(19) DANMARK

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 152352 B

PATENTDIREKTORATET
KØBENHAVN

(21) Patentansøgning nr.: 0348/77

(22) Indleveringsdag: 27 jan 1977

(41) Alm. tilgængelig: 29 jul 1977

(44) Fremlagt: 22 feb 1988

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 28 jan 1976 US 653116

(51) Int.Cl.[4] C 01 B 13/14
C 01 B 33/18
F 23 D 17/00

(71) Ansøger: *CABOT CORPORATION; 125 High Street; Boston; Massachusetts, US

(72) Opfinder: Kam Bor *Lee; US

(74) Fuldmægtig: Hofman-Bang & Boutard A/S

(54) Fremgangsmåde til fremstilling af findelte metal- eller metalloidoxider og brænder til brug ved denne fremgangsmåde

(56) Fremdragne publikationer

FR pat. nr. 2158172

DK 152352 B

Opfindelsen omhandler en fremgangsmåde til fremstilling af findelte metal- og metalloidoxider ved flammehydrolyse af tilsvarende metal- og metalloidhalogenider, af den i indledningen til krav 1 angivne art, samt en brænder til brug ved fremgangsmåden.

Opfindelsen angår således generelt fremstillingen af findelte metal- og metalloidoxider ved dekomposition ved høj temperatur af et tilsvarende, som udgangsmateriale tjenende metal- eller metalloid-materiale, nemlig fremstilling af findelte metal- eller metalloidoxider ved flammehydrolyse af tilsvarende, som udgangsmateriale tjenende metal- eller metalloidhalogenider i dampfase.

Flammehydrolyse af vaporiserede, som udgangsmateriale tjenende metal- eller metalloidhalogenider til fremstilling af tilsvarende findelte oxid-produkter er stort set kendt og vidt udbredt. Ved sådanne processer bliver et hydrolyserbart, som udgangsmateriale tjenende metal- eller metalloidhalogenid vaporiseret og sammenblandet med en flamme, der er dannet ved forbrænding af et vandproducerende, hydrogenholdigt brændstof med en oxygenholdig gas. Forbrændingsreaktionen resulterer i fremstillingen af (1) tilstrækkeligt vand til at hydrolysere udgangsmaterialet i dampfasen til det tilsvarende oxid og (2) tilstrækkelig, som hjælpemiddel tjenende varme til at understøtte den under normale omstændigheder endotherme natur af den hydrolytiske reaktion og til at fremme det termiske miljø, der er nødvendigt til fremstilling af det ønskede produkt. De resulterende reaktionsprodukter, omfattende det findelte oxid, der er medrevet i de som biprodukt ved reaktionen foreliggende gasser, underkastes konventionelle køleprocesser og separationsoperationer til separation af fast produkt, idet de separerede, som biprodukter foreliggende gasser, herunder hydrogen-halogenider, kasseres eller behandles på anden måde, således at man kan regenerere de værdifulde bestanddele deraf. Når f.eks. flammehydrolyseprocessen integreres med en proces til hydrochlorering af et metal- eller metalloidholdigt udgangsmateriale, idet denne sidst angivne proces resulterer i vaporiserbare, hydrolyserbare produkter af udgangsmaterialet, kan hydrogenhalogenid-biproduktet fra flammehydrolyseprocessen i almindelighed separeres fra hydrolysens affaldsgasser og recirkuleres til hydrochloreringstrinnet, således at de danner et lukket kredsløb i den totale, integrerede proces.

De produkter af findelt metal- eller metalloidoxid, som kan fremstilles ved flammehydrolyse af tilsvarende udgangsmaterialer af metal- eller metalloidhalogenid, er anvendelige i forskellige udførelsesformer. F.eks. finder findelt titania, vanadia og zirconia anvendelse som fyldstoffer og pigmenter i forskellige polymere og elastomere og som katalysatorer og katalysatorbærere. Findelt antimonoxid er anvendeligt som flammeretarderende middel, når det er dispergeret i polymere materialer. Findelt alumina er anvendeligt som fyldstof i forskellige matricer og finder yderligere anvendelse som antistatisk middel og middel mod jordslåning, når det påføres på textiler og som friktionsmiddel eller antislipmiddel, når det

påføres på papirprodukter eller textilfibre før spindingen deraf. Blandede oxider, der er fremstillet ved flammehydrolyseprocessen, såsom silica/alumina eller titania/alumina, finder også anvendelse på det katalytiske område.

