

URZĄD PATENTOWY



COI 8 3100



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 27152.

Kl. ~~12 i 10~~

12 m 3/00

Seri Holding S. A.
(Luksemburg, Luksemburg).

Sposób wytwarzania wolnego od tlenku fluorku berylu.

Zgłoszono 4 czerwca 1937 r.

Udzielono 24 sierpnia 1938 r.

Pierwszeństwo: 15 lipca 1936 r. (Włochy).

Wynalazek dotyczy wytwarzania fluorku berylu bardzo czystego, pozbawionego tlenku berylu.

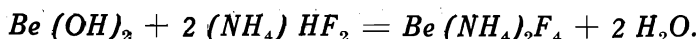
Wiadomo, że fluorek berylu, otrzymywany którymkolwiek z dotychczas znanych sposobów przez działanie ciekłego albo gazowego kwasu fluorowodorowego na wodorotlenek, węglan albo tlenek berylu, ma postać związku kompleksowego, złożonego z tlenku i fluorku berylu, o składzie odpowiadającym w przybliżeniu wzorowi $2\text{BeO} \cdot 5\text{BeF}_2$. Związek ten stosuje się również w celu wytwarzania berylu za pomocą elektrolizy stopionej soli czystej albo zmieszanej z innymi fluorkami.

Jednakże ze względu na obecność tlen-

ku berylu w omawianym fluorku nawet w celu wytwarzania berylu metalicznego na drodze termicznej pomijano stosowanie tlenofluorku berylowego posługując się natomiast złożonymi fluoroberylanami kompleksowymi; związki te dają jednak małą wydajność berylu. Podczas elektrolitycznego powlekania miedzi berylem posługiwano się berylanem amonowym w celu otrzymywania stopów o mniejszej zawartości berylu, jednakże związek ten powodował wytwarzanie się gazowego fluorowodoru, bardzo obfite w porównaniu ze stosunkowo bardzo małą ilością berylu w kąpieli elektrolitycznej.

Dotychczas jedynie w celach nauko-

wych, i to zaledwie w bardzo małych ilościach, usiłowano wytwarzać fluorek berylu wolny od tlenku. W tym celu posługiwano się bądź to działaniem suchego fluorowodoru gazowego w temperaturze jasnego żaru na tlenofluorek w aparatach platynowych, bądź też stosowano długotrwałe ogrzewanie fluoroberylanu amonowego bez dostępu powietrza albo w strumieniu CO_2 . Znaczną ilość fluorku berylowego tracono wskutek sublimacji, przy czym straty te



Temperaturę utrzymuje się w granicach 370°C — 500°C , aby zapobiec sublimacji otrzymanego fluorku berylu.

Mieszaninę wodorotlenku berylowego i kwaśnego fluorku amonowego można np. wprowadzać w reakcję w zbiorniku metalowym, utrzymywanym w odpowiednim piecu ogrzewanym do 450 — 500°C .

Jeżeli para wodna nie może swobodnie uchodzić w dostatecznej ilości, to przez masę reakcyjną przepuszcza się strumień gazu obojętnego.

W tym celu przez rurę w dnie zbiornika wpuszcza się strumień dwutlenku węgla albo innego gazu obojętnego.

Aby odzyskać użyty fluorek amonu, stosuje się zbiornik zamknięty pokrywą z długą wygiętą szyjką, której koniec jest wprowadzony do pustej zimnej komory. Obojętny fluorek amonu, otrzymany przez rozszczepienie się (następujące samorzutnie w temperaturze procesu) fluorku berylo - amonowego, wytworzonego podczas wyżej wspomnianej reakcji, skrapla się w tej zimnej komorze; traktując następnie ten obojętny fluorek kwasem fluorowodorowym można odzyskać praktycznie biorąc całkowitą ilość amoniaku oraz część fluoru wprowadzonego do procesu i odprowadzić je do obiegu kołowego w postaci kwaśnego fluorku amonowego.

Sposobem według wynalazku można wytwarzać z doskonałą wydajnością, się-

były bardzo duże w temperaturach stosowanych przez eksperymentatorów, lecz niedogodności te nie miały znaczenia w omawianych sposobach wytwarzania, ograniczonych do badawczych prac naukowych.

Sposób według wynalazku polega na tym, że na suchy wodorotlenek berylu działa się na gorąco suchym kwaśnym fluorkiem amonowym użytym w ilości odpowiadającej stosunkom stechiometrycznym. Reakcja przebiega według równania:

gającą praktycznie biorąc około 100%, fluorek berylu, praktycznie biorąc wolny od tlenku, szczególnie odpowiedni do wytwarzania berylu metalicznego.

Przykład. 25 kg suchego wodorotlenku berylowego zmieszano z 68 kg kwaśnego fluorku amonowego. Mieszaninę tę wytworzono wprowadzając najpierw do zbiornika połowę ilości fluorku amonowego, następnie całą ilość wodorotlenku, a wreszcie drugą połowę fluorku amonowego. Temperatura podniosła się samorzutnie, a mieszanie nastąpiło podczas tego wzrostu temperatury.

Mieszaninę wytworzono w metalowym zbiorniku cylindrycznym, który w omawianym przykładzie był wykonany z metalu, który miał ostatecznie wejść w skład stopu z berylem. Pojemność tego zbiornika wynosiła 85 — 90 litrów, a średnica — 35 — 40 cm.

Zbiornik reakcyjny wprowadzono do odpowiedniego pieca, ogrzewanego za pomocą opornika elektrycznego w sposób dający się regulować tak, żeby osiągnąć wewnątrz masy temperaturę 400°C w okresie czasu od 3 do 3 i pół godzin.

Przy użyciu podanych ilości otrzymano w zbiorniku, jako produkt reakcji, fluorek berylu w ilości około 27 kg, praktycznie biorąc wolny od tlenku i tleno - fluorku berylu; ten fluorek berylu zawierał, jako jedyne zanieczyszczenie, fluorek metalu, z

którego wykonany był zastosowany zbiornik.

Obojętny fluorek amonu sublimował i uchodził ze zbiornika, na którym w tym celu umieszczono pokrywę z rurą utrzymaną w stanie ciepłym, której część wygięta była doprowadzona do dużej zimnej komory.

W tej zimnej komorze pod koniec procesu zebrano skroplone pary fluorku amonowego, które następnie nasycono potrzebną ilością fluorowodoru w celu ponownego użycia tego fluorku do przeróbki nowego ładunku wodorotlenku berylowego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania wolnego od

tlenku fluorku berylu, znamienny tym, że na suchy wodorotlenek berylu działa się na gorąco czystym kwaśnym fluorkiem amonowym, również suchym, przy czym na 1 gramocząsteczkę wodorotlenku berylu stosuje się dwie gramocząsteczki kwaśnego fluorku amonowego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że reakcję przeprowadza się w temperaturze na ogół niższej od 500°C , najlepiej w granicach $450 - 500^{\circ}\text{C}$.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że przez mieszaninę przedmuchuje się dwutlenek węgla albo inny gaz obojętny.

Seri Holding S. A.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.