

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (3)

IZDAN 1 JUNA 1940

## PATENTNI SPIS BR. 15715

Dynamidon - Wek, Engelhorn & Co. G. m. b H., Mannheim/Waldhof, Nemačka.

Postupak za dobijanje magneziumoksida iz sirovina, koje sadrže magneziumoksid.

Prijava od 14 juna 1938.

Važi od 1 avgusta 1939.

Naznačeno pravo prvenstva od 14 juna 1937 (Nemačka).

Poznato je da se magnezium oksid može dobiti iz veštačke ili prirodne mešavine sa kalcium oksidom n. pr. iz dolomita i sličnih materijala na taj način, što se dovode do uticaja na sirovine vodeni rastvori šećera ili melase i ovim se kalcium oksid izdvaja kao saharat. Magnezium oksid pri tome zaostaje sa nečistoćom početnog materijala kao nerastvorljivi zaostatak.

Dalje je takođe poznato, da se odvajanje izvodi preko kalcium hlorida, ali su svi do sada poznati postupci zametni i neekonomni i stoga se nisu mogli sprovesti u praksi, naročito u slučajevima u kojima kao na primer u industriji materijala veoma otpornih u vatri, magnezijev materijal izvesnih određenih osobina mora da se ima na raspoloženju po niskoj ceni.

Ovim je pronalaskom sad ovaj zadatak rešen na jednostavan i ekonomnan način. Postupak po pronalasku se zasniva na sledećem saznanju.

Kod tretiranja oksida zemna alkalija, naročito kalcium oksida karbolnom kiselinom ili njenim homolozima (fenolima bez daljeg) u prisustvu vode ili rastvornih sredstava, koja rastvaraju obrazujući se zemnoalkalni fenolet, pomenute baze lako i brzo prelaze u rastvor. Nasuprot ovome po ovim nalazima magnezium oksid ne obrazuje nikakve fenolate ili bar ne fenolate koji bi u nekoliko bili postojani.

Ako se sad kakva prirodna ili veštačka mešavina zemnoalkalnih oksida, n. pr. kalcium oksida, sa magnezium oksidom, ka-

ko se ovaj naročito javlja po pečenju u dolomitu, magnezitu koji sadrži kalcium oksida, kalcium oksidu koji sadrži magnezium oksida ili t. sl. produktima tretira prvenstveno u sitno samlevenom stanju sa suvišnom količinom karbolne kiseline ( $C_6H_5OH$ ) ili njenim homolozima u prisustvu vode uz snažno mešanje i u datom slučaju uz mlevenje, to se dobijaju zemnoalkalni oksidi, naročito kalcium oksid i oksid gvožđa praktično bez ostatka u rastvoru, dok magnezium oksid sa u početnoj mešavini još postojećim primescima ostalih oksida n. pr. siliciumovom kiselinom aluminium oksidom, zaostaje kao nerastvorni zaostatak.

Dalje se pokazalo, da se umesto fenola mogu upotrebiti i rastvori fenolnih soli slabijih baza no zemnoalkalni oksidi n. pr. fenolati amonijuma ili organskih baza, kao piridina. Kao rastvorno sredstvo koje prima fenolate podesna je naravno ne samo voda, nego i svako drugo rastvorno sredstvo, koje može rastvarati zemnoalkalne fenolate, koji dolaze u obzir, n. pr. alkoholi, aceton i t. sl. Korisno se radi sa tako velikom količinom rastvornog sredstva, da se dotično rastvorno sredstvo koje rastvara zemnoalkalni oksid, naročito kalcium oksid, kao fenol (karbolna kiselina), prethodno rastvara uglavnom u vodi. Ali se naravno može raditi i sa mešavinom rastvorenog i u rastvornom sredstvu rastvorenog fenola.

Dalje je ustanovljeno, da se magnezium



oksid pri sprovođenju ovoga procesa ispod 50° C ne hidratiše u znatnim količinama. Može se polaziti od svakog pečenog sirovog materijala.

Proces može biti sproveden pri običnim temperaturama. Ali se korisno upotrebljuje malo povećane temperature, naročito temperature od 40 do 60°, jer je pri ovim temperaturama moć rastvaranja fenola i njegovih homologa, kako u vodi tako i u odnosu prema zemnoalkalnim oksidima znatno viša no pri nižim temperaturama. Može se postupati i na taj način, što se n. pr. pri izvesnoj temperaturi od približno 50° najpre fenol dovodi u vodeni rastvor, a zatim se izvodi gore opisano tretiranje dolomita ovim rastvorima, pri čemu se temperatura još malo povećava, uvek prema upotrebljenoj količini tečnosti, i zatim se mešavina hladi na običnu temperaturu. Pri tome se ponovo izdvaja već sam od sebe jedan deo fenola.

Zatim se mulj magnezium oksida odvaja od lužine fenolata pomoću dekantiranja, filtriranja ili t. sl. mera.

