



PATENTNI SPIS BR. 3922.

Ing. Ture Robert Haglund, Stockholm.

Postupak za izradu oksida i t. d. koji su nesagorljivi na visokoj temperaturi.

Prijava od 8. aprila 1925.

Važi od 1. jula 1925.

Traženo pravo prvenstva od 17. aprila 1924. (Švedska).

Ovaj se pronalazak odnosi u prvom redu na postupak za izradu oksida, koji su nesagorljivi na visokoj temperaturi. Ovaj postupak spada među one, gde se prvo topi oksidna sirovina, n. pr. u električnoj peći zajedno sa redukcionim srestvima i sumpornim materijama u cilju izrade rastopine (oksidno-sulfidna), koja sadrži kako sulfid tako i jedan ili više oksida, zatim se, u cilju dobijanja nesagorljivih oksida, odvaja sulfid iz rastopine. Ovdje se pod oksidima, koji ne sagorevaju na visokoj temperaturi, podrazumevaju takvi oksidi, čija tačka topljenja leži oko ili iznad 1800°C. Postupak se odnosi na izradu kako čistih oksida-aluminijuma, magnezijuma, hroma, cirkona, tako i na prečišćene materije, koje sadrže jedan ili više takvih oksida.

Prema ovom postupku, odvaja se sulfid sasvim, ili znatan deo istog, na taj način, što se sulfidno-oksidna rastopina tretira sa hlornim gasom, ili, gasom hlorovodonika radi pretvaranja sulfida u hlorid, našta se obrazovani hlorid odvaja od ostalog dela rastopine. Odvajanje hlorida može se vršiti time (ako je obrazovani hlorid lako isparljiv), što se temperatura drži na visokoj meri pre ili posle obrade sa hlornim gasom ili gasom hlorovodonika, tako da hlorid ispari, našta je korisno, da se isti kondenzuje u jednom priključenom sudu. Pri tom se temperatura može regulisati tako, da se izdvoje hloridi, koji imaju različite tačke ključanja i isparavanja. Zaostali hlorid u oksidnoj masi može se potom odvojiti vodom, a masa potom, ako je potrebno, čistiti dalje, na primer magnetskim

odvajanjem, obradom sa razbaženim ili koncentrisanim kiselinama ili alkalijama i t. d. Naizmenično može se cela količina hlorida odvojiti ispiranjem.

Ovaj postupak od velikog je značaja za izradu aluminijum-oksida, a naročito onog, sa dovoljnom čistoćom, da bi se mogao upotrebiti za izradu običnog trgovačkog aluminijuma, tako isto i za izradu aluminijum-oksida za druge svrhe, n. pr. za izradu šamotskih materija, kotura za oštrenje i t. d.

Po postupku, izrada čistog aluminijum-oksida vrši se tako, što se prvo topi jedna ili više alumino-oksidnih sirovina — n. pr. bauksit, alundum, glina i t. d., po već poznatom postupku — zajedno sa jednom ili više sumpornih materija i redukcionim srestvima u takvim srazmerama i pod takvim toplotnim uslovima, da se stvara rastopina, koja sadrži i sulfid i aluminijum-oksid, pri čem se sadržina rastopine u oksidu sastoji poglavito iz aluminijum-oksida. Po tom se ova rastopina, najbolje po sitnjenju, postupa sa hlornim gasom, i odnosno ili, gasom hlorovodonika.

Sumporne materije, koje su najpodesnije za ovaj postupak, jesu sulfidi ili sulfidne materije kao na pr. FeS , Cu_2S , NiS , ZnS , PbS , Al_2S_3 , CaS , BaS , MgS , ali i sulfati kao n. pr. BaSO_4 mogu se korisno upotrebiti. Kao redukciona srestva za ovaj proces podesni su ugljenik i ugljenične materije, kao n. pr. antracit, koks, drveni ćumur i t. d.

Topljenje se, najbolje je, vrši u običnoj električnoj peći za karbid. Gorivni materijal može se sasvim ili delimično briketirati.

