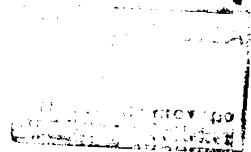


Warszawa, 10 listopada 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



Cmc 1/24



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 23834.

KI. 12-k, 7.

12K, 1/24

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

Sposób wytwarzania siarczanu amonu w postaci dużych kryształów.

Zgłoszono 23 listopada 1934 r.

Udzielono 7 września 1936 r.

Pierwszeństwo: 25 listopada 1933 r. dla zastrz. 1; 22 lutego 1934 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

W celu wytwarzania siarczanu amonu w postaci dużych kryształów proponowano już szereg sposobów, przyczem niektóre z nich znalazły zastosowanie w technice. Sposoby te polegają w zasadzie albo na stosowaniu szczególnego mieszania, albo też na dodawaniu odpowiednich rozpuszczalnych ciał organicznych lub nieorganicznych. Według sposobów pierwszego rodzaju narastanie kryształów następuje wskutek utrzymywania przez czas dłuższy w przesyconym roztworze ciekłym małych kryształów w stanie unoszenia się bez zmiany ich kształtu. Dodatki według drugiego rodzaju sposobów wywołują w cieczy wyparowywanej zmianę kształtu kryształów, mianowicie ich powiększanie się w pewnym określonym kierunku. Dodatki te

mogą się składać np. z soli żelaza, chromu lub glinu lub też z określonych związków organicznych, zwłaszcza sulfokwasów.

Warunkiem istotnym przy stosowaniu tego rodzaju dodatków jest przeważnie konieczność utrzymywania w wyparowywanej cieczy określonego stężenia kwasowego. Stężenia te w pewnych warunkach są tak duże, iż zawartość kwasu w suchej soli przekracza granice, dopuszczalne w handlu, wskutek czego sól należy dodatkowo traktować w specjalny sposób, aby nadawała się ona do celów handlowych. Wymagane stężenia kwasowe mogą również powodować nadżeranie aparatury do wytwarzania soli i przez to uniemożliwić wytwarzanie soli.

Z wymienionych powyżej dodatków o-

kazały się dotychczas szczególnie odpowiednie sole glinowe. Jako sole bezbarwne nie wywołują one niepożądanych zabarwień produktu ostatecznego. Jednak dzięki dodatkowi soli glinowych otrzymuje się niejednokrotnie stosunkowo wydłużone, cienkie kryształy, łatwo łamliwe i posiadające poza tem tę wadę, że ulegają one łatwo spłśnieniu, dzięki czemu suszenie ich jest bardzo utrudnione. Trudność tę można usunąć częściowo zapomocą odpowiednio znacznego dodatku kwasu, co powoduje jednak konieczność następnego zobojętnienia otrzymanej soli amonjakiem.

Stwierdzono, że przy wyparowywaniu roztworu siarczanu amonu w obecności soli glinowych można uzyskać szczególnie duże kryształy o bardzo dobrych właściwościach, jeśli do tego roztworu dodać niewielkie ilości rozpuszczalnej w wodzie soli glinu, a niezależnie od tego — nieznaczne ilości rozpuszczalnej w wodzie soli takich metali, jak sód, potas, magnez, cynk lub mangan, które tworzą łatwo rozpuszczalne siarczany. Stężenie kwasowe, jakie należy przy tem utrzymać, jest tak nieznaczne, iż późniejsze zobojętnienie otrzymanej soli nie jest konieczne. Tak otrzymane kryształy siarczanu amonu odznaczają się bardzo znaczną wytrzymałością podczas transportu. Kryształy te zarówno pod względem swej wielkości, jak i wytrzymałości znacznie przewyższają kryształy, otrzymywane tylko w obecności soli glinowych przy odpowiednio znacznym dodatku kwasu. Sole mogą być stosowane w postaci łatwo rozpuszczalnej, np. jako siarczany, chlorki lub octany. Wystarcza w zupełności nieznaczna ilość tych soli, aby zamiast kryształów o postaci iglastej, powstających przy wyłącznem stosowaniu dodatku soli glinowych, otrzymywać kryształy większe o właściwej postaci. W zależności od doboru stosunku ilościowego pomiędzy solą glinową i solą, stanowiącą dodatek, przy określonej szybkości krystalizacji i przy okre-

ślonem dopuszczalnem stężeniu kwasu można tak wpływać na rozmaite szybkości narastania kryształu w kierunku jego osi podłużnej i osi poprzecznych, iż otrzymana sól odpowiada żądanym warunkom zarówno co do wielkości, jak i kształtu kryształów, dzięki czemu zapobiega się łamaniu się kryształów. Poza tem przez odpowiedni dobór ilości dodatków można zmieniać w szerokich granicach warunki wyparowywania, szybkość wyparowywania i stężenie kwasowe, bez obawy, aby żądany kształt kryształów uległ zmianie w sposób godny uwagi. Stosuje się np. 0,05 do 1% soli kuchennej, siarczanu magnezu lub siarczanu cynku i 0,005 do 0,02% Al_2O_3 (w postaci soli), wszystko w obliczeniu na rozpuszczony siarczan amonu.

