

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

RAZRED 12 (3)

IZDAN 1 AVGUSTA 1938.

PATENTNI SPIS ŠT. 14151

Seri Holding Soci t  Anonyme, Luxembourg, Luxembourg.

Postopek za pridobivanje berilijevega fluorida, ki je prost oksida.

Prijava z dne 5. junija 1937.

Velja od 1. marta 1938.

Nazna ena prvenstvena pravica z dne 15. julija 1936. (Italija).

Predmetni izum se nanaša na postopek za pridobivanje berilijevega fluorida, pri  emer se slednji pridobiva v stanju visoke  isto e glede berilijevega oksida.

Znano je, da se nahaja berilijev fluorid, pridobljen po kateremkoli izmed dose-daj znanih postopkov, ki bazirajo na delovanju fluoro-vodi ne kiseline v teko i ali plinski obliki na berilijeve hidrate, karbo-nate ali okside, v obliki kompleksne spojine berilijevega oksida in fluorida, ki ima pod najboljšimi pgoji pridobivanja sestavo približno po formuli $2\text{BeO} \cdot 5\text{BeF}_2$. V ostalem se uporablja ta spojina tudi za produkcijo berilija pri postopkih, ki vsebujejo elektrolizo staljene soli, same kot take ali mešane z drugimi fluoridi.

Vendar se je vsled navzo nosti berilijevega oksida v predmtnem fluoridu kakršen se pridobi z obi ajnimi sredstvi, tudi  e se je imelo namen, da se pridobi kovinski berilij termi nim potom, rajše opustila uporaba berilijevega oksifluorida in smo si pomagali s kompleksnimi fluornimi berilati t. j. dvojnimi solmi berilij-natrijevega fluorida, kjer prideta na en mol berilijevega fluorida 2 mola natrijevega fluorida; vendar obstoja pri slednjih množica teško , tako da je donos na beriliju zelo slab. Tudi smo si, v svrhu pridobivanja zlitin s slabo vsebino berilija, pomagali s tem, da se je berilij elektroliti no taložil, pri  emer se je uporabljal amonijev berilat, vendar se je prišlo do zaklju ka, da povzro a slednja spojina ogromno sprostitvev fluoro-vodi ne kiseline v plinski obliki pri zelo zmernem donosu berilija v elektroliti ni

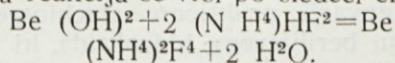
kopeli.

Doslej se je le v znanstvene svrhe in samo v minimalnih množinah, ki so potrebne v to svrhu, poskušal pridobivati berilijev fluorid brez oksida. V to svrhu smo se posluževali ali reakcije suhe plinske fluoro-vodi ne kiseline, pri živahni rde i žarni vro ini, na oksifluorid, v platinastih posodah, bodisi podaljšanega segrevanja amonijevega fluornega berilata v zaš iti pred zrakom ali v toku CO_2 . Izgubilo se je mnogo berilijevega fluorida vsled sublimacije, katere izgube so bile občutne pri temperaturi, ki so jo ozna ili eksperimentatorji, vendar je bila ta neugodnost brez vaŹnosti za na ine tega postopka, ki je bil omejen na dela znanstvenih poskusov.

Predmetni izum se nanaša na nov fabrikacijski postopek, pri katerem odpadajo neugodnosti prejšnjih postopkov, v svrhu industrijskega pridobivanja berilijevega fluorida, ki nima prakti no nobenega oksida; ta postopek omogo a izvedbo te fabrikacije v industrijskem obsegu, s prakti no totalnim donosom.

Ta postopek obstoja bistveno v tem, da se pusti v toploti reagirati na suh berilijev hidroksid — n. pr. s tem, da se jih meša —  ist amonijev kislifluorid v suhem stanju, v razmerju, ki se pribliŹuje ali dosega prakti no množino, ki stoechiometri no odgovarja množini obdelovane-ga berilijevega hidroksida.

Ta reakcija se vrši po slede i ena bi:



Dela se prednostno pri temperaturi,

ki je nižja od 500° C, da se prepreči sublimacija pridobljenega berilijevega fluorida.

More se pustiti n. pr. reagirati zmes berilijevega hidroksida in amonijevega kislega fluorida v kovinasti posodi, ki se nahaja v pripravnici sušilnici, ogrevani na 450—500°C.

V slučaju, če se vodna para ne more sprostiti v zadostni množini, se olajša nje evakuacija na ta način, da se spusti skozi reakcijsko maso tok neutralnega plina.

