

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (1)

IZDAN 1 SEPTEMBRA 1940

PATENTNI SPIS BR. 15933

Gewerkschaft Leubsdorf, Berlin, Nemačka.

Postupak za dobijanje čistog kriolita bez siliciumove kiseline.

Prijava od 29 marta 1939.

Važi od 1. oktobra 1939.

Naznačeno pravo prvenstva od 30 marta 1938 (Nemačka)

Predmet ovog postupka jeste dobijanje čistog veštačkog kriolita slobodnog od siliciumove kiseline pretvaranjem aluminium fluorida pomoću alkalnih siliko fluorida pri višoj temperaturi i podesno pri vakuumu ili pri prisustvu kakvog indifereantnog gasa.

Poznato je, da se veštački kriolit može dobiti mešanjem rastvora natrium fluorida sa rastvorom aluminium fluorida, pri čemu se taloži dvogubi fluorid nerastvorljiv u vodi. Veštački kriolit može biti dobiven i neutralisanjem vodenog rastvora fluorovodonične kiseline pomoću aluminium oksida i natrium karbonata. Dalje je poznato, da se veštački kriolit dobija na taj način, što se aluminium hidroksid rastvara u višku fluorovodoničnom kiselinom i dobiveni se rastvor neutrališe natrium superoksidom, pri čemu se izdvaja nerastvorljivi kriolit. Po jednom drugom postupku se veštački kriolit dobija i time, što se kalciumov fluorid sa kalium sulfatom i ugljenom stapa zajedno u kakvoj plamenoj peći i iz dobivenih rastopina se pomoću vode izdvaja luženjem lako rastvorljivi kalium fluorid. Po tome se rastvor meša sa natrium sulfatom, pri čemu se taloži teško rastvorljivi natrium fluorid, a jednovremeno postajući kalium sulfat se po isparavanju može ponovo upotrebiti za novo rastavljanje. Izdvojeni natrium fluorid se zatim u nastavku pomoću tretiranja aluminium sulfatom prevodi u kriolit.

Prijavilac je sad našao, da se do čistog

kriolita bez siliciumove kiseline dospeva na taj način, što se aluminium fluorid tretira alkalnim siliko fluoridima, n. pr. dobivenim jednovremeno pri rastavljanju kaolina, pri višim temperaturama i podesno pri vakuumu ili u prisustvu kakvog indifereantnog gasa kao azota.

Postupak po pronalasku ima dakle to preimućstvo, da se mogu upotrebiti jeftinije početne materije, koje se mogu upotrebiti odmah u svome postojećem obliku, dakle bez daljeg tretiranja ili prerade. Zagrevanje obe početne materije se vrši na srazmerno niskoj temperaturi, tako, da u potrebni uređaji mogu biti srazmerno jednostavni i potreba za toplotom je mala. Kod pretvaranja postaje s jedne strane kriolit, a s druge strane siliciumtetrafluorid, koji je gasovit. Iz toga se dobija, da se reakcija može praktično vršiti potpuno kao kod svih reakcija između dveju komponenta, od kojih je jedna gasovita. Željeni konačni produkt po pronalasku postaje dakle neposredno u samom postupku i u izvesnoj se meri odvaja automatski od sporednog produkta (siliciumtetrafluorida).

Kod do sada poznatih postupaka se mora raditi ili sa mnogo višim temperaturama ili se mora upotrebiti okolišni put preko rastvora, ili se čak šta više mora upotrebiti oboje. Ali rastvori donose uvek sobom tu nezgodu, da se kroz uređaj provode velike količine tečnosti, koje uslovljujući veću upotrebu za prostorom i troškove za postrojenje. K tome dolazi još i to,

da se rastvori moraju prema prilikama više puta isparavati, što zahteva veliki utrošak toplote. Ovo je kod dobijanja kriolita u toliko štetnije, u koliko natrium fluorid ima samo izvesnu malu moć rastvaranja (3—5 g soli na 100 g vode). Čak kad bi se dakle kod ovog poznatog postupka dostiglo 100%-no pretvaranje, što praktično nije moguće, to su ipak količine kriolita, koje treba da se dobiju, u sravnjenju sa potrebnim velikim količinama tečnosti, veoma male.

Primer. — 100 g suvog tehničkog aluminiuma fluorida dobivenog pri rastavljanju aluminium oksida se prisno meša sa 335 g natrium silikofluorida, dobivenog u datom slučaju u istom postupku, i zatim se unose lagano u obrtnu reakcionu cev postavljenu malo nagnuto. Reakciona cev je sobom zatvorena nepropustljivo za gas i pored uređaja za unošenje gornje smeše ima još po jedan nastavak za uvođenje indiferentnog gasa i izdvojenog silicium tetrafluorida. Reakciona cev se dovodi na temperaturu od 450 do 500° i obrće se sama oko sebe 1 do 2 puta u minuti.

Posle približno jednog časa je reakcija završena. Pri tome se dobija skoro kvantitativno čist, praktično bez siliciumove kiseline, kriolit, dok se izdvojeni silicium tetrafluorid može ponovo upotrebiti za dobijanje natrium silikofluorida i preostali indiferentni gas (u ovom slučaju azot) se upućuje nazad u početni proces.

Reakciona jednačina:

$3 \text{ Na}_2\text{SiF}_6 + 2 \text{ AlF}_3 = 2 \text{ Na}_3\text{AlF}_6 + 3 \text{ SiF}_4$
Po ovom procesu dobiveni veštački kriolit odlikuje se velikom čistoćom, naročito izostankom siliciumove kiseline.

Patentni zahtev:

Postupak za dobijanje čistog veštačkog kriolita slobodnog od siliciumove kiseline, naznačen time, što se ekvivalentna smeša suvog aluminiuma fluorida i alkalnog silikofluorida dovodi do reakcije pri višoj temperaturi, n. pr. 450—500°, kao i podesno pri vakuumu ili u prisustvu kakvog suvog indiferentnog gasa, kao azota.