

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

RAZRED 12 (3)

IZDAN 1 MÄRTA 1939.

PATENTNI SPIS ŠT. 14709



Seri Holding Société Anonyme, Luxembourg.

Postopek za pridobivanje berilijevega fluorida, ki je vode prost in brez oksida.

Prijava z dne 15. septembra 1937.

Velja od 1. oktobra 1938.

Prvenstvena pravica z dne 17. aprila 1937 (Italija).

Znanstveno znani so fizikalno-kemični pogoji, pod katerimi je mogoče pridobivati fluorno spojino berilija, ki eksaktno odgovarja formuli BeF_2 . Doslej se pa ni doseglo, da bi se mogla vršiti industrijska fabrikacija tega fluorida, v kolikor ni to slučaj na podlagi prejšnjega patentiranega postopka prijavitelke, po katerem se obdeluje dvojni fluorid berilija in amonija na način, da se podvrže segrevanju, ki zagotavlja destilacijo amonijevega fluorida, ki je hlapljiv, in tako omogoča izločitev in zbiranje berilijevega fluorida BeF_2 .

Na podlagi predmetnega izuma se je ugotovilo, da se more proizvajati navedeni berilijev fluorid BeF_2 v vode prostem stanju in brez oksida, če se uporablja industrijsko, pod izvestnimi pogoji zlasti temperaturnega značaja, ki bodo določeni v sledečem, reakcija plinske fluoro-vodične kisline, celo v prisotnosti vode, na berilijev oksid, v obliki suhega hidrata ali celo oksida.

Postopek glasom izuma obstoja torej v tem, da se pusti delovati v toplem stanju na berilijev hidrat, ki se nahaja prednostno v suhem stanju, plinska fluoro-vodična kislina, ki se nahaja v suhem stanju ali celo v stanju, ki ni vode prost, vendar tedaj z vlažnostjo, ki je vsekakor nižja od 20%.

To v plinskem stanju delujočo fluoro-vodično kislino pustimo delovati prednostno v zaprti posodi, ki je napolnjena s tem plinom pod pritiskom ali brez pritiska, in v množini, ki je enaka ali večja od množine, ki je potrebna za fluoridacijo berilijevega hidrata, ki se ga uporablja. Na ta

način se doseže na pol nepretrgana produkcija berilijevega fluorida.

Fluoro-vodično kislino moremo pustiti delovati tudi v obliki nepretrganega plinskega toka, vsled česar se da izvršiti operacija na posebno zanimiv način, ki vsebuje nepretrgano delovanje plinskega toka in daje nepretrgano produkcijo berilijevega fluorida. Sicer se pa more v tem slučaju prav tako dovajati v protitoku enakomerno in nepretrgano berilijev hidrat $\text{Be}(\text{OH})_2$.

Tudi se more učinek fluoro-vodične kisline ojačati s tem, da se jo podvrže pritisku; dejanski se vrši operacija — radi dobro znanih fizikalno-kemičnih zakonov o ravnotežju reakcij — pod posebno uspešnimi pogoji, če se nahaja fluorovodična kislina pod pritiskom z ozirom na hidrat ali berilijev oksid.

Operacija se da prav tako vršiti s suhim hidratnim berilijevim oksidom, ki se je preje komprimiral (kar dopušča zmanjšanje prostornine posode in zmanjšano porabo toplotne energije).

Na podlagi izuma se je dalje ugotovilo, da je v mnogo primerih koristno izvršiti operacijo v navzočnosti ogljikovega dioksida CO_2 , da se zagotovi evakuacija vodne pare; navzočnost plina CO_2 je najbolj primerno sredstvo, da se z gotovostjo izognemo tvorjenju oksid-fluorida.

Kar se tiče temperature, katere se je treba držati, je priporočljivo, da se vrši reakcija pri visoki temperaturi, pri čemer je treba paziti na to, da radi premočnega dviga temperature ne nastane izhlapeva-

nje tvorečega se berilijevega fluorida. Temperatura se more celo znižati pod temperaturo tališča berilijevega fluorida, tako da se pridobi slednji v zrnatem ali gobastem, vendar ne tekočem stanju. V večini primerov je svetovati, da se vrši operacija pri temperaturi, ki je nižja od 700 - 750° C.

