

SF-507



SUOMI-FINLAND

PATENT Nr 61018

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

har med stöd av patentlagen den 15 december 1967 jänfte däri senare förelagna ändringar denna dag meddelat i bifogade patentskrift angivet patent. Uppllysning om patentinnehavare, uppfinningens benämning och patentansökningens ingivningsdag finns på patentskriftens första sida



Helsingfors, den 10. 5. 1987

Harjo A. Forsman

Överförmyndare



[B] (11) **KUULUTUSJULKAISU** 61018
UTLÄGGNINGSSKRIFT

(45) 11 5 1982

(51) Kvitt. Pat. Cl. 3 C 01 F 7/56

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patentihakemus — Patentsökning 773322
(22) Maksuspäivä — Ansökningsdag 07.11.77
(23) Aikaväli — Giltighetsdag 07.11.77
(41) Tulokseen julkaistiin — Blivit offentlig 23.05.78
(44) Näyttökäsitteen ja kuulutuksen pvm. —
Ansökan utlagd och utskriften publicerad 29.01.82
(32)(33)(34) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet 22.11.76
Bulgaria-Bulgarien(BG) 34735

- (71) EZNPK po Chimia i Chimiko-Technologitscheski Problemi, Akademik G. Bontschev-Str., Bl.V., Sofia, Bulgaria-Bulgarien(BG)
- (72) Hristo Stefanov Dobrev, Sofia, Dimiter Trendafilov Stojstchev, Sofia, Ivanka Ivanova Pechlivanova, Sofia, Bulgaria-Bulgarien(BG)
- (74) Oy Kolster Ab
- (54) Menetelmä pentahydroksidialumiinikloridin valmistamiseksi - Förfarande för framställning av pentahydroxidialuminiumklorid

Keksintö koskee menetelmää pentahydroksidialumiinikloridin valmistamiseksi.

Pentahydroksidialumiinikloridia käytetään vesien puhdistuksessa, lääketieteessä, silikaattiteollisuudessa jne.

Nykyiset pentahydroksidialumiinikloridin valmistusmenetelmät voidaan erottaa kahdeksi ryhmäksi:

1. Alumiinimetallia käyttävät menetelmät.
2. Alumiiniyhdisteitä käyttävät menetelmät.

Tunnetaan pentahydroksidialumiinikloridin valmistusmenetelmä, jossa alumiinimetallia ja kloorivetyhappoliuosta kuumennetaan 5-6 tuntia yhdisteen $Al_2(OH)_2Cl(H_2O)_{2-3}$ saamiseksi. Menetelmään liittyy haittoja. Prosessi vaatii aikaa ja toimii jaksottaisesti, se edellyttää korkeissa lämpötiloissa haponkestäviä reaktoreita ja muodostaa alumiinimetallijätteitä. Lisäksi reaktiossa muodostuvan vedyn pääosa vapautuu prosessin alussa suurella ja kontrolloimattomalla nopeudella, mikä turvallisuuksista monimutkaistaa työskentelyä.

Toisessa tunnetussa pentahydroksidialumiinikloridin valmistusmenetelmässä alumiinimetallia käsitellään 5-15-% kloorivetyhapolla reaktion tapahtuessa ilma poissuljettuna. Tällöin alumiinimetallia ja kloorivetyhappoa syötetään jatkuvasti reaktorin yläosaan ja valmi liuos poistetaan reaktorin alaosasta. Haihtunut kloorivetyhappo palautetaan palautusjäähdyttäjän kautta reaktoriin.

Menetelmän eräs haitta on, että se vaatii korkeissa lämpötiloissa haponkestäviä laitteita, ja ilman poissulkemiseen syötettäessä jatkuvasti pienen tiheyden omaavaa alumiinimetallia (lastuja) reaktoriin liittyy reknisiä ongelmia, eräs haitta on myös palautusjäähdyttimen käyttö. Yllä mainitut haitat estävät käytännössä menetelmän käytön teollista tuotantoa varten. Menetelmän lisähaittana on, että emali- tai lasilaitteistossa ei voida käsitellä suurehkoja alumiinimetallipaloja säröily- tai rikkoutusmisvaaran vuoksi.

