



KONUNGARIKET SVERIGE PATENT

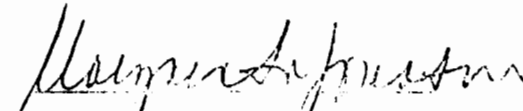


MED STÖD AV PATENTLAGEN HAR PATENT ENLIGT BIFOGADE
PATENTSKRIFT MEDDELATS AV

KUNGL PATENT- OCH REGISTRERINGSVERKET

STOCKHOLM DEN 25. NOVEMBER 1962

I TJÄNSTEN


Margareta Jonason

Patentskrift anger särskilt vem som är uppfinnaren, om denne icke är identisk med patenthavaren.

SVERIGE

(12) UTLÄGGNINGSSKRIFT

(IB) (21) 7712594-6

(19) SE

(51) Internationell klass⁹

G 01 F 7/56



PATENTVERKET

(44) Ansökan utlagd och utläggningskriften publicerad 82-08-16

(11) Publiceringsnummer

424 854

(41) Ansökan allmänt tillgänglig 78-05-23

(22) Patentansökan inkom 77-11-08

(24) Löpdag

Ansökan inkommen som

svensk patentansökan

(62) Stamansökans nummer

fullföljd internationell patentansökan med nummer

(86) Internationell ingivningsdag

(86) Ingivningsdag för ansökan om europeiskt patent

omvandlad europeisk patentansökan med nummer

(30) Prioritetsuppgifter

76-11-22 BG 347/85

(styrkta)

(71) Sökande: EZNPK PO CHIMIA I CHIMIKO-TEHNITSCHESKI, PROBLEMI, SOFIA, BG

(72) Uppfinnare: H S Dobrev, D T Stojschew och I I Pechlivanova, Sofia

(74) Ombud: AWAPATENT AB

(54) Benämning: Sätt att framställa pentahydroxidialuminiumklorid, $Al_2(OH)_5Cl(H_2O)_{2-3}$

(45) PATENT MEDDELAT

1982-11-25

KP. 3 A4 enligt SIS 61 30 13 115 11975 ALIF 1 1981 104

Föreliggande uppfinning hänför sig till ett sätt framställa pentahydroxidaluminiumklorid.

Pentahydroxidaluminiumklorid används för rening av vatten, i läkemedel, inom silikatindustrin etc.

De kända sätten att framställa pentahydroxidaluminiumklorid kan indelas i två grupper:

1. Sätt vid vilka aluminiummetall används.
2. Sätt vid vilka aluminiumföreningar används.

Ett känt sätt att framställa pentahydroxidaluminiumklorid innebär att uppvärma aluminiummetall med klorvätesyralösning i 5-6 h och därefter filtrera, koncentrera och torka den erhållna lösningen för att erhålla föreningen $\text{Al}_2(\text{OH})_2\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})_{2-3}$. Sättet har nackdelar - det är tidskrävande och periodiskt, kräver syrafasta högtemperaturreaktorer och fränskiljer avfallsmängder av aluminiummetall. Dessutom fränskiljes huvudmängden av bildat väte vid sättets början med hög och oreglerbar hastighet, vilket försvårar arbetet i vad avser säkerhetsproblem.

Enligt ett annat känt sätt att framställa pentahydroxidaluminiumklorid behandlas aluminiummetall med 5-15 % klorvätesyra, sker reaktionen i frånvaro av luft och i en kontinuerlig reaktorns övre sektion med aluminiummetall och klorvätesyra, varvid

den färdiga lösningen föres genom undre sektionen av reaktorn. Den fränskilda klorvätesyran återflödas till reaktorn.

Nackdelarna av detta sätt är att det nödvändiggör syrabeständighet vid högttemperaturapparater, skapar betydande teknologiska problem för att säkerställa frånvaro av luft under kontinuerlig strömning av aluminiummetall med låg densitet (skivor) in i reaktorn samt användningen av återflödesanordning. Ovan nämnda nackdelar gör sättet praktiskt olämpligt för massproduktion. En annan nackdel är att relativt stora aluminiummetallstycken inte kan bearbetas vid användning av emalj- eller glasapparat på grund av risken för sprickbildning eller bristning.

Vidare är elektrokemiska sätt att framställa pentahydroxidialuminiumklorid kända genom elektrolys av klorvätesyralösning med användning av aluminiumelektroder, genom elektrolys av aluminiumkloridlösning med kolelektrod som katod och aluminiumelektrod som anod eller genom elektrolys av aluminiumkloridlösning med anjon- och katjonbyttardiafragmor. Nackdelarna av dessa sätt är nödvändigheten att pålägga yttre elektrisk ström för driften samt användningen av speciell apparat.