Findelte silicaprodukter repræsenterer for tiden størstedelen af de metal- eller metalloidprodukter, der fremstilles kommercielt ved flammehydrolyse. Disse silicaprodukter er karakteristiske ved deres relativt høje renhed, amorfe krystalstruktur, lille partikelstørrelse og tendens til dannelse af gellignende netværk, når de dispergeres i forskellige organiske væsker. Disse silicaprodukter fremstillet ved flammehydrolyse anvendes som forstærkende fyldstoffer i elastomere, især silicone-elastomere, som rheologisk kontrollerende midler og fortykkelsesmidler i organiske væsker, som strømnings- og nedsynkningskontrollerende midler i tætningsmasse, forseglingsmidler og klæbende blandinger, som antiblokmidler til formstoffer og gummiarter og klæbende overtræk, og som midler til frembringelse af fri strømning i forskellige pulverprodukter.

Et af de problemer, som fabrikanter af metal- og metalloidprodukter på basis af flammehydrolyse møder, ligger i tendensen til, at de faste produkter fra hydrolysereaktionen udfælder sig på udgangsenden eller munden af den brænder, gennem hvilken reaktanterne indføres i reaktionszonen for flammehydrolysen. Dette udfældningsfænomen kendes under forskellige betegnelser som "hårdannelse", "skægdannelse" eller simpelthen som "brændertilsmudsning".

Brændertilsmudsning er skadelig ved fremstilling af metal- og metalloidoxid ved en flammehydrolyseproces, fordi den i tilfælde af, at den er tilstrækkeligt udbredt, på ugunstig måde kan påvirke geometrien og glatheden af hydrolyseflammen og således forringe den lethed, hvormed processen gennemføres, samt gøre det findelte metal- og metalloidoxidprodukt inhomogent. Man gør sig derfor væsentlige anstrengelser for at minimere brændertilsmudsning eller i det mindste begrænse den udstrækning, i hvilken den forekommer. F.eks. kan brændertilsmudsning i almindelighed fjernes periodisk ad mekanisk vej fra brændermunden før en skadelig opbygning deraf. Fortrinsvis er brænderen og processtrømmen eller -strømmene konstrueret sådan, at man minimerer den hastighed, hvormed en sådan tilsmudsning forekommer. Som et eksempel på dette sidste beskrives der i USA patent nr. 2.990.248 (Wagner, 27. juni 1961) en teknik,

ved hvis hjælp brændertilsmudsning minimeres, omfattende indføringen af en indifferent gasstrøm i umiddelbar nærhed af strømmen af reaktanter fra hydrolyseblandingen. Dette gennemføres ved at indføre den indifferente gas gennem en ringformet spalte, der er anordnet ved og som fuldstændigt omgiver brænderens mund. Det er angivet, at denne teknik reducerer brændertilsmudsning ved at tjene til ad mekanisk vej at fjerne hydrolysereaktionen fra området ved brændermunden og ved lokaliseret fortynding af hydrolysereaktanterne i dette område, således at forbrændingshastigheden af reaktanterne reduceres i et sådant omfang, at der kun forekommer forbrænding ved et vist punkt, der er fjernet fra brændermunden. Kort sagt undgår den teknik, der er beskrevet af Wagner, forankring af hydrolyseflammen direkte på brændermunden og tilvejebringer en kontinuerlig vaskevirkning af brændermunden, således at man ad fysisk vej fjerner som faste produkter foreliggende udfældninger derfra. Den anti-tilsmudsningsmetode, der er beskrevet i Wagners før anførte patent, har vist sig at være effektiv; den kan imidlertid normalt ikke gennemføres uden vanskelighed. Det kan specifikt anføres, at Wagners teknik kræver tilstedeværelsen af en relativt tynd, i fuldt omfang omskreven ringformet spalte omkring brændermunden, således at dannelsen af en tilstrækkelig hastighed i den indifferente gasstrøm muliggøres uden utilbørlig fortynding af strømmen af hydrolysereaktanter. Denne tynde, ringformede spalte er dog vanskelig at frembringe i forbindelse med fabrikationen af brænderen, idet det er et vanskeligt arbejde at overholde en lille ringformet bredde og tolerancer ved koncentricitet under anvendelse af konventionel metalfabrikation og svejseteknik. Selv ved en med godt resultat gennemført fabrikation repræsenterer den tynde ring for indifferent gas tillige en skør struktur, der let beskadiges. Det ville være ønskeligt at reducere disse problemer.

Det er opfindelsens formål at tilvejebringe en fremgangsmåde til fremstilling af findelte metal- og metalloidoxider ved flammehydrolyse i dampfase af et udgangsmateriale med tilsvarende metal- eller metalloidhalogenid, ved hvilken der ikke eller ikke i væsentligt omfang fremkommer brændertilsmudsning, og at tilvejebringe en brænder til udøvelse af fremgangsmåden, hvilken brænder er karak-

teristisk ved sin relative frihed for tilsmudsning og ved sin relativt lette fabrikation.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af krav 1 angivne. Det har overraskende vist sig, at fremgangsmåden ifølge opfindelsen fuldstændigt eller i det væsentlige er fri for brændertilsmudsning.

