

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

50941

Patent dodatko-
wy do patentu _____

Zgłoszono: 30. IX, 1963 (P 102 659)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 21. III. 1966

Kl. 12n, 49/10 *JB*

MKP C 01 g *49/10*

UKD
661.872.321/361

Współtwórcy wynalazku: inż. Emilian Mazanek, mgr Stanisław Cichomski, Wit Miłek

Właściciel patentu: Zakłady Elektrochemiczne „Ząbkowice”, Ząbkowice Będzińskie (Polska)

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Sposób wytwarzania bezwodnego chlorku żelazowego o wysokiej czystości

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania bezwodnego chlorku żelazowego o wysokiej czystości, na drodze bezpośredniej syntezy z pominięciem dodatkowej wtórnej sublimacji.

Znane i stosowane dotychczas sposoby wytwarzania bezwodnego chlorku żelazowego polegają na działaniu gazowego chloru na złom stalowy, zazwyczaj utleniony na powierzchni.

Bezwodny chlorek żelazowy wytwarzany w powyższy sposób w znanych urządzeniach zawiera znaczne ilości zanieczyszczeń, nierozpuszczalnych w wodzie, obniżających jakość, a więc gatunkowość produktu. Zanieczyszczenia te, to głównie tlenki żelaza w postaci rdzy, wprowadzone wraz ze złomem do reaktora oraz powstające w wyniku reakcji ubocznych, zwłaszcza przy użyciu chloru z elektrolizy Siemens-Billitera, który zawiera znaczne ilości tlenu.

W tych warunkach oprócz głównej reakcji tworzenia chlorku żelazowego, w wyniku reakcji ubocznej, powstają tlenki żelaza o dużym stopniu dyspersji.

Produkty reakcji opuszczają reaktor z dużą prędkością liniową, przy czym porywają do układu kondensacyjnego tlenki żelaza uprzednio wprowadzone ze złomem, jak również tlenki powstałe w wyniku reakcji ubocznej, zanieczyszczając produkt. Otrzymany produkt zawiera zanieczyszczenia w postaci części nierozpuszczalnych w wodzie

2

w ilości 1—2%. W celu uzyskania z produktu technicznego chlorku żelazowego w gatunku czystym poddaje się go oczyszczeniu za pomocą kłopotliwej i kosztownej sublimacji.

Ponadto proces bezpośredniej syntezy chlorku żelazowego komplikuje fakt nieuniknionego tworzenia się pewnej ilości chlorku żelazowego, który powoduje pasywację wsadu i prowadzi do niecałkowitego przereagowania chloru, przy czym nagromadzony w większej ilości chlorek żelazawy stapia się i zmusza do zatrzymania produkcji. Pasywacja wsadu i tworzenie się stopów, podwyższają wskaźniki zużycia surowców, zmniejszają zdolność produkcyjną instalacji i uniemożliwiają utrzymanie ciągłego ruchu.

Usuwanie powstałych stopów jest bardzo uciążliwe i pracochłonne, a częste przestoje instalacji skracają jej żywotność, z powodu korozyjnych właściwości chlorku żelazowego w obecności wilgoci.

Jak wykazały liczne badania i próby można uniknąć tych niedogodności przez zastosowanie sposobu wytwarzania czystego bezwodnego chlorku żelazowego według wynalazku.

Stwierdzono, że bezwodny chlorek żelazowy o wysokiej czystości można uzyskać w procesie bezpośredniej syntezy w skali przemysłowej, bez stosowania dodatkowej wtórnej sublimacji, jeśli do reaktora oprócz stalowego złomu i chloru wpro-

wadzi się jakiś czynnik redukujący, najkorzystniej w postaci rozdrobnionego węgla drzewnego lub niskopopiołowego koksu, przy ścisłym przestrzeganiu ustalonych temperatur reakcji.

Wprowadzony do reaktora koks lub węgiel drzewny reaguje z tlenem wprowadzonym wraz z chlorem do reaktora, co zapobiega powstawaniu tlenków żelaza i jednocześnie powoduje redukcję tlenków żelaza, wprowadzonych do reaktora w postaci rdzy pokrywającej stalowy złom.

Warstwa węgla drzewnego lub porowatego koksu znajdująca się zawsze ponad strefą reakcji spełnia rolę filtru dla stałych zanieczyszczeń, które mogłyby przenikać ze strefy reakcji wraz z gazowym strumieniem powstającego chlorku żelazowego.

Przeprowadzone próby dowiodły, że najlepsze wyniki osiąga się przy zastosowaniu chloru z elektrolizy Siemens-Billitera o zawartości 2,7% tlenu, żelaza w postaci stalowego złomu oraz węgla drzewnego o granulacji 10–30 mm w ilości około 6% w stosunku do ciężaru użytego złomu.

Najkorzystniejsza temperatura ze względu na przebieg i wydajność procesu, jak również na stopień czystości otrzymanego chlorku żelazowego wynosi 360–500°C mierzona u wylotu reaktora.

Bezwodny czysty chlorek żelazowy wytwarzany sposobem według wynalazku zawiera 99,7–99,9% głównego składnika, przy czym sposób według wynalazku zwiększa stabilność procesu chlorowa-

nia, przez co obniża zużycie chloru o około 10%, żelaza o około 12% i zwiększa zdolność produkcyjną instalacji o około 70% oraz zapobiega tworzeniu się chlorku żelazowego i związaną z tym koniecznością czyszczenia aparatury.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania bezwodnego chlorku żelazowego o wysokiej czystości na drodze redukcyjnego chlorowania złomu żelaza, **znamienny tym**, że chlorowanie prowadzi się w obecności węgla drzewnego lub koksu o odpowiedniej granulacji umieszczonego nad strefą reakcyjną tak, ażeby strumień gazowego chlorku żelazowego przed opuszczeniem reaktora przechodził przez tę warstwę spełniającą równocześnie rolę czynnika redukującego i filtru.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako czynnik redukujący stosuje się niskopopiołowy koks lub węgiel drzewny o granulacji 10–30 mm, w ilości około 6% w stosunku do masy użytego wsadu.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że chlorowanie prowadzi się za pomocą chloru gazowego z elektrolizy przeponowej o zawartości do 2,7% tlenu.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w zakresie temperatur 360–500°C, a zwłaszcza w zakresie 420–470°C.