Tunnetaan myös sähkökemiallisia menetelmiä pentahydroksidialumiinikloridin saamiseksi elektrolysoimalla kloorivetyhappoliuosta käyttäen alumiinielektrodeja, elektrolysoimalla alumiinikloridiliuosta käyttäen ketodina hiilielektroodia ja anodina alumiinielektroodia tai elektrolysoimalla alumiinikloridiliuosta käyttäen anionin- ja kationinvaihtodiafragmaa. Näiden menetelmien haittoja ovat ulkoisen sähkövirran käyttö ja erikoislaitteet menetelmien toteuttamiseksi.

Pentahydroksidialumiinikloridin valmistusmenetelmissä, joissa käytetään alumiiniyhdisteitä, annetaan alumiinihydroksidin, joka on saostettu erikoismenetelmin ja joilla on määrätty dispersioaste ja rakenne, reagoida kloorivetyhapon tai alumiinikloridin kanssa, hydrolysoidaan alumiinikloridia natriumhydroksidilla tai vesihöyryllä tai annetaan bauksiitin reagoida kloorivety- ja fluorivetyhappoliuosten kanssa. Näiden menetelmien haittoja ovat tekniset aikaavievät vaiheet ja monimutkaiset tekniset toiminnat.

Keksinnön tarkoituksena on kehittää tehokas, jatkuvatoiminen ja nopeutettu menetelmä käyttäen yksinkertaista laitteistoa pentahydroksidialumiinikloridin valmistamiseksi teollisessa mittakaavassa, jolloin menetelmä on helposti kontrolloitavissa ja säädettävissä.

Keksinnön mukaisesti ongelma ratkaistaan antamalla alumiini reagoimaan kloorivetyhapon kanssa käyttämättä ulkoista sähkövirtaa saattamalla alumiinimetalli kosketukseen rustonettien krominikkeliteräksen kanssa, jolloin alumiinimetalli toimii anodina ja rustonettinen krominikkeliteräs katodina. Katodina on reaktiivista ja se on valmistettu esim. ruostumatonta terästästä X 4000. Reaktio suoritetaan

tetaan lämpötilassa 30° - 105° ja se jatkuu reaktorin ulkopuolella hienojakoiseksi dispergoitunutta alumiinimetallia sisältävän nestefaasin poistamisen jälkeen, kunnes saadaan $\text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl}$ -liuos, josta kuivaamalla saadaan yhdiste $\text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl} \cdot (\text{H}_2\text{O})_{2-3}$.

Menetelmän keksinnön mukaisia etuja ovat perossessin merkittävä nopeus, reaktiutilavuusyksikön suuri tuotantokyky, mahdollisuus jatkuvatoimiseen, helposti kontrolloitavaan ja säädettävään prosessiin, vedyn asteettainen ja kontrolloitavissa oleva erottaminen ja alumiinin maksimaalinen käyttö yksinkertaistetun teknisen toiminnan avulla, jolloin prosessissa ei tarvita ulkoista sähkövirtaa ja ilman poissulkeminen ei ole tarpeen. Laitteet voidaan valmistaa ruostumattomasta teräksestä, esim. X18H10T, joka kestää kloorivetyhappoa. Alumiinimetallia voidaan käyttää lankana, lastuna, levynä tai säännöttöminä, kooltaan vaihtelevina paloina.

Seuraavat esimerkit kuvaavat keksinnön mukaista menetelmää.

Esimerkki 1

Lisättiin 200 g alumiinilastuja lieriömäiseen, ruostumattomasta teräksestä (X18H10T) valmistettuun astiaan, jonka mitat olivat: sisähalkaisija 150 mm, korkeus 160 mm ja seinämän paksuus 3 mm. Lastuja puristettiin niiden saattamiseksi kosketukseen astian kanssa, lisättiin 1 l 5-% kloorivetyhappoliuosta ja massaa kuumennettiin vähitellen 90°C :een. Kolmenkymmenen minuutin kuluttua nestefaasi poistettiin astian alaosasta ja samalla reaktoriin syötettiin kloorivetyhappoa nopeudella 400 ml/h. Yläosaan syötettiin jaksottain reaktiokulutusta vastaavia määriä alumiinimetallia. Reaktorista poistettu nestefaasi sisälsi 16,2 % $\text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl}$:ää, joka 20 tuntia myöhemmin kohosi 18,1 %:iin. Kuivatun $\text{Al}_2(\text{OH})_5 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$:n tuotto tapahtui nopeudella 117 g/h.

