

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 29522.

CO 16, 33/02
Kl. 12 i 38
12 i 33/02

Pharmakon Ges. für Pharmazeutik und Chemie — m. b. H., Monachium.

Sposób otrzymywania krzemu wolnego od krzemionki.

Zgłoszono 25 września 1937 r.

Udzielono 8 stycznia 1941 r.

Pierwszeństwo: 28 września 1936 r. (Niemcy).

Wynalazek dotyczy wytwarzania krzemu praktycznie wolnego od krzemionki.

Wiadomo, że krzem bezpostaciowy można otrzymywać przez redukcję czterochlorku krzemu oraz przez rozkład sześciochlorku krzemowego w wysokiej temperaturze. Również przez działanie potasem na fluorokrzemian potasowy lub w wyniku reakcji mieszaniny kwarcu z magnezem można otrzymywać krzem, który jest jednak zawsze bardzo mocno zanieczyszczony dwutlenkiem krzemu.

Obecnie stwierdzono, że otrzymuje się krzem praktycznie biorąc wolny od krzemionki, jeżeli fluorokrzemiany wprowadza się w reakcję z metalami bardziej

elektrododatnimi niż krzem w obecności gazu obojętnego, np. azotu, argonu, bez dostępu tlenu. W tym celu fluorokrzemian wprowadza się w reakcję ze wspomnianymi metalami albo ich mieszaninami w tyglu do stapiania, w którego górnej części umieszczono odtleniające metale w postaci siatki albo waty metalowej, ogrzewanej elektrycznie.

Ponieważ w temperaturze około 500°C reakcja zachodzi bardzo szybko, powstaje więc przy tym wzrost ciśnienia, które przetłacza poprzez rozżarzoną siatkę metalową słup powietrza znajdujący się ponad mieszaniną reakcyjną. Tlen, znajdujący się w tym słupie powietrza, zostaje

związany w postaci tlenków odpowiednich metali tak, iż w przestrzeni reakcyjnej znajduje się tylko azot obok niewielkich ilości argonu i innych gazów szlachetnych, występujących w powietrzu.

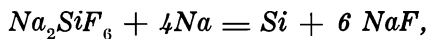
Powietrze dopływające po zakończonej reakcji musi również przechodzić przez rozżarzone siatki metalowe. Ponieważ temperatura podczas reakcji utrzymuje się poniżej 1 000°C, więc azot pozostający w tym procesie nie wywiera szkodliwego działania na produkt reakcji.

Produkt reakcji, otrzymany w ten sposób, po rozdrobnieniu go traktuje się na ciepło odpowiednią ilością stężonego albo rozcieńczonego kwasu siarkowego, dzięki czemu fluorek metalu, powstający również podczas pierwszej reakcji, zostaje rozłożony. Powstaje fluorowodor oraz siarczan odpowiedniego metalu, natomiast krzem otrzymuje się w formie niezwiązanej i bezpostaciowej.

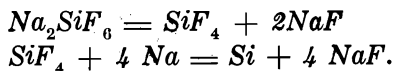
Fluorowodor uwalniający się podczas traktowania kwasem siarkowym rozkłada jeszcze ewentualne resztki kwasu krzemowego względnie jego sole i może być następnie ponownie stosowany lub też bezpośrednio przerabiany na kwas fluorowodorowy albo na fluorki metali.

Przykład. 38 g fluorokrzemianu sodowego miesza się z 18 g metalicznego sodu w postaci rozdrobnionej i wprowadza do ogrzewanego tygla, w którego górnej części znajdują się dwie siatki miedziane umieszczone jedna nad drugą. Przestrzeń między obydwoma siatkami, które są również ogrzewane, wypełniona jest watą miedzianą. Po napełnieniu i zamknięciu tygla ogrzewa się go w przybliżeniu do 500°C. W temperaturze tej zachodzi reakcja, przy czym wytwarza się fluorek sodowy i krzem. Krzem, porwany mechanicznie na skutek wzrostu ciśnienia, zostaje schwytyany w specjalnych komorach albo wieżach łączących się z piecem.

Reakcja przebiega według równania



albo po rozczłonkowaniu



Po oziębieniu produktu reakcji co najmniej do 200°C rozdrabnia się go i wylugowuje wodą albo lepiej rozcieńczonym kwasem siarkowym 1 : 1 na ciepło, dzięki czemu powstają siarczany, a wydzielany fluorowodor można przerobić na kwas fluorowodorowy albo na fluorki metali. Krzem wydziela się na powierzchni w formie bezpostaciowej jako piana o metalicznym połysku.

Po oddzieleniu krzemu od roztworu siarczanu metalu jeszcze raz się przemywa go i suszy w temperaturze 80°C. Krzem, otrzymany w ten sposób, ma postać pyłu zabarwionego na kolor czerwony do szarobrunatnego, silnie barwiącego, który nawet przy użyciu zanieczyszczonych materiałów wyjściowych zawiera co najmniej 96 — 97% krzemu. Wydajność wynosi 87% — teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania krzemu wolnego od krzemionki z fluorokrzemianów przez wprowadzanie ich w reakcję z metalami bardziej elektrododatnimi niż sam krzem lub mieszaninami takich metali, znamienny tym, że reakcję prowadzi się w obecności obojętnego gazu bez dostępu tlenu.

Pharmakon
Ges. für Pharmazeutik
und Chemie—m. b. H.
Zastępca: inż. B. Müller,
rzecznik patentowy.