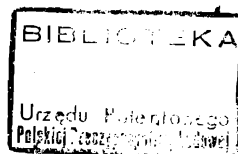


5 grudnia 1931 r.

COM d 3/22

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14734.

Kl. ~~12~~ 13.

126, 3/22

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

Sposób odwadniania soli, zawierających wodę.

Zgłoszono 13 sierpnia 1929 r.

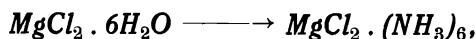
Udzielono 8 października 1931 r.

Pierwszeństwo: 28 listopada 1928 r. dla zastrz. 1; 29 listopada 1928 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

Stwierdzono, że z soli zawierających wodę, mianowicie z soli potasowców lub wapniowców, można z korzyścią odciągnąć wodę higroskopijną oraz krystalizacyjną w ten sposób, że wprowadza się je do ciekłego amonjaku, dzięki czemu woda rozpuszcza się w ciekłym amonjaku, a sól pozostaje zupełnie bezwodna. Jeżeli przy tem traktowaniu tworzą się związki metaloamonjakalne, to zapomocą ogrzania mogą być przeprowadzone w odpowiednią sól bezwodną i amonjak. Amonjak otrzymany zpowrotem wprowadza się w przebiegu kołowym ponownie do procesu.

Przykład I. Chlorek magnezu z 6 cząsteczkami wody krystalizacyjnej przeprowadza się najpierw w chlorek sześćoami-

nomagnezu przez zastąpienie wody amonjakiem:



przyczem bierze się celowo nadmiar amonjaku. Zastąpienie wody krystalizacyjnej amonjakiem następuje bardzo łatwo, jeżeli chlorek magnezu, zawierający wodę krystalizacyjną, doprowadzi się do ciekłego amonjaku, np. przez zmieszanie lub przez ekstrakcję. Już po krótkim czasie można odzielić wytworzoną sól od nadmiaru ciekłego amonjaku i rozpuszczonej w nim wody, która pochodzi z wody krystalizacyjnej soli. Związek $\text{MgCl}_2 \cdot (\text{NH}_3)_6$ jest w ciekłym amonjaku zupełnie nierozpuszczalny.

Zamiast chlorku magnezu z 6 cząsteczkami wody krystalizacyjnej można także użyć produktu uboższego w wodę, który otrzymano przez wyparowanie jakiegoś ługu chlorku magnezu lub przez przepuszczanie suchego, gorącego powietrza nad solą, zawierającą wodę krystalizacyjną, lub w jaki inny sposób.

Stosowanie soli ubogich w wodę wymaga odpowiednio mniejszych ilości amonjaku.

Okazało się dalej, że można zamiast soli stałych stosować także roztwory, jednakże potrzeba wtedy znacznie większych ilości amonjaku. Podczas gdy dla wytworzenia aminozwiązków z soli stałych należy stosować amonjak w 4—5 krotnej ilości wagowej w stosunku do zawartej wody krystalizacyjnej, to korzystnie jest przy stosowaniu roztworu soli użyć amonjaku w 4—5 krotnej ilości w stosunku do całkowitej wody obecnej w roztworze. Odpowiednio do wyższej zawartości wody otrzymuje się tutaj więcej wody amonjakalnej.

Rozkład aminozwiązku w bezwodny chlorek magnezu i amonjak podług równania:



następuje przy ciśnieniu normalnem około 300 — 350°. Przy zmniejszonym ciśnieniu wystarczają także temperatury niższe. Im niżej leży temperatura stosowana, tem lżejsza jest konsystencja produktu, otrzymanego w postaci proszku. Aminozwiązek można także natychmiast ogrzewać do temperatury topnienia chlorku magnezu, co np. może być korzystne, jeżeli chlorek magnezu chce się w dalszym ciągu stosować do elektrolizy.

Przy stosowaniu $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ postępuje się mniej więcej jak następuje: 50 kg $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ miesza się ze 130 kg ciekłego amonjaku w naczyniu chłodzonym. Powstają 48,5 kg stałego $\text{MgCl}_2 (\text{NH}_3)_6$,

które po ogrzaniu do 400° dają 23,4 kg bezwodnego chlorku magnezu.

Przykład II. Siarczan potasowo-magnezowy.

10 części wilgotnego krystalicznego siarczanu potasowo-magnezowego o zawartości 33% wody miesza się trzy razy przy 80° z 5 częściami płynnego amonjaku. Po odessaniu ciekłego amonjaku otrzymuje się zupełnie suchy produkt.