Det i hovedkravet anførte skal forstås sådan, at den udgangsmaterialeholdige damp skal ledes gennem mindst en ledning i en brænder, men dette udelukker ikke, at en del af den hydrogenholdige brændstofgas også kan indføres gennem denne ledning, sideløbende med, at en anden del af den hydrogenholdige brændstofgas indføres gennem diffusionselementerne.

Brænderen ifølge opfindelsen, der er af den i indledningen til krav 6 angivne, er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af krav 6 angivne. Brænderen ifølge opfindelsen er let og billig at fremstille.

Man kender ganske vist fra FR fremlæggelsesskrift nr. 2 158 172 (US patentskrift nr. 3 954 945) en fremgangsmåde til fremstilling af findelte oxider ved hydrolytisk konvertering af et metal- eller siliciumhalogenid i en flamme. Imidlertid adskiller denne kendte fremgangsmåde sig væsentligt fra fremgangsmåden ifølge opfindelsen, idet den kendte fremgangsmåde ikke omfatter anvendelsen af de porøse diffusionselementer, der er en nødvendig betingelse i forbindelse med fremgangsmåden ifølge opfindelsen. Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen undgår man brændertilsmudsning i langt højere grad end ved den kendte teknik.

På tegningen vises et skematisk, diagrammatisk, længdegående snit af et system omfattende flammehydrolysebrænder/reaktionskammer, der repræsenterer en udførelsesform for opfindelsen.

I henhold til opfindelsen har det vist sig, at det ovenfor angivne formål og de ovenfor angivne fordele kan opnås, når en som brændstof tjenende, hydrogenholdig gas eller damp føres langs grænser-

ne af den eller de metal- eller metalloidhalogenholdige reaktantstrømme under afgivelsen deraf fra brændermunden ved diffusion gennem diffusionselementer. Den forbedrede brænder ifølge opfindelsen omfatter et eller flere ledningsorganer, der er beregnet til enten separat eller i blanding at optage og lede flammehydrolysereaktanterne omfattende et hydrolyserbart udgangsmateriale af metal- eller metalloid i dampform, en hydrogenholdig brændstofgas og oxidationsmiddel i en reaktionszone, porøse diffusionsorganer, der støder op til og omgiver udgangsenden eller -enderne af i det mindste de baner, der er afgrænset af de angivne ledningsorganer, gennem hvilke det som reaktant tjenende metal- eller metalloidhalogenid ledes, og midler til at levere en hydrogenholdig gas eller damp gennem det angivne diffusionsorgan.

De udgangsmaterialer af metal- eller metalloidhalogenid, der er anvendelige ved udøvelsen af opfindelsen, omfatter i det væsentlige ethvert hydrolyserbart metal- eller metalloidhalogenid, der er i stand til at blive hydrolyseret under de betingelser, det udsættes for i hydrolyseflammen. Eksempler på metal- og metalloidhalogenider er: vanadintetrachlorid, titantetrachlorid, titantetrabromid, zircontetrachlorid, aliminiumtrichlorid, zinkchlorid, antimontrichlorid og lignende. Passende siliconiumhalogenider er siliciumtetrachlorid, siliciumtetrafluorid, methyltrichlorosilan, trichlorosilan, dimethyldichlorosilan, methyldichlorosilan, methyldichlorofluorosilan, dichlorosilan, dibutylchlorosilan, ethyltrichlorosilan, propyltrichlorosilan og blandinger deraf. Når man ønsker dannelsen af samtidigt dannede oxider, er det naturligvis klart, at udgangsmaterialet kan omfatte forligelige blandinger af de tilsvarende metal- eller metalloidhalogenider.

Man kan anvende i det væsentlige ethvert vaporiserbart eller gasformigt, brændbart, hydrogenholdigt brændstof ved fremstillingen af blandingen af hydrolysereaktanten, idet det er af primær betydning, at brændstoffet frembringer vand som forbrændingsprodukt med oxygen. Eksempler på brændstoffer er carbonhydrider, såsom methan, naturgas, raffinaderigas, ethan, propan, acetylen, butan, butylen, ethylen, pentan eller propylen samt normalt flydende, men vaporiserbare brændstoffer, såsom aromatiske eller alicycliske carbonhydrider. Hydrogen er også et velegnet brændstof, og det fore-

trækkes i almindelighed på grund af de høje forbrændingstemperaturer, der opnås derved. Det hydrogenholdige brændstof, der anvendes som ved diffusion tilført brændstof og som hydrolysebrændstoffet, kan naturligvis være af samme art eller kan være af forskellige arter, idet de kriterier, der er angivet i det foregående i forbindelse med reaktant-brændstoffet, ligevel kan bringes i anvendelse i forbindelse med den damp eller den gas, der anvendes som ved diffusion tilført brændstof. Det bør bemærkes, at det ved diffusion tilførte brændstof, der anvendes i den foreliggende opfindelse, kan skelnes fra de indifferente gasser, der er beskrevet i USA patent nr. 2 990 249. Det kan specifikt anføres, at de ved diffusion tilførte brændstoffer ifølge opfindelsen nødvendigvis i sidste instans er reaktive deltagere i hydrolysereaktionen, som giver anledning til dannelsen af vand og varme, hvorimod det er tilstræbt, at de gasser, der er foreslået i USA patent nr. 2 990 249, skal være indifferente og således udelukkende skal fungere som fortyndingsmidler ved hydrolysereaktionen.