Esimerkki 2

Lisättiin 1 tonni alumiinilevyä ruostumattomasta teräksestä (X18H10T) valmistettuun reaktoriin. Kuumennettiin höyryllä, täytteen päälle asetettiin paino sen saattamiseksi kosketukseen reaktori-seinämän kanssa ja lisättiin 8 m^3 vettä. Kun lämpötila oli kohotettu n. 60°C :een aloitettiin syöttö reaktorin keskiosaan nopeudella, jolla vedyn kehittyminen on kohtalaista. Neljä tuntia myöhemmin systeemin lämpötila oli kohonnut 95°C :een. Prosessin jatkuttua kaksi vuorokautta saanto oli 5 m^3 liuosta, jonka tiheys oli 1,320, pH 3,9, Al_2O_3 -pitoisuus 19,89 %; Cl-pitoisuus 8,5 %, moolisuhde $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cl}$ 0,81 ja $\text{Al}_2(\text{OH})_5 \text{Cl} \cdot 2,5 \text{H}_2\text{O}$ -pitoisuus 42,6 %. Vuorokauden varastoinnin jälkeen

liuos suihkukuivattiin ja saatiin 3 t tuotetta, jonka Al_2O_3 -pitoisuus oli 45,4 % ja Cl-pitoisuus 17 %. Reaktorissa oleva reagoimaton alumiini käytettiin seuraavassa jaksossa.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä pentahydroksidialumiinikloridin $Al_2(OH)_5Cl(H_2O)_{2-3}$ valmistamiseksi alumiinilastuista, -langasta, -levystä tai säännöttömistä, kooltaan vaihtelevista alumiinikappaleista tai rakeista jne. ja kloorivetyhaposta, t u n n e t t u siitä, että alumiinin ja kloorivetyhapon reaktio suoritetaan käyttämättä ulkoista sähkövirtaa alumiinin ollessa kosketuksessa austeniittisen krominikkeliteräksen kanssa.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että reaktioastia on austeniittista krominikkeliterästä.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av pentahydroksidialuminiumklorid $Al_2(OH)_5Cl(H_2O)_{2-3}$ från aluminiumspån, -tråd, -plåt eller oregelbundna aluminiumfragment eller -korn etc. av varierande storlek och klorvätesyra, k ä n n e t e c k n a t därav, att reaktionen mellan aluminium och klorvätesyra utförs utan användning av yttre elström så att aluminium är i kontakt med austenitiskt kromnickelstål.

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att reaktionskärlet är av austenitiskt kromnickelstål.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: USA(US) 3 891 745 (C O l f 7/56)

Patentlag

(15. 12. 67/550, 29. 12. 67/653, 2. 7. 71/575, 6. 6. 80/407)

40 §.

Meddelat patent kan upprätthållas intill dess 20 år förflutit från den dag då patentansökningen gjordes.

41 §.

För patent skall för varje år räknat från den dag patentansökningen gjordes (patentår) erläggas fastställd årsavgift, om annat ej stadgats med stöd av 73 §.

42 §.

Årsavgift skall erläggas senast första dagen av det patentår den avser. Årsavgift för patentår, som börjat innan patentet meddelats eller inom två månader därefter, förfaller dock först den dag då två månader förflutit efter patentets meddelande. Årsavgift må icke erläggas före patentets meddelande och ej heller tidigare än sex månader före patentårets början.

Innehas patentet av uppfinnaren och befinnes han ha avsevärd svårighet att erlägga årsavgift, må patentmyndigheten medgiva honom anstånd med årsavgifts erläggande under högst tre år från patentets meddelande, om han gör framställning därom senast den dag då årsavgift första gången förfaller. Avslås framställningen, skall avgift som erlägges inom två månader därefter anses erlagd i rätt tid.

Årsavgift må, med den förhöjning som må vara fastställd, erläggas inom sex månader efter patentårets ingång eller i fråga om patentår, som börjat innan patentet meddelats, efter sistnämnda tidpunkt. Årsavgift, med vars erläggande anstånd medgivits enligt 2 mom., må med angivna förhöjning erläggas inom sex månader efter den tidpunkt till vilken anstånd erhållits.

51 §.

Erlägges icke årsavgift enligt vad i 41 och 42 §§ stadgas, är patentet förfallet från och med ingången av det patentår för vilket avgiften icke erlagts.

- Obs. 1. *Årsavgiftens förfallodag* är den dag som motsvarar ansökningsdagen.
2. *Patentets nummer* bör vid avgiftens erläggande anges.