triklorid-derivatet,

k a r a k t e r i s e r t v e d at reaksjonen gjennomföres ved temperaturer av over 160 og inntil 270°C og trykk av 0,1 - 50 kg/cm².