

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠТИTU



INDUSTRISKE SVOJINE

IZDAN 1. DECEMBRA 1926.

KLASA 12 (3)

PATENTNI SPIS BR. 3969.

Albert Fritz Meyerhofer, Zürich.

Postupak za izradu silicijumfluorovodonične kiseline i njenih soli.

Prijava od 21. jula 1924.

Važi od 1. jula 1925.

Za izradu silikofluorovodoničnih kiselina i silikofluorovodoničnih soli su poznati samo vrlo zametni postupci, koji se prema radu teško uvođe i neekonomični su. Mahom ima da predhodi dobijanje fluorovodonične kiseline tako da se u izvesnoj meri sve teškoće za izradu fluorovodonične kiseline i za radjenje u dobijanju silikofluorovodonične kiseline i njenih soli tu uzimaju u obzir.

Ovaj pronađenak otvara jedan opšte upotrebljivi put, da se kako silikofluorovodonična kiselina tako i njene soli, pa i opšte kompleksne fluorovodonične kiseline i njihova jedinjenja proizvode neposredno iz komponenta.

On se sastoji u tome, što se fluorova so u prisustvu jedne kiseline pretvara u silicijumfluorid, pri čemu je prisutna za stvaranje soli jedna rastvorljiva so baze, koja treba da se sjedini sa silikofluorovodoničnom kiselinom.

Mesto da se počne sa silicijumfluoridom, može da se uvede i drugo jedinjenje silicijuma na pr. siliciska kiselina ili silikat. Ovi se u prisustvu jedne rastvorljive soli baze i kiseline, koje treba da se sjedine sa silikofluorovodoničnom kiselinom pretvaraju u fluorovu so.

Kod kompleksnih fluorovih kiselina i soli uvodi se prosti na mesto silicijumfluorida odgovarajući fluoridi ili jedinjenja kompleksnog dela.

Za ubrzavanje pretvaranja reakcija se izvodi pod pritiskom odn. pod pritiskom i pri visokim temperaturama. Nestabilna jedinjenja, koja postaju pri pretvaranju, mogu da se odvoje destilisanjem.

Dalje, radi se sa čvrstim početnim materi-

jama ili sa tako malo rastvorljivog sresiva, da rastvaranje supstancija, koje dejstvuju i koje su postale, ne može da se vrši. Onda se silikofluorovodonična kiselina po sebi a i kod izrade soli, stvara u izvesnoj meri u procesu iz pojedinačnih delova.

Za stvaranje kiseline preradjuju se na pr. silicijumfluorid, kao fluorid, kalcijumov fluorid pošto je uvek potreban fluorid jednog metala, koji daje lako nerastvorljive soli, i kiselina kao sumporna kiselina, pri čemu se reakcija vrši prema sledećoj formuli:

$\text{Ca F}_2 + \text{Si F}_4 + \text{H}_2 \text{SO}_4 = \text{Ca SO}_4 + \text{H}_2 \text{Si F}_6$

za jednu kompleksnu fluorovodoničnu kiselinsku sledeća formula prestavlja tok reakcije:

$\text{Ca F}_2 + 2\text{B F}_2 + \text{H}_2 \text{SO}_4 = \text{Ca SO}_4 + 2\text{HBF}_4$.

Ovaj način rada znači bitnu uštedu kiseline za razlaganje.

Sledeći primer u brojevima objašnjava radnju. U jednom kotlu zalivenom olovom i sa zatvorenim poklopcom uspu se 7 kgr. kalcijumfluorida i 400 kgr. 25%-ne sumporne kiseline. U smešu se pri zagrevanju unose 104 kgr. silicijumfluorida. Po svršetku reakcije dobivena smeša se ispušta. Iz nje se posle filtriranja dobijaju stvoreni (125 kgr.) kalcijum sulfata, 425 kgr. 31%-ne silikofluorovodonične kiseline.

Prema do sad opšte uobičajenom načinu prestavljanja silikofluorovodonične kiseline, novi postupak ima bitne koristi.