Ako se upotrebljuju sulfidi teških metala pri topljenju, onda se ovi preobraćaju, usled prisustva ugljenika ili sličnih redukcionih sredstava, sa aluminium-oksdom ili oksidima u gorivnom materijalu kao n. pr. barijumom, kalcijumom, i magnezijumom, u metale i u sulfide pomenutih oksida, koji primaju u istopljenoj stanju zaostali aluminium-oksidi, tako da se obrazuje rastopina sulfidno-alumino-oksidna. Pri ovoj reakciji odvojeni metal ostaje, pri topljenju, u leguri ili tome slično, ako slučajno metal ne ispari kao n. pr. cink. Ako u sirovinama ima SiO_2 , Fe_2O_3 , TiO_2 ili drugih sličnih oksida, n. pr. slučaj sa baksilom, onda će i legura sadržati odvojeni metal ili nemetal redukcijom pomenutih oksida.

Tretiranje načinjene šulfidno-alumino-oksidne rastopine, po ovom postupku, sa gasom hlor-vodonika odnosno hlornim gasom od naročite je koristi, ako se sulfid u rastopini sastoji sasvim ili delom iz aluminium sulfida. Obradom rastopine sa gasom hlor-vodonika bez vode ili približno bez vode, ili pak hlornim gasom, dobija se aluminium hlorid, jedan vrlo dragocen sporedni proizvod bez vode.

Postupak se najzgodnije proizvodi na taj način, što se gas-vodonik ili hlorni gas provodi kroz ili preko sulfidno-alumino-oksidne rastopine i isti se može vršiti na tako niskoj temperaturi, da malo ili skoro ni malo hloriga ne prelazi u gas pri obrazovanju istog. Pri kraju ili posle obrade sa hlornim gasom ili hlor-vodoničnim gasom, dobro je još i temperaturu povećati, tako da bar ispare lako isparljivi hloridi n. pr. AlCl_3 , pri čem se hlorid kondenzuje u kakvom naročitom sudu.

Na visokoj temperaturi obrazuje se hlorid odnosno hloridi brže, te je zbog toga u mnogim slučajevima bolje, da se još pri propuštanju gore pomenutih gasova preko rastopine reguliše temperatura tako, da lako isparljivi hloridi ispare n. pr. AlCl_3 . Ispareni se hlorid hvata u jednom naročitom sudu. Pri tretiranju sulfid-oksida sa HCl u gasnom stanju stvara se sumpor-vodonik. Iz ovog se, kao što je poznato, dobija sumpor, ili se isti može sagoreti i upotrebiti za dobijanje sumporne kiseline, koja se pak može iskoristiti za izradu hlorovodoničnog gasa. Dobijanje hlor-vodonika može biti direktnom reakcijom između sumpor-vodonika i hlora.

Posle tretiranja sa hlornim gasom odnosno HCl u gasnom stanju, zaostali oksid u oksidnoj masi n. pr. FeCl_2 , BaCl_2 , FeCl_2 ispari se sa vodom ili tome slično, našta se oksidna masa, ako je potrebno, prečišćuje po već poznatim postupcima.

Gore je rečeno, da se aluminium-hlorid bez vode, po oblicima izvođenja pronalaska, dobija kao skupocen sporedni proizvod pri

dobijanju aluminium-oksida iz sulfidnog oksida, koji ima u sebi aluminium-oksida. Aluminium-hlorid bez vode može se dobiti po ovom postupku, i kao glavni produkt. U takom se slučaju alumino-oksadni materijal topi zajedno sa redukcionim sredstvima n. pr. ugljenom i sa jednim ili više sulfida teških metala, n. pr. FeS , Cu_2S , NiS , ZnS , PbS i t. d. pri čem se srazmere materijala i termičke okolnosti regulišu tako, da malo ili ni malo aluminium-oksida ostane u obrazovanom proizvodu. Tako dobiveni alumino-sulfidni proizvod postupa sa na gore opisani način hlornim ili hlor-vodoničnim gasom radi dobijanja aluminium-hlorida bez vode. Umesto hlornog ili hlor-vodoničnog gasa mogu se upotrebiti i druga hlorna jedinjenja, bez vode ili sa srazmerno malim procentom vode, za prevodjenje aluminium-sulfida u hlorid, kao n. pr. NH_4Cl , NaCl , KCl , BaCl_2 , FeCl_3 , PbCl_2 i t. d. Takav se hlorid, najbolje je, meša sa sulfidnim proizvodima, i onda se toliko zagreva, da ispari aluminium-hlorid. Upotrebljeni hlorid može se, ako je lako isparljiv, provoditi preko materijala u gasnom stanju, kao što je slučaj n. pr. sa NH_4Cl , PbCl_2 , FeCl_3 . Dobiveni aluminium-hlorid obično je nečist, n. pr. ima sumpor-vodonik, jedinjenja hlora i sumpora i t. d. Izvesne nečiste primese, n. pr. sumpor-vodonik, mogu se ukloniti na taj način, što se hlorni gas, gas hlor-vodonika ili drugi, prema aluminium-hloridu neutralni gas, vodi prema istom, pri čem se aluminium-hlorid zagreva ili eventualno predestiliše u gas pomenute vrste. Dobro je, da se meša aluminium-hlorid sa jednom ili više materija, koje mogu obrazovati sumpor ili hlor i da se aluminium-hlorid presublimira. Za to su zgodni n. pr. metali kalcium-karbid i aluminium-sulfid. Za istu se svrhu može ispariti aluminium-hlorid i provoditi preko takve materije.