Koristno je, da se uporabljajo za izvršitev operacije posode (cevi, peči ali druge posode), ki obstojajo ali so zaščitene z materialom kot so n. pr. fluorit CaF_2 in/ali berilijev oksid, ki se nahajajo v takem stanju oziroma se obdelavajo termično na tak način, da tvorijo posebno nepremočljivo in kompaktno telo ali oblogo posod, katere napravljajo nepremočljive in odporne proti učinku plinske fluoro-vodične kisline; z drugimi besedami, reakcija se vrši v posodah, ki so opremljene oziroma napravljene iz materiala, pri katerem radi njegove narave in/ali njegove priprave ne obstoja nevarnost, da bi razpadel ali se poslabšal vsled delovanja plinske fluorovodične kisline, pri čemer je material take kakovosti, da se tvorjeni berilijev fluorid ne onečisti z drugimi spojinami, ki bi se tvorile.

Koristno je pripomniti, da se more v izvestnih posebnih slučajih, — zlasti takrat, če se naj sprostí berilijev fluorid v navzočnosti enega ali več fluoridov drugih kovin, posebno kovin, ki so določene, da se vežejo z berilijem — vršiti operacija tudi v okolici, ki ni odporna napram fluoro-vodični kislini, na način, da se sprostijo fluorid ali fluoridi drugih kovin, ki prihajajo v poštev. Tako je podana možnost uporabe materiala, ki je sposoben, da na njega deluje plinska fluoro-vodična kislina pri reakcijski temperaturi.

Ravno tako se more, v svrhu, da se izvrši v eni in isti operaciji produkcija berilijevega fluorida in fluoridov drugih kovin, izvršiti reakcija s HF z mešanico raznih oksidov, na način, da se sprostijo istočasno z berilijevim fluoridom tudi fluoridi, ki odgovarjajo tem raznim oksidom.

Kot primer za izvršitev postopka glasom izuma, ki pa nima limitativnega značaja, se je pustilo delovati na suhi berilijev hidrat, ki se ga je dalo v cev iz fluorita (ki se ga more nadomestiti ravno tako z berilijem), ki je bila segreta do reakcijske

temperature 700-750° C, plinsko fluoro-vodično kislino, kakršna izhaja iz običajnih naprav za nje pridobivanje; potom ko se je reakcija vršila tekom željenega števila ur, ki je bilo odvisno od hitrosti plinske fluorovodične kisline, se je dosegla prevedba vsega hidratnega berilija v berilijev fluorid, ki je bil vode prost in brez oksida in ki se je nahajal v obliki trdnih zrn. V tem primeru se je dovajala plinska fluoro-vodična kislina v suhem stanju, vendar ni potrebno, da je ta plin suh; reakcija bi se vršila tudi, če bi bil plin, ki pride v dotik z oksidom, vlažen pri koncentraciji 80 do 81% HF pri zgoraj navedeni temperaturi.

Patentni zahtevi:

1.) Postopek za industrijsko pridobivanje berilijevega fluorida, ki je vode prost in brez oksida, označen s tem, da se pusti delovati, v toplem stanju, plinsko fluoro-vodično kislino v suhem stanju ali z vlago, ki je manjša od 20%, na berilijev hidrat.

2.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se, v svrhu ojačenja učinka fluoro-vodične kisline, pusti slednjo delovati pod pritiskom.

3.) Postopek po zahtevih 1.) in 2.), označen s tem, da se predhodno komprimira suhi berilijev hidrat.

4.) Postopek po zahtevih 1.) do 3.), označen s tem, da se pusti delovati plinsko fluoro-vodično kislino pri temperaturi, ki je nižja od temperature tališča berilijevega fluorida.

5.) Postopek po zahtevih 1.) do 4.), označen s tem, da se vrši reakcija fluoro-vodične kisline na berilijev hidrat v napravi kot n. pr. v cevi, peči ali drugi posodi, ki je obložena ali izdelana iz materiala kot so fluorit in/ali berilij, ki je bil po potrebi preje tako obdelan, da se je zagotovila nepremočljivost in odpornost posode proti učinkovanju plinske fluoro-vodične kisline.

6.) Postopek po zahtevih 1.) do 5.), označen s tem, da se reakcija vrši v navzočnosti ogljikovega plina.