Dalja se prerada lužine fenolata vrši sad na taj način, što se fenolat razlaže kiselinom, naročito mineralnom kiselinom, a pre svega takvom, koja sa zemnoalkalnom bazom obrazuje so, koja je u rastvornom sredstvu nerastvorljiva ili teško rastvorljiva, n. pr. ugljenom kiselinom, ova korisno pod pritiskom, sumpornom kiselinom ili t. sl. Pri tome se izdvaja zemnoalkalna baza, naročito kalcium oksid, kao u vodi ili t. sl. rastvornom sredstvu nerastvorljivog ili teško rastvorljivog jedinjenja, koje se od zaostalog rastvora fenolata odvaja na poznat način n. pr. dekantiranjem filtriranjem i t. sl. i po čišćenju poslednjih tragova fenola n. pr. pomoću rastvornih sredstava, naknadnog ispiranja vrelom vodom, ili destilisanjem u vodenoj pari, može upotrebiti za sve ciljeve, za koje se do sada praktično upotrebljavao čist kalcium karbonat.

Po odvajanju mulja kalcium karbonata dobivena mešavina fenola i rastvornog sredstva n. pr. karbolna voda može uvek ponovo biti upotrebljena za preradu novih količina n. pr. dolomita.

Mulj magnezium oksida se isto tako najpre izlaže čišćenju ostataka fenola na isti način kao i mulj kalcium karbonata. Na ovaj se način dobija zaostatak magnezium oksida. Na ovaj se način dobija zaostatak magnezium oksida, koji ima samo veoma male količine kalcium oksida.

Zaostatak magnezium oksida može biti upotrebljen za sve ciljeve, gde je do sada magnezit bio upotrebljavan sa svojim prirodnim nečistoćama. Naročito je mulj ma-

gnezium oksida podesan kao sirovina za industriju opeka i masa otpornih u vatri i postojećih prema kiselinu.

Postupak se može sa uspehom sprovođiti i kod dolomita sa jakim nečistoćama.

Zaostatak magnezium oksida može, u koliko se to zahteva za potrebni cilj pomoću dopunskog tretiranja biti oslobođen i još od ostalih primesaka, tako n. pr. od siliciumove kiseline, kako se ona kao takva nalazi ili u obliku silikata, koji su teži no fini magnezijev mulj ili od t. sl. težih produkata šlemovanjem magnezium oksida od prvo pomenutih nečistoća. Kod ovog postupka zaostaju obično još veći deo ostalih oksida, naročito oksid gvožđa, aluminium silikat, u datom slučaju još tragovi kalcium karbonata ili oksidi i t. sl. Takvo jedno tretiranje je često od koristi sa sebi potrebnim ispiranjem zaostatka. Uklanjanje primesaka magnezium oksida može naravno da se vrši i na svaki drugi po sebi poznati specifični način.

Primer. — 1 kg pečenog dolomita sa sadržinom od: 60,9% Cao, 36,2% Mgo, 1,4% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,1% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,5% SiO<sub>2</sub>, 0,3% gubitak usled žarenja, se unosi uz snažno mešanje u mešavinu, koja se sastoji iz 1,8 kg fenola (karbolna kiselina) i 20 l vode, koja je prethodno dovedena na temperaturu od približno 50° C, i za vreme od približno 2 časa se snažno meša. Po tome se rastvor dekantira i u slučaju potrebe se sitnozrni zaostatak melje sa izvesnom malom količinom rastvornog sredstva. Rastvori se po tome čiste i filtriraju. Zaostatak se najpre ispira sa malo vrelе vode a zatim se ispira sa malom količinom 0,1%-ne hlorovodonične kiseline i daje produkt magnezium oksida, koji po sušenju pri 100° sadrži samo još 0,2% kalcium oksida i osim toga male količine siliciumove kiseline, aluminium oksida i oksida gvožđa. Rastvor kalcium fenolata se tretira uz mešanje sa ugljenom kiselinom, i dobiveni mulj kalcium karbonata se odvaja od fenolne vode, u slučaju potrebe se dobro ispira vrelom vodom i suši. Tada daje čist, oboreni produkt kalcium karbonata.

Fenolna se voda, u slučaju potrebe po uklanjanju u njoj još sadržanog sredstva za obaranje kalciuma n. pr. ugljene kiseline, upotrebljuje za preradu nove partije dolomita.

#### Patentni zahtevi:

1. Postupak za dobijanje magnezium oksida iz prirodnih ili veštačkih sirovina, koje osim magnezium oksida sadrže okside zemnoalkalija kao takve ili u obliku jedi-



njenja, koja daju oksid, naročito iz dolo-  
mita, kalcium oksida koji sadrži magnezi-  
um oksida, magnezita koji sadrži kalcium  
oksida, naznačen time, što se, u datom slu-  
čaju po prevodenju jedinjenja, koja daju  
okside u okside dovode do uticanja na  
početni materijal fenol (karbolna kiselina)  
ili njegove homologe u prisustvu vode, i  
nerastvorljiv ostali zaostatak se od tečno-  
sti odvaja podesnim merama, kao filtrira-  
njem, dekantiranjem ili t. sl.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen ti-  
me, što se umesto slobodnih fenola upo-

trebljuju fenolati manje bazisnosti no što  
je bazisnost zemnoalkalnih oksida, naro-  
čito fenolati amonijuma i organskih baza,  
kao piridina.

3. Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen  
time, što se tretiranje početnog materijala  
fenolnim rastvorom izvodi pri povećanoj  
temperaturi.

4. Postupak po zahtevu 1 do 3, nazna-  
čen time, što se od krečne baze oslobode-  
na fenolna lužina uvek ponovo upotreblju-  
je za tretiranje novih količina početnog  
materijala.

---

