Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **1073**
(51) МПК C 01 F 7/58

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

(12) Описание изобретения

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

(21) 1801262
(22) 12.12.2018
(46) Бюл.159, 2020
(71)(73) Институт химии имени В.И. Никитина Академии наук Республики Таджикистан (TJ)
(72) Мирзоев Д.Х. (TJ); Отаев Ш.Д. (TJ); Аъзамов Ш.О. (TJ); Ятимов П.М. (TJ); Мирсаидов У. (TJ);

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ХЛОРИСТОГО АЛЮМИНИЯ В ДИЭТИЛОВОМ ЭФИРЕ**

(56) 1. Фурман, А.А. Неорганические хлориды / А.А Фурман. – М.: Химия, 1980. – 416 с.

2. Авторское свидетельство СССР №4482802/26 (22) от 15.08.1993. Бюл.М.30(71). Институт неорганической химии СО АН СССР. Автор К.А. Халдояниди.

3. Патент ФРГ №1237995, кл. C01F, опубл. 06.04.1967.

4. Патент Великобритании №141359, кл. C1A, опубл. 29.01.1969.

5. Аллен Стивенсон Рассел. Способ получения хлористого алюминия. Авторское свидетельство №772480.

(57) Изобретение относится к области неорганической химии и касается получения растворов хлористого алюминия высокой чистоты в среде диэтилового эфира и может быть использовано в различных областях химической промышленности.

Сущность изобретения заключается в том, что алюминийсодержащее сырьё (аргиллит и калиновую глину) предварительно измельчают в шаровой мельнице до размера частиц 0,1 мм и для удаления железа обрабатывают минеральными кислотами (HCl, H_2SO_4), затем обработанное сырьё смешивают с предварительно измельчённым углём и погружают в реактор для хлорирования. Смесь нагревается при температуре от 400 до 1000^oC, в реактор также подается газообразный хлор объемом 10-15 мл в минуту в течение 2 ч, затем образующийся хлорид алюминия охлаждается в холодильнике, далее хлорид алюминия поглощается в диэтиловом эфире. При хлорировании аргиллитов в диэтиловом эфире растворяется до 70% хлоридов алюминия, а при хлорировании каолиновых глин получается около 36-40% хлоридов алюминия.

Изобретение относится к области неорганической химии и касается получения растворов хлористого алюминия высокой чистоты в среде диэтилового эфира и может быть использовано в различных областях химической промышленности.

Известен способ получения безводного хлористого алюминия [1] непрерывным хлорированием металлического алюминия и последующим растворением в диэтиловом эфире по реакции:

$2Al+3Cl_2 \rightarrow 2AlCl_3 \rightarrow AlCl_3 \cdot Et_2O$ (эфират).

Известен способ получения хлористого алюминия взаимодействием раствора хлористого водорода в присутствии диэтилового эфира и металлического алюминия:

$HCl \cdot Et_2O$ (раствор) + $Al \rightarrow AlCl_3 \cdot Et_2O$.

Безводный диэтиловый эфир насыщают газообразным хлористым водородом до 3-5 М/л и перемешивают в течение 2-4 ч с металлическим алюминием, взятом в избытке [2].

Недостатками способов является использование дорогостоящих реактивов.

Известен способ получения хлористого алюминия, включающий предварительный подогрев оксида алюминия, хлорирование его в присутствии углерода при 450-800°С [3].

Известен также способ получения хлористого алюминия путём хлорирования алюминийсодержащего сырья, содержащего 50% α-оксида алюминия в присутствии восстановителя – углерода при 450-800°С [4].

Недостатками этих способов являются невысокая чистота продукта, в частности, содержание нелетучих веществ в готовом продукте достигает 16,7 вес.%.

Наиболее близким к предлагаемому способу по технической сущности и достигаемому результату является способ получения хлористого алюминия [5]. Указанное техническое решение достигается путём хлорирования глинозёма с содержанием α-оксида алюминия менее 5 вес.%, с удельной поверхностью не менее 10 $м^2/г$ при 450-800°С в присутствии восстановителя, в качестве которого используют смесь глинозёма с углеродом, содержащую менее 5 вес.% углерода, причём используют пропитанный углеродом глинозём.

Недостатком способа является невысокая чистота получаемого продукта.

Задачей данного изобретения является нахождение наиболее эффективного способа получения эфирных растворов хлористого алюминия.