V splošnem je v to svrhu predvidena na dnu reakcijske posode dovajalna cev, ki je istotako kovinasta, skozi katero se spusti tok ogljikovega dioksida ali drugega primernegega neutralnega plina. Vsled navzočnosti tega plina se omogoči sprostitve vode v obliki pare v množini, ki odgovarja zgoraj formulirani reakciji.

V svrhu zopetne ciklične pridobitve uporabljenega amonijevega fluorida se poslužujemo prednostno posode s pokrovom v obliki labodjega vratu, katerega konec je vložen v prostorno, hlajeno komoro. Neutralni amonijev fluorid, ki se dobi potom razkola (ki naravno nastane pri operacijski temperaturi) amonijevega fluoridnega berilata, ki se tvori tekom gornje reakcije, se v tej hlajeni komori zgosti; more se zategadelj z obdelovanjem tega neutralnega fluorida, n. pr. potom fluoro-vodične kisline, zopet pridobiti praktično v celoti amonij in en del fluorja, ki smo se ga posluževali, in se jih uvrsti zopet v ciklus v obliki amonijevega kislega fluorida in se na ta način uporablja slednji za novo operacijo.

Postopek glasom izuma dopušča pridobivati z izvrstnim donosom, približujoč se oziroma dosega joč praktično 100%, berilijev fluorid, ki je praktično prost oksida in ki služi posebno dobro za pridobivanje kovinskega berilija, in sicer v vezanem ali nevezanem stanju, posebno potom razstavitve navedenega berilijevega fluorida s pomočjo razstavljaljočega sredstva, kovine ali metaloida, ki je sposoben sprostiti berilij.

V naslednjem je opisan primer izvršitve postopka, ki tvori predmet izuma, ki pa nima limitativnega značaja.

V tem primeru se je vzelo 25 kg suhega berilijevega hidroksida, ki se ga je mešalo z 68 kg amonijevega kislega fluorida. Ta zmes se je dobila tako, da se je najprej dalo v posodo polovico potrebnega amonijevega fluorida (katerega celotna množina odgovarja praktično stehiometrično množini berilijevega hidroksida, ki naj se obdela), nato ves hidroksid, in nato druga polovica amonijevega fluorida. Tempera-

tura se je mahoma dvignila in zmes je bila dogotovljena tekom tega dviga temperature.

Ta zmes je bila izgotovljena v cilindrični kovinski posodi, obstoječi v predmetnem primeru iz kovine, določene, da se končno zveže z berilijem. Ta posoda je imela vsebino 85—90 litrov in premer 35—40 cm.

Reakcijski cilindar se je vložil v pripravnico sušilnico z električnim uporom, ki se more regulirati na način, ki je dovoljeval vzdrževati temperaturo 400° C v notranjosti mase tekom dobe treh ur do treh ur in pol.

Z navedenimi množinami se je pridobil v cilindru kot reakcijski produkt berilijev fluorid, v množini ca. 27 kg, praktično prost berilijevega oksida in oksid-florida; ta berilijev fluorid ni vseboval druge nečistoti razen fluorid kovine uporabljene posode.

Neutralni amonijev fluorid je bil sublimiran in se je dvignil iz cilindra, na katerega je bil v to svrhu postavljen ogrevan cevast pokrov, ki pa je imel labodji vrat, ki je bil potopljen v veliko, hlajeno komoro.

V tej hlajeni komori se je dobila koncem operacije zgoščena para amonijevega fluorida, nato se je nasitil ta amonijev fluorid s potrebno fluoro-vodično kislino, v svrhu zopetne uporabe pri obdelovanju nove šarže berilijevega hidroksida v posodi.

Patentni zahtevi:

1.) Postopek za pridobivanje berilijevega fluorida, ki je praktično prost oksida, označen s tem, da se pusti v toploti reagirati na suh berilijev hidroksid, n. pr. s tem, da se jih meša, čist amonijev kisli fluorid v suhem stanju in v množini, ki v bistvu odgovarja stehiometrični množini obdelovanega berilijevega hidroksida.

2.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se vrši topla reakcija pri temperaturi, ki je v splošnem nižja od 500°C in ki leži prednostno med 450 in 500°C, tako se prepreči sublimacija pridobljenega berilijevega fluorida.

3.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se zmes obdeluje z dovajanjem ogljikovega dioksida ali drugega neutralnega plina na način, ki zagotavlja sprostitve vodne pare v zadovoljivi množini.

4.) Postopek po zahtevih 1.) do 3.), označen s tem, da se praktično ponovno

pridobi ves amonijev fluorid, ki se uporablja pri operaciji, s tem da se zgosti para tega fluorida, ki izvršuje reakcijo, in se

dovede nazaj v cikel v obliki amonijskega fluorida.