Zresztą dla celu niniejszego nie jest się związanym ze stosowaniem amonjaku w stanie ciekłym, lecz można także, przedewszystkiem przy stosowaniu soli, zawierających wodę krystalizacyjną, pracować z amonjakiem gazowym. Sposób wykonuje się np. tak, że suchy gazowy amonjak przepuszcza się nad substancją, mającą być odwodnioną, przyczem ta ostatnia oddaje wodę. Amonjak stosowany dla odwodnienia można w wielu przypadkach stosować ponownie i tak długo, aż amonjak tak wzbogaci się w wodę, że z materiału suszonego nie zostaje już usuwana woda. W niektórych wypadkach z korzyścią pracuje się stopniowo; w tym wypadku substancję, mającą być odwodnioną, traktuje się najpierw gazowym amonjakiem, zawierającym wodę, a następnie suchym amonjakiem gazowym.

Sposób może być stosowany dla odwodnienia soli, zawierających wodę krystalizacyjną, które nie tworzą aminozwiązków, np. dla soli gorzkiej, sody, soli glauberskiej i t. d., lecz także dla suszenia soli, tworzących aminozwiązki, jak chlorek wapnia, chlorek żelaza, chlorek cynku, chlorek niklowy i t. d. W ostatnim wypadku albo pracuje się w takich temperaturach, w których aminozwiązki nie są już zdolne do istnienia, lub, wytwarzając aminozwiązki, rozkłada się je następnie przez ogrzanie na sól i amonjak, jak wykazują następujące przykłady:

Przykład I. Nad sodą, zawierającą wodę krystalizacyjną, $(\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ prze-

puszcza się w temperaturze zwykłej wolny strumień suchego gazowego amonjaku. Sól rozpada się, wytwarzając silną wodę amonjakalną i praktycznie bezwodną sodę, którą należy odsączyć.

Przykład II. Nad wilgotnym siarczanem potasu z 20% zawartością wody przepuszcza się w temperaturze zwykłej wolny strumień suchego gazowego amonjaku. Gazowy amonjak zabiera ze sobą całkowitą wodę w postaci pary i po krótkim traktowaniu pozostaje zupełnie suchy siarczan potasu.

W niektórych wypadkach, używa się roztwory wodne soli, do których dodano sole amonowe, przy chlorkach np. chlorek amonu, przed dodatkiem amonjaku (celowo w postaci gazowej), celem zmniejszenia ilości pochłanianego amonjaku i przyspieszenia wydzielenia aminozwiązku. Roztwór wodny pochłania przy 0° mniej więcej tylko połowę swego ciężaru w postaci gazowego amonjaku. Już przy pracy w temperaturze pokojowej wytrąca się część aminozwiązku. Dla podwyższenia wydajności ochładza się celowo poniżej 0° np. do —20° względnie —30°. Przy —30° wytrąca się aminozwiązek prawie ilościowo. W zwykły sposób może być oddzielony od ługu amonjakalnego i w łączności z tem może zostać uwolniony od przyczepionego ługu suchym amonjakiem gazowym lub małą ilością ciekłego amonjaku.

Przykład. Do 100 kg ługu chlorku magnezu, zawierającego 30 procentów wagowych chlorku magnezu, wprowadza się w temperaturze pokojowej 64 kg chlorku amonu. Następnie wpuszcza się gazowy amonjak aż do nasycenia i ochładza stopniowo na —30°. Po przesączeniu przemywa się małą

ilością ciekłego amonjaku. Otrzymany produkt ogrzewa się do około 500°, przyczem pozostaje 29,5 kg bezwodnego chlorku magnezu o zawartości 26,0% Mg i 73,02% Cl, co odpowiada produktowi 99,0%.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób odwadniania soli, zawierających wodę krystalizacyjną i higroskopijną, przedewszystkiem potasowców i wapniowców, znamienny tem, że przez dodatek amonjaku przeprowadza się wodę w wodę amonjakalną, przyczem wydziela się nierozpuszczalne w wodzie amonjakalnej sole bezwodne, a następnie, o ile w solach bezwodnych znajdują się aminozwiązki, rozkłada się je zapomocą ogrzania na gazowy amonjak i sól bezwodną.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że amonjak doprowadza się jako gaz.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że poddaje się działaniu amonjaku wodne roztwory soli.

4. Sposób według zastrz. 3, znamienny tem, że poddaje się reakcji sole, mające być odwodnione, w postaci roztworów, które zawierają rozpuszczalne sole amonowe, jak chlorek amonu.

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamienny tem, że wytrącanie soli bezwodnych, względnie aminozwiązków przeprowadza się w temperaturze obniżonej poniżej 0°.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.