Oxygen er naturligvis oxidationsmidlet til forbrænding af det vandfrembringende brændstof i fremgangsmåden ifølge opfindelsen, og det kan anvendes i sin rene form eller blandet med indifferente materialer. Hensigtsmæssigt kan man således anvende oxygen, luft eller oxygenberiget luft som oxidationsmiddel i processen. Imidlertid ligger det om ønsket også indenfor opfindelsens omfang at anvende oxygen, der er blandet med sådanne indifferente gasser som nitrogen, argon, helium eller carbondioxid.

For at opnå en klarere forståelse af opfindelsen skal der nu henvises til tegningen, hvorpå brænderen 1 stort set omfatter mindst en ledning 3, der definerer en indesluttet bane, hvorigennem reaktanterne fra flammehydrolysen omfattende udgangsmaterialet bestående af hydrolyserbart metal- eller metalloidhalogenid, hydrogenholdigt og vandproducerende brændstof og oxygenholdigt oxidationsmiddel indføres i reaktionszonen 20. Reaktanterne kan være helt eller delvist forblandet, såsom ved hjælp af et forblandingskammer 5, der er beregnet til foreløbigt at optage de separate reaktantstrømme og blande dem før de indgår i ledningen 3. Imidlertid kan hydrolysereaktanterne også helt eller delvist blandes i reaktionszonen 20 ved afgivelse fra brændermunden 2. Med hensyn til dette sidst an-

førte aspekt kan brænderen 1 f.eks. omfatte et antal separate ledninger 3, hvorigennem reaktanterne separat indføres i reaktionszonen 20 og hvori der foregår en blanding.

Reaktionszonen 20 er hensigtsmæssigt indesluttet i et reaktionskammer 22 med en indgang 24 ved en ende deraf til optagelse af det fra brænderen 1 udgående materiale og om ønsket til tilvejebringelse af mulighed for optagelse af en kølevæske, såsom luft, i reaktionskammeret. Udgangen 26 foreligger af hensyn til fjernelse af reaktionsprodukterne fra flammehydrolysen fra kammeret 22 med henblik på en sådan påfølgende behandling, som måtte være nødvendig eller ønsket.

I overensstemmelse med opfindelsen er hver ledning 3, der definerer en bane til transport af det som udgangsmateriale tjenende, vaporiserede metal- eller metalloidhalogenid, forsynet med et porøst diffusionselement 6, der omgiver grænsen af banen ved udgangsenden deraf. Ved den særlige udførelsesform, der er vist på tegningen, er brænderen 1 beregnet til forblandingsoperationer, med andre ord til operationer, hvor hydrolysereaktanterne er blandet, før de indgår i en enkelt ledning 3, og den fuldstændige reaktantblanding, omfattende det vaporiserede, som reaktant tjenende metal- eller metalloidhalogenid, udtages som en enkelt strøm fra brændermunden 2. Da derfor den viste enkelte ledning 3 definerer den eneste grænse mellem den reaktantstrøm, der indeholder det som udgangsmateriale tjenende metal- eller metalloidhalogenid, er udgangsenden deraf defineret ved et diffusionselement 6 omfattende en porøs ring eller krave, der fuldstændigt omgiver periferien af den udgangsmaterialeholdige reaktantstrøm ved afgivelsespunktet deraf fra brænderen. Rummet 4 udgør et strømningskammer til tilførsel af det ved diffusion tilførte brændstof til det porøse element 6 og er afgrænset ved i en afstand fra ledningen 3 at anordne en kappe 7 og ved at forsegle kappen ved sin lavere ende til udgangsenden af det porøse element 6 og ved sin øvre ende til ledningen 3. På sin side er rummet 4 forsynet med indgangsorganer 8, hvorigennem ved diffusion tilført brændstofgas eller -damp tilføres. Når brænder 1 omfatter et antal ledninger 3, såsom et antal af ledninger, der på koncentrisk måde er anordnet inden i hinanden, således at der defineres en eller flere annulære baner, vil man forstå, at det fuldt

ud er tilsigtet, at udgangsenderne af i det mindste de ledninger 3, der definerer grænserne af banerne for udgangsmaterialet af metal- eller metalloidhalogenid, hver for sig vil omfatte diffusionselementer 6 og midler til levering af ved diffusion tilført brændstof derigennem. Ved disse situationer med flere ledninger 3 foretrækkes det, at afgangsenderne af alle ledninger 3 skal være forsynet med diffusionselementer 6 og tilførselsorganerne for ved diffusion tilført brændsel ifølge opfindelsen, uafhængigt af sammensætningen af den særlige processtrøm, der flyder derigennem og uafhængigt af den specifikke geometri, i henhold til hvilken ledningerne 3 er anordnet.