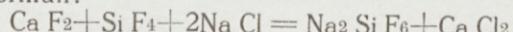
Prestavljanje kiseline se vrši u jednom radnom hodu, dok je do sad za to bilo potrebno dobijanje fluorovodonične kiseline destilisanjem i zasićavanjem ove kiseline siliciskom kiseli-

nom. Usled uprošćenog rada sleduje izvanredna ušteda u vremenu i aparatima.

Za izradu silikofluorovodoničnih ili kompleksnih fluorovodoničnih soli treba da se kaže i sledeće.

Silikofluorovodonična kiselina potiče iz gočog silicijumfluorida ili postaje iz siliciske kiseline odn. njenih soli. Ako se radi sa silicijumfluoridom, to je kiselina koja treba da se doda, potrebna samo kao dodirna supstancija (katalizator) i neznatne količine su dovoljne.

Čak je moguće da se prodje sasvim bez kiseline, pri čemu proces teče po sledećoj formuli:



Kao što je već nagovušeno u svima slučajevima je najpodesniji kalcijumov fluorid, koji kao lako pristupačan mineral prestavlja najjeftiniju početnu komponentu za fluorov sastavni deo. Uopšte treba da se da prvenstvo nerastvorljivom fluoridu, u koliko je i fluorid u postupku pomoći deo.

Siliciska kiselina može da se uvede u svakom poznatom obliku, ali naročito kao reakcionala siliciska kiselina, na pr. kao precipitirana siliciska kiselina kao belutkova zgrada u obliku otpadnog produkta dri izradi ilovače i ilovačne soli.

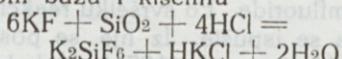
Ali ona može da se upotrebi ne samo kao takva, već i u jednom jedinjenju kao so siliciske kiseline ili silikat, pri čemu onda naročita metalna so nije potrebna, ako je siliciska kiselina vezana sa bazom, koja treba da se pretvori u silikofluorovodoničnu so.

Da je hlorovodonična kiselina naročito podesna, trebalo je da se nagovesti već gornjim primerom. Isto su tako povoljne kisele soli kao i metalni hloridi za rastvorljive sone komponente.

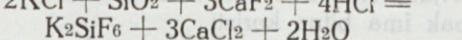
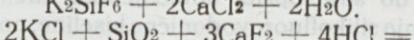
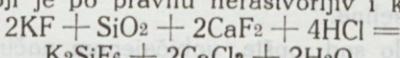
Pri izradi kompleksne fluoro-soli menja se postupak samo u toliko, što se upotrebljavaju komponente kompleksnih fluorovodoničnih kiselina, tako na mesto siliciske kiseline dolazi onaj metalni oksid ili metaloidni oksid, koji daje kompleksni sastavni deo odn. njegov fluorid zajedno sa fluorovodoničnom kiselinom ili šem toga još potrebnim nerastvorljivim fluroidom.

Tok ovog dela postupka objašnjava se sledećom formulom:

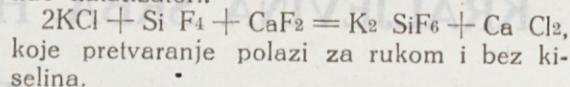
1. Rad sa fluroidom, koji već donosi slobom bazu i kiselinu



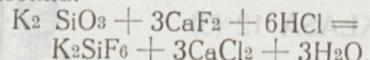
2. Rad sa rastvorljivom solju, fluoridom, koji je po pravilu nerastvorljiv i kiselinom



3. Rad sa silikofluorovodonikom, fluoridom i malim količinama kiselina, koje dejstvuju kao katalizatori.



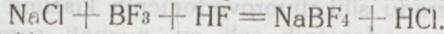
4. Uvodjenje siliciske kiseline u obliku jedne siliciske soli na pr. silikat, pri čemu su onda potrebni samo siliciska so, fluorid i kiselina.



Ovde treba da se umetne sledeći primer brojevima.