Obrada aluminium sulfida odnosno sulfid-oksida sa hlorom ili hlornim jedinjenjima može se vršiti nepekudno ili povremeno u pećima ili aparatima raznih vrsta, n. pr. u retortama, jamastim pećima, rotacionim pećima. Žarenje materijala može se vršiti po poznatim postupcima, n. pr. direktnim ili posrednim zagrevanjem, toplim gasovima i t. d.

Po ovom postupku dobiveni aluminium-hlorid može se upotrebiti između ostalog i za prečišćavanje ulja. Aluminium-hlorid može se upotrebiti za dobijanja aluminium-oksida ili drugih jedinjenja aluminiuma. Ako se amonijum-hlorid upotrebljava za prevodjenje aluminium-sulfida u aluminium-hlorid, onda se mogu destilacioni produkti uvoditi neposredno u odu, pri čem se obrazovani amonijum-hlorid sa predestiliranim amonijakom odnosno amonijum-sulfidom upotrebljava za obrazovanje aluminium-hidrata uz ponovo dobijanje amonijum-hlorida.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za izradu oksida, koji ne sagorevaju na visokim temperaturama, kod koga se oksidne sirovine zajedno sa redukcionim srestvima i sumpornim materijama tope za dobijanje rastopine koja sadrži kako sulfid tako i jedan ili više nesagorljivih (u smislu pronalaska) oksida, naznačen time, što se rastopina tretira hlornim gasom, gasom hlorovodonika ili drugim hlornim jedinjenjima, n. pr. NH_4Cl , MgCl_2 i t. d. u cilju dobijanja nesagorljivih oksida n. pr. Al_2O_3 , Cr_2O_3 , MgO , ZrO_2 našta se obrazovani hlorid odvaja, n. pr. isparavanjem ili ispiranjem.

2. Postupak po zahtevu 1, za dobijanje čistog aluminium-oksida, naznačen time, što se rastopina tretira sa hlornim gasom ili hlorovodoničnim gasom bez vode, ili sa vrlo malim procentom iste, ili pak drugim hlornim jedinjenjima, da bi ovako obrazovani aluminium-hlorid bio bez vode.

3. Izmena postupka po zahtevu 2, naznačena time, što se upotrebljavaju takve srazmere alumino-oksidnih sirovina, da bude samo

malo ili ni malo aluminium-oksida u alumino-sulfidnom proizvodu, da bi se dobio, kao glavni proizvod, aluminium-hlorid bez vode.

4. Postupak po zahtevu 1—3, naznačen time, što se tretiranje sa hlornim gasom ili hlorovodoničnim gasom izvodi na tako niskoj temperaturi, da u gas prelazi malo ili ni malo novo obrazovani hlorid pri svom obrazovanju.

5. Postupak po zahtevu 4, naznačen time, što se temperatura pri završetku ili po radu sa hlornim gasom ili gasom hlorovodonika povećava, tako da ispare bar obrazovani, lako isparljivi hloridi, kao AlCl_3 .

6. Postupak po zahtevu 1—3, naznačen time, što se održava visoka temperatura pri tretiranju sa hlorom ili gasom hlorovodonika, tako da ispare bar lako isparljivi hloridi (n. pr. AlCl_3) pri svom obrazovanju, pri čem se ispareni hlorid može ponovo dobiti kondenzacijom u naročitom sudu.

5. Postupak po zahtevu 5—6, naznačen time, što se po isparavanju lako isparljivih hlorida u oksidnoj masi zaostali drugi hloridi ispiraju vodom ili tome shično.