Under drift af den særlige udførelsesform for brænderen, som er afbildet på tegningen, indføres hydrolysereaktanterne i forblandekammeret 5 i passende andele, og den resulterende reaktantblanding transporteres gennem ledning 3 og afgives i reaktionszonen 20 gennem brændermunden 2. Reaktionsblandingen antændes og brændes i zone 20 til tilvejebringelse af flammehydrolysereaktionen. Den ved diffusion tilførte brændstofgas eller -damp tilføres til rummet 4 gennem indgangen 8 og diffunderer gennem det porøse element 6 langs grænsen af den udgående metal- eller metalloidholdige reaktionsblanding i umiddelbar nærhed af brændermunden 2.

Selvom det ikke er tilsigtet at være bundet af nogen forklaring, antages det, at diffusion af brændstofgassen eller -dampen langs grænsen af hver udgangsmaterialestrøm af metal- eller metalloidhalogenid i den tilstand, hvor den afgives fra brændermunden, tilvejebringer et ensartet og laminært grænselag af gas eller damp, hvorigennem den strøm, der som udgangsmateriale indeholder metal- eller metalloidhalogenid, projiceres ind i reaktionszonen 20. Tilvejebringelsen af et laminært grænselag på dette punkt i strømmen af vaporiseret udgangsmateriale antages at være vigtig for at hæmme udviklingen af recirkulationsmønstre i umiddelbar nærhed af brændermunden 2, således at man undgår eller minimerer kontakt mellem brændermund 2 og fast produkt, som dannes i hydrolysezonen 20. Yderligere har diffusion af brændstofgas eller -damp langs grænsen af en forblandet strøm af udgangsmateriale/brændstof/oxidationsmiddel på den måde, opfindelsen foreskriver, også tendens til at etablere en brændstofrig zone i umiddelbar nærhed af overfladen

af brændermunden 2, hvorved der skabes en lille, men vigtig forsinkelse af antændelsen af blandingen af hydrolysereaktanterne og en reduktion af dannelsen af fast produkt inden for denne brændstofrige zone.

Den hastighed, hvormed det ved diffusion tilførte brændstof leveres til diffusionselementet eller diffusionselementerne 6, kan variere betydeligt og afhænger af sådanne variable som brænderstørrelse og -geometri, antallet og størrelserne af brænderledninger, der er markeret til transport af de udgangsmaterialeholdige strømme, strømningshastighederne af de forskellige hydrolysereaktanter indført i reaktionszonen gennem brænderen, koncentrationen af metal- eller metalloidholdigt udgangsmateriale i reaktionsstrømmen eller -strømmene, om hydrolysereaktanterne forblandes og i bekræftende tilfælde de relative koncentrationer af hver af disse i reaktionsblandingen, koncentrationen af anvendte fortyndingsmidler, hvis sådanne anvendes, og lignende. Det må derfor være tilstrækkeligt at anføre, at mængden af hydrogenholdigt brændstof, der tilføres ved diffusion gennem det eller de porøse diffusionselementer 6, i det mindste naturligvis skulle være tilstrækkelig til at have en god virkning på tilsmudsningsfænomenet i forbindelse med brænderen. Med dette formål in mente kan mængden af det ved diffusion tilførte brændstof, der skal anvendes til ethvert givet sæt af proces- og apparatbetingelser, i almindelighed let bestemmes i praksis.

Fabrikation af en brænder ifølge opfindelsen gennemføres i almindelighed med betydeligt større lethed end fabrikationen af en lignende brænder, der gør brug af en eller flere tynde, annulære spalter til injektion af indifferente skylle- eller vaskegasser. Idet der igen henvises til tegningen, skal det anføres, at fabrikation af afgangsenden af brænderen 1 kan gennemføres ved i rækkefølge at foretage følgende: svejsning af cylindrisk kappe 7 ved sit øvre dække 11 til den ydre del af ledningen 3; afpasning af et ringformet, porøst diffusionselement 6 med en længde, der er lidt større end den sluttelige længde, mod afgangsenden af ledning 3; indføring af et konisk formet skulderorgan 9 over diffusionselementet 6 og stuksvejsning af den øvre kant deraf ved 13 til den lavere kant af kappen 7; let svejsning af den lavere kant af konisk skulder 9 til den ydre overflade af diffusionselementet 6 og afslibning af den overskydende længde af diffusionselementet 6, således

at der tilvejebringes en terminal kant 14 derpå, hvilken i det væsentlige flugter med den ydre overflade af konisk skulder 9.