Den andra gruppen inbegriper sätt att framställa pentahydroxidialuminiumklorid genom att bringa aluminiumhydroxid, som utfällts enligt en speciell teknologi och har ett bestämt ursprung, disperensionsförmåga och struktur, med klorvätesyra eller aluminiumklorid såväl som genom hydrolys av aluminiumklorid med natriumhydroxid eller vattenånga eller genom att bringa bauxit att reagera med klorvätesyra- och fluorvätesyralösningar. Nackdelarna av dessa sätt är det stora antalet tidskrävande operationer samt den komplicerade teknologin.

Ändamålet med uppfinningen är att åstadkomma ett effektivt, kontinuerligt och accelererat sätt, som använder enkel installation, för industriell framställning av pentahydroxidialuminiumklorid, vilket sätt lätt kan regleras och kontrolleras.

Enligt föreliggande uppfinning löses problemet genom att reagera aluminium med klorvätesyra under inre elektrolys, varvid aluminiummetallen bildar anoden och det austenitiska kromnickelstålet katoden. Katoden har formen av ett reaktionskärl och är tillverkat av exempelvis rostfritt stål X18H10F. Reaktionen genomföres vid 30-105°C och fortsätter utanför reaktorn efter uttömning av den flytande fasen, som innehåller fink dispergerad aluminiummetall, för erhållande av $Al_2(OH)_5Cl$ -lösning och efter torkning av den senare föreningen $Al_2(OH)_5Cl \cdot (H_2O)_{2-3}$.

Fördelarna av sättet enligt uppfinningen är den signifikanta processhastigheten, den höga produktiviteten per reaktionsvolymenhet, möjligheterna till ett lätt reglerat och kontrollerat förfarande, den gradvisa och reglerbara separationen av väte, utnyttjandet av aluminium i full utsträckning, användningen av enkel teknologi, processen kräver icke yttre elektrisk ström samt ingen begränsning på lufttillträdet. Apparaten kan vara tillverkad av rostfritt stål, t ex X18H10T, beständigt mot klorvätesyra. Aluminiummetall kan användas i form av tråd, skivor, plåt eller oregelbundna stycken med olika storlekar.

EXEMPEL 1

200 g aluminiumspån placerades i ett cylindriskt kärl av rostfritt stål, (X18H10T) med följande dimensioner: innerdiameter 150 mm; höjd 160 mm; vägg tjocklek 3 mm. Spånen pressades för att bringas i kontakt med kärlet, 1 liter 5 % klorvätesyralösning tillsattes och massan värmdes gradvis till 90°C. Uttömningen av den flytande fasen från kärlets undre sektion började 30 min senare, varvid reaktorn samtidigt matades med klorvätesyra med en hastighet av 400 ml/h. Övre sektionen matades periodvis med aluminiummetall i mängder motsvarande de under reaktionen förbrukade. Den flytande fasen, som lämnade reaktorn, innehöll 16,2 % $\text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl}$, vilket 20 h senare ökade till 18,1 %. Utbytet av $\text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl} \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ efter torkning av lösningen var 117 g/h.

EXEMPEL 2

1 ton avfallsplätaluminium placerades i en reaktor av rostfritt stål (X18H10T), värmdes med vattenånga och pressades med användning av en vikt för att bringas i kontakt med reaktorväggarna, varefter 8 m³ vatten tillsattes. Sedan temperaturen stigit till ungefär 60°C började reaktorns mellansektion matas med en hastighet som säkerställde måttlig separation av väte. 4 h senare nådde systemets temperatur 95°C. Utbytet efter 48 h motsvarade 5 m³ lösning med densitet av 1,320, pH = 3,9, Al_2O_3 -halt = 19,89 %, Cl-halt = 8,5 %, molförhållande $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cl} = 0,81$, $\text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl} \cdot 2,5 \text{H}_2\text{O}$ -halt = 42,6 %. Efter 24 h lagring spraytorkades lösningen för att erhålla 3 ton av ett ämne med en Al_2O_3 -halt av 45,4 % och Cl-halt av 17 %.

Det oreagerade aluminiumet i reaktorn användes i följande cykel.

PATENTKRAV

1. Sätt att framställa pentahydroxialuminiumklorid, $\text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})_{2-3}$, från aluminiummetall, form av spån, tråd, plåt, granuler eller oregelbundet formade stycken av olika storlek, samt klorvätesyra, k ä n n e t e c k n a t därav, att reaktionen mellan aluminium och klorvätesyra genomföres i en galvanisk cell med austenitiskt kromnickelstål som katod och aluminiummetallen som anod.

2. Sätt enligt kravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att katoden föreligger i form av ett reaktionskärl.

ANFÖRDA PUBLIKATIONER:

DE 1 174 751 (C01F 7/48), 2 048 273 (C01F 7/56)