Stosowanie mieszaniny dodatków, w przeciwieństwie do stosowania jako dodatku tylko soli glinowych, wykazało zatem znaczne korzyści przemysłowe, przyczem dzięki wynalazkowi zostało wogóle umożliwione wytwarzanie w pewnych warunkach siarczanu amonu w postaci dużych kryształów w sposób opłacający się.

Przykład I. W wyparniku Simplex, ogrzewanym zapomocą pary o ciśnieniu 1,3 do 1,4 atm, wyparowuje się pod ciśnieniem około 0,5 — 0,6 atm roztwór siarczanu amonu, zawierający około 500 g soli w litrze, aż do wypadania tej soli. Do roztworu dodano uprzednio, licząc na każdy litr, 0,16% wolnego kwasu siarkowego, a poza tem w stosunku do ilości siarczanu amonu — 0,1% siarczanu sodu w postaci rozpuszczonej i 0,01% tlenku glinu w postaci roztworu siarczanu glinu. Kryształy, otrzymane z masy solnej, posiadają stosunek grubości do długości = około 1 : 5, podczas gdy przy dodatku tylko soli glinowej stosunek ten wynosi 1 : 8.

Przykład II. Roztwór siarczanu amonu o takimże stężeniu, jak w przykładzie I, wyparowuje się przy takiej samej zawartości kwasu, w takich samych warunkach

do tego samego stężenia. Przez dodanie roztworu siarczanu potasu i roztworu siarczanu glinu wprowadzono uprzednio do roztworu 0,1% siarczanu potasu i 0,01% tlenku glinu. Kryształy, otrzymane z papki solnej, posiadają stosunek grubości do swej długości równy około 1 : 4.

Przykład III. Roztwór siarczanu amonu o stężeniu takim, jak w przykładzie I, wyparowuje się w takich samych warunkach, przy takiej samej zawartości kwasu do tego samego stężenia roztworu. W postaci roztworu siarczanu magnezu i roztworu siarczanu glinu wprowadzono uprzednio do roztworu 0,1% siarczanu magnezu i 0,01% tlenku glinu. Kryształy, otrzymane z papki solnej, posiadają stosunek grubości do swej długości równy około 1 : 5.

Przykład IV. Roztwór siarczanu amonu o takim samym stężeniu, jak w przykładzie I, wyparowuje się przy takiej samej zawartości kwasu, w takich samych warunkach do tego samego stężenia roztworu. Do roztworu tego dodano uprzednio 0,1% siarczanu cynku i 0,1% tlenku glinu (w postaci roztworu siarczanu glinu). Kryształy, otrzymane z papki solnej, posiadają stosunek grubości do swej długości równy około 1 : 4 do 1 : 5.

Przykład V. Roztwór siarczanu amonu o takim samym stężeniu, jak w przykładzie I, wyparowuje się przy takiej samej zawartości kwasu, w takich samych warunkach i przy takim samym stężeniu roztworu. Do roztworu tego dodano u-

przednio 0,1% siarczanu manganu i 0,01% tlenku glinu (w postaci roztworu siarczanu glinu). Kryształy, otrzymane z papki solnej, posiadają stosunek grubości do swej długości równy około 1 : 4 do 1 : 5.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania siarczanu amonu w postaci dużych kryształów przez wyparowywanie roztworu siarczanu amonu o małej zawartości kwasu, znamienny tem, że do roztworu siarczanu amonu dodaje się nieznaczne ilości rozpuszczalnej w wodzie soli glinu, a oprócz tego nieznaczne ilości rozpuszczalnej w wodzie soli manganu.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że do roztworu siarczanu amonu zamiast rozpuszczalnej w wodzie soli manganu dodaje się nieznaczne ilości rozpuszczalnej w wodzie soli sodu, magnezu lub cynku.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamienny tem, że stosuje się 0,005 do 0,02% (np. 0,01%) tlenku glinu w postaci rozpuszczalnej w wodzie soli glinowej oraz 0,05 do 1% (np. 0,1%) innej soli dodatkowej, przyczem ilości te oblicza się w stosunku do zawartej w roztworze ilości siarczanu amonu.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.