I det følgende anføres der nogle illustrerende, ikke begrænsende eksempler.

EKSEMPEL 1

Man gør brug af et udstyr omfattende brænder/reaktionskammer af den almene type, der er vist på tegningen, og som har følgende relevante træk:

Ledning 3 - indre diameter 4,09 cm
Diffusionsorgan 6 - sintret rustfrit stål med en porøsitet på ca. 50/u og en indre diameter på ca. 4,09 cm, en længde langs den indre overflade deraf på ca. 1,91 cm og en tykkelse på ca. 0,32 cm

Reaktionskammer 22 - Indre diameter ved A - 7,62 cm
Indre diameter ved B - 38,74 cm
Indre diameter ved C - 20,32 cm
Axial længde A til B - 26,04 cm
Axial længde B til C - 243,84 cm

De anvendte reaktanter er følgende:

Udgangsmateriale, dampe af siliciumtetrachlorid forvarmet til ca. 163° C.

Hydrogenholdigt brændstof, hydrogen forvarmet til ca. 71° C.

Oxidationsmiddel, luft ved omgivelsernes temperatur.

Hydrogen- og luftreaktanterne indføres i blandekammer 5 med hastighederne henholdsvis 28,9 m^3/time og 68,8 m^3/time, og blandingen antændes ved udgangen fra brændermund 2. Vaporiseret, som udgangsmateriale tjenende siliciumtetrachlorid indføres derpå i kammer 5 med en hastighed af ca. 100,7 kg/time, og der indføres hydrogen i rummet 4 gennem indgangen 8 med en hastighed af 8,64 m^3/time. Den to-

tale mængde reaktant og det ved diffusion tilførte hydrogen, der leveres til brænderen, er ækvivalent med 150% af den mængde, der kræves teoretisk, baseret på det potentielle vandindhold deraf, for fuldstændigt at konvertere det som udgangsmateriale tjenende siliciumtetrachlorid til silica. Den mængde luft, der tilføres til blandekammer 5, er ækvivalent med 100 % af den, der teoretisk kræves for at resultere i fuldstændig forbrænding af hydrogenbrændstofkomponenterne til vand. Man indfører køleluft fra atmosfæren i reaktionskammeret 22 gennem indgang 24, og reaktionsprodukterne fjernes gennem udgangen 26 og afkøles, og silicaproduktet opsamles derfra. Hydrolysereaktionen skrider glat fremad, og den gennemføres over en periode af ca. 3 timer, i hvilket tidsrum der ikke finder nogen skadelig brændertilsmudsning sted.

I løbet af det ovenfor angivne forsøg opsamler man tre prøver af silicaproduktet, og disse udsættes for analyser af overfladeareal og fortykningseffektivitet.

Overfladearealerne af silica-prøverne bestemmes i overensstemmelse med den velkendte BET-teknik under anvendelse af nitrogen-isotherm er. BET (Brunauer-Emmet-Teller) metoden er fuldstændigt beskrevet i en artikel i Journal of the American Chemical Society, Vol. 60, side 309 (1938).

Fortykkelseseffektiviteterne af de opsamlede silicaprøver bestemmes ved sammenligning af deres individuelle fortykkelsesegenskaber i en standardiseret, flydende polyesterharpiks i sammenligning med den tilsvarende egenskab af en standardiseret silica fremstillet ved flammehydrolyse, Cab-O-Sil M-5, et silica produceret af Cabot Corporation, Boston, Massachusetts, og med et BET-N_2 overfladeareal på 200 $\pm$ 25 m^2/g. Ved dette forsøg bliver 6,5 g af det standardiserede silica og det undersøgte silica hver for sig dispergeret i separate 394 g portioner af en ikke promoveret polyesterharpiks, Polylite 31007, Reichold Chemicals, Inc., White Plains, N.Y. Dispergeringen gennemføres i en Premier Dispersator, Premier Mill Corp., New York, N.Y., i en periode på 5 minutter og med en axial omdrejningshastighed på 3000 o/m. De resulterende silica/polyester-prøver overføres derpå i separate glaskrukker, der er forsynet med låg og anbragt i et vandbad med konstant temperatur i

et tidsrum af ca. 4 timer, idet badets temperatur holdes på 25° C. Derpå underkastes prøverne af silica/polyester viskometriske analyser ved hjælp af et Brookfield model LVT viskometer, Brookfield Engineering Laboratories, Inc., Stoughton, Massachusetts. Fortykkelseseffektiviteten af den silica, som undersøges, udtrykkes som følger:

$$\text{Fortykkelseseffektivitet, \%} = \frac{\text{Viskositet af undersøgt silica/polyester}}{\text{Viskositet af standardiseret silica/polyester}}$$

Gennemsnittet af resultaterne af de ovenfor angivne undersøgelser er beregnet, og den mængde silica, der er opsamlet fra forsøget med flammehydrolyse, viser sig at have et gennemsnitligt BET-N_2 overfladeareal på ca. 240 m^2/g og en gennemsnitlig fortykkelseseffektivitet på ca. 122 % af standarden.