Поставленная задача решается тем, что используются алюмосиликатные руды Таджикистана, которые являются доступным минеральным сырьём.

Сущность изобретения заключается в том, что алюминийсодержащее сырьё (аргиллит и каолиновые глины) предварительно измельчается в шаровой мельнице до размера частиц 0,1 мм и для удаления железа обрабатывается минеральными кислотами (HCl, H_2SO_4), затем обработанное сырьё смешивают с предварительно измельчённым углём и погружается в реактор для хлорирования. Содержание восстановителя (угля) в смеси составляет 30%. Размер частиц измельченного угля составляет 0,1 мм.

В реакторе смесь нагревается при температуре от 400 до 1000°С, в реактор подается газообразный хлор объемом 10-15 мл в минуту. Газообразный хлор предварительно пропускается через концентрированную серную кислоту для улавливания влаги и механических примесей в реакторе, смесь хлорируется в течение 2 часа и образующийся хлорид алюминия охлаждается в холодильнике, далее хлорид алюминия поглощается в диэтиловом эфире. При хлорировании аргиллитов в диэтиловом эфире растворяется до 70% хлоридов алюминия, а при хлорировании каолиновых глин получается около 36-40% хлоридов алюминия.

На Фиг 1 показаны использование $AlCl_3$ для различных нужд промышленности и сельского хозяйства.

На Фиг 2 показана схема установки для получения хлорида алюминия в диэтиловом эфире из алюмосиликатного сырья: 1 - баллон с хлором; 2 - склянка Тищенко для жидких поглотителей (концентрированный H_2SO_4); 3 - склянка Тищенко для твёрдых поглотителей; 4 - реометр для регулировки расхода газа; 5 – реактор, в котором находится смесь руды и восстановителя (угля); 6 - электрическая печь для нагрева при температуре 400-1000°С; 7 - термопара для показания температуры; 8 - холодильник для охлаждения до температуры 20-25°С; 9 - поглотитель с безводным диэтиловым эфиром.

В установке процесс хлорирования смесь алюмосодержащего сырья и восстановителя проводятся следующим образом: из баллона хлор подается в склянку Тищенко, где влага поглощается концентрированной серной кислотой; затем в склянку Тищенко для твердых поглотителей дополнительно улавливаются твёрдые примеси, при помощи реометра регулируется расход газа до 10-15 мл/мин; газ поступает в реактор, где хлорируется смесь руды и угля, электрическим печам нагревают от 400 до 1000°С, температура контролируется термопарой; далее хлористый алюминий охлаждается в холодильнике до температуры 20-25°С, затем поступает в поглотитель, в качестве поглотителя используется безводный диэтиловый эфир.

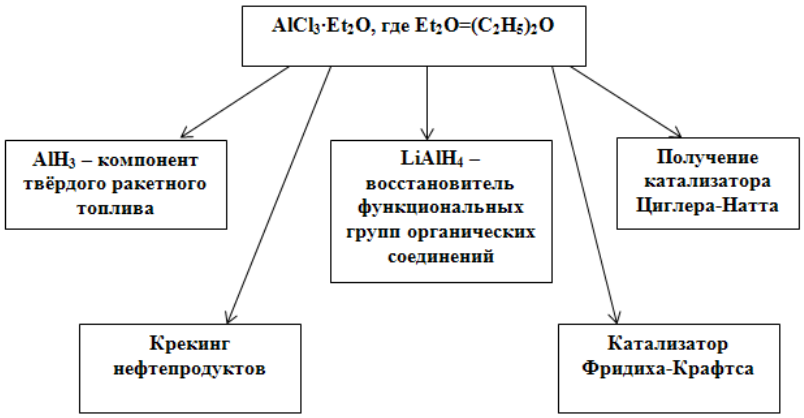
ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения хлористого алюминия, включающий хлорирование алюмосиликатного сырья в присутствии восстановителя (угля), **отличающийся тем, что** алюминий содержащее сырьё предварительно измельчают в шаровой мельнице до размера частиц 0,1 мм и для удаления железа обрабатывают минеральными кислотами (HCl, H_2SO_4), затем смешивают с предварительно измельчённым углём, и погружают в реактор для хлорирования, смесь нагревают при температуре от 400 до 1000°С, в реактор подают газообразный хлор объёмом 10-15 мл в минуту в течение 2 ч, полученный продукт охлаждают и направляют в поглотитель.