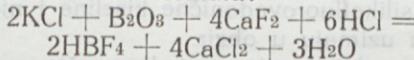
U 10 kgr. hlorovodonične kiseline ($d = 1,1$) 2, 3, kgr. kalcijumfluorida, 1, 2, kgr. kuhijske soli i 1 kgr. siliciske kiseline sa 60% nim SiO_2 . Smeša se više časova greje na 80° pod stalnim mešanjem. Po svršenom pretvaranju se silikofluorični natrijum isisa, bez hlorisa i suši. Dobit u silikofluoričnom natrijumu iznosi 1,7 kgr.

Kod izrade kompleksne fluoro-soli najprosliji je put taj, da se fluorovo jedinjenje kompleksnoga dela pusti da dejstvuje istovremeno sa fluorovodonikom na so bez baze, koja treba da se uvede. Pri tome se deo kiseline ove soli dobija kao slobodna kiselina.

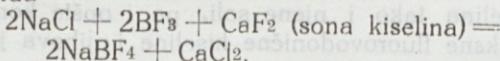


Ali pri tome se koristi postupka ne izvršuju tako potpuno i stoga treba naročito nagnati puteve, kod kojih se fluorid zajedno preradijuje kao davaoc fluora.

Primer za uvodjenje kompleksnog dela kao oksida stvara formulu:



a za izvodjenje kompleksnog dela kao fluorida



U poslednjem slučaju kiselina je opet samo dodirna supstancija i prevaranje je moguće i bez kiseline.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za izradu silikofluorovodonične kiseline i njenih soli, naznačen time, što se fluorna so u prisustvu jedne kiseline pretvara u silicijumfluorid.

2. Oblik izvodjenja postupka po zahtevu 1, naznačen time, što je prisutna jedna nerastvorljiva so baze, koja treba da se sjedini sa silikofluorovodoničnom kiselinom.

3. Oblik izvodjenja postupka po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se fluorova so u prisustvu jedne rastvorljive soli baze i kiseline, koja treba da se sjedini sa silikofluorovodoničnom kiselinom pretvara u silicisku kiselinu ili u danom slučaju u silikate.

4. Oblik izvodjenja postupka po zahtevu 1 do 3, naznačen time, što se komponente

kompleksnih fluorovodoničnih kiselina upotrebljavaju, radi stvaranja ovih kiselina ili njihovih soli.

5. Oblik izvodjenja postupka po zahtevu 1 do 4, naznačen time, što se za stvaranje silikofluorovodoničnih kiselina postave da dejstvuju jedno na drugo fluorid kalcijumov ili neki drugi fluorid, silicijumfluorid i jedna kiselina, naročito sumporna kiselina.

6. Oblik izvodjenja postupka po zahtevu 1 do 5, naznačen time, što se postave da dejstvuju jedno na drugo u prisustvu hlorovodonične kiseline jedan fluorid, siliciska kiselina ili silicijumov fluroid i hlorid metala, čija silikofluorovodonična so treba da se proizvede.

7. Oblik izvodjenja postupka po zahtevu 1 do 6, naznačen time, što se stave da zajedno dejstvuju neposredno, jedan fluorid, silicijumfluorid i jedna lako raspadljiva so, kao hlorna so metala, čija silikofluorovodonična so treba da se proizvede.

8. Oblik izvodjenja postupka po zahtevu 1 do 4 i 6, naznačen time, što se stave da dejstvuju jedno na drugo u prisustvu kiseline naročito hlorovodonične kiseline, jedan fluorid i siliciska so onoga metala, čija silikofluorovodonična so treba da se proizvede.

9. Oblik izvodjenja postupka po zahtevu 1 do 8, naznačen time, što se siliciska kiselina uvodi kao aktivno, što je moguće više bez vode, dakle vrlo sposobno za reakciju, jedinjenje.

10. Oblik izvodjenja postupka po zahtevu 1 do 9, naznačen time, što se reakcije vrše pod pritiskom, odn. pod pritiskom i pri većoj temperaturi.

11. Oblik izvodjenja postupka, prema zahtevu 1 do 10, naznačen time, što se pretvaranja vrše sa čvrstim početnim materijama ili u prisustvu same tečnosti, koja nedostaje rastvoru.