Når det ovenfor angivne forsøg gentages med undtagelse af, at den anvendte brænder omfatter en ringformet spalte med en bredde på 0,51 cm, hvorigennem man indfører hydrogen i stedet for gennem et diffusionselement 6 som ved fremgangsmåden og brænderen ifølge opfindelsen, bemærker man, at der forekommer liden brændertilsmudsning. Imidlertid bestemmer man, at det opsamlede silica-produkt har et gennemsnitligt BET-N_2 overfladeareal på 244 m^2/g og en gennemsnitlig fortykkelseseffektivitet på kun ca. 113 % af den standardiserede silica. Som følge deraf resulterer diffusion af brændstofgassen langs grænsen af den metal- eller metalloidhalogenholdige strøm i sammenligning med indføringen deraf gennem en deroptil stødende, ringformet spalte i et findelt silicaprodukt med forbedret fortykkelseseffektivitet.

EKSEMPEL 2

Den brænder ifølge opfindelsen, der anvendes ved det første forsøg i eksempel 1, anvendes til fremstilling af forskellige flammehydrolyseoxider, herunder zirconia, vanadia, titania, silica/alumina og silica/titania. De anvendte udgangsmaterialer indføres i brænderen i dampfasen og repræsenteres af de tilsvarende metalchlorider, eller i tilfælde af de samtidigt dannede oxider, af blandinger af de tilsvarende metal- og metalloidchlorider. Brænderens

drift i hvert forsøg er karakteriseret ved en mangel på skadelig opbygning eller tilsmudsning af brændermunden, når i henhold til opfindelsen en hydrogenholdig brændstofgas eller -damp diffunderer ind i umiddelbar nærhed af grænsen for den udgangsmaterialeholdige strøm, der udgår fra brænderen.

P a t e n t k r a v :

1. Fremgangsmåde til fremstilling af findelte metal- eller metalloidoxider ved dampfasehydrolyse af tilsvarende, som udgangsmaterialer tjenende metal- eller metalloidhalogenider i nærværelse af en flamme frembragt ved forbrænding af et hydrogenholdigt brændstof med en oxygenholdig gas, k e n d e t e g n e t ved, at man leder den udgangsmaterialeholdige damp gennem mindst en ledning i et brændeorgan til en reaktionszone, og at man lader en hydrogenholdig brændstofgas diffundere gennem porøse diffusionselementer, der omkredser udmundingen af ledningen eller hver af udmundingerne af ledningerne.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at reaktantblandingen udføres fra brænderen som en enkelt strøm deraf.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at udgangsmaterialet af metal- eller metalloidhalogenid er et siliciumhalogenid.

4. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at det som udgangsmateriale tjenende metal- eller metalloidhalogenid er siliciumtetrachlorid.

5. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at det ved diffusion tilførte brændstof er hydrogen.

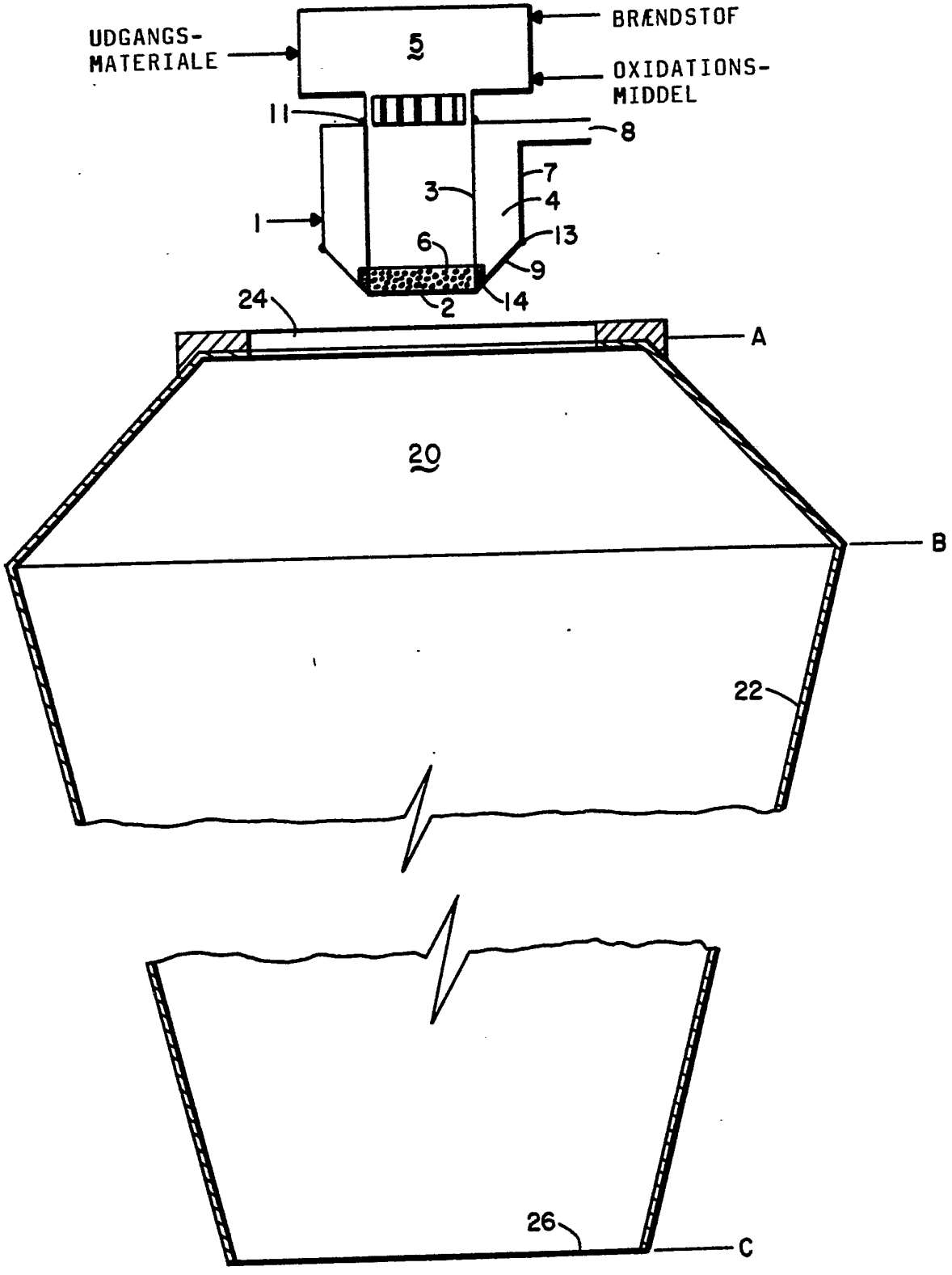
6. Brænder til fremstilling af findelte metal- eller metalloidoxider ifølge krav 1-5, hvilket apparat omfatter mindst en ledning, der er beregnet til at optage og transportere som udgangsmateriale tjenende vaporiseret metal- eller metalloidhalogenid, hydrogenholdigt brændstof og oxygenholdige gasreaktanter, og til at udføre disse reaktanter i en reaktionszone, k e n d e t e g n e t ved, at brænderen også omfatter et porøst diffusionselement i umiddel-

bar nærhed af og omgivende afgangsenden af i det mindste ethvert af de ledningsorganer, der definerer en bane for transport af udgangsmaterialereaktanten omfattende metal- eller metalloidhalogenid, og organer til tilførsel af en hydrogenholdig brændstofgas eller -damp til hvert af disse diffusionsorganer.

7. Brænder ifølge krav 6, k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter en enkelt ledning til transport og udføring af reaktanter som en blanding deraf i reaktionszonen, forblandingsorganer til at optage og blande reaktanterne og til at udføre reaktantblandingen deraf i indgangsenden af ledningen, et porøst diffusionselement i umiddelbar nærhed af og omgivende udgangsenden af ledningen, kappeorganer, der omgiver ledningen, og som er forseglet til udgangsenden af det porøse diffusionselement, og indgangsorganer i den angivne kappe til levering af hydrogenholdig brændstofgas eller -damp deri.

8. Brænder ifølge krav 6, k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter et antal ledningsorganer, der afgrænser et antal baner til transport og udtagning af udgangsmaterialereaktanten omfattende metal- eller metalloidhalogenid.

9. Brænder ifølge krav 6, k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter et antal ledningsorganer, der definerer et antal baner til separat transport og udtagning af hver af de angivne reaktanter i en reaktionszone, og hvor hvert ledningsorgan omfatter et porøst diffusionselement, der omgiver udgangsenden deraf, og organer til at levere en hydrogenholdig brændstofgas eller -damp dertil.


UDGANGS-
MATERIALE
5
BRÆNDSTOF
OXIDATIONS-
MIDDEL
11
8
7
3
4
1
13
6
9
14
2
24
A
20
B
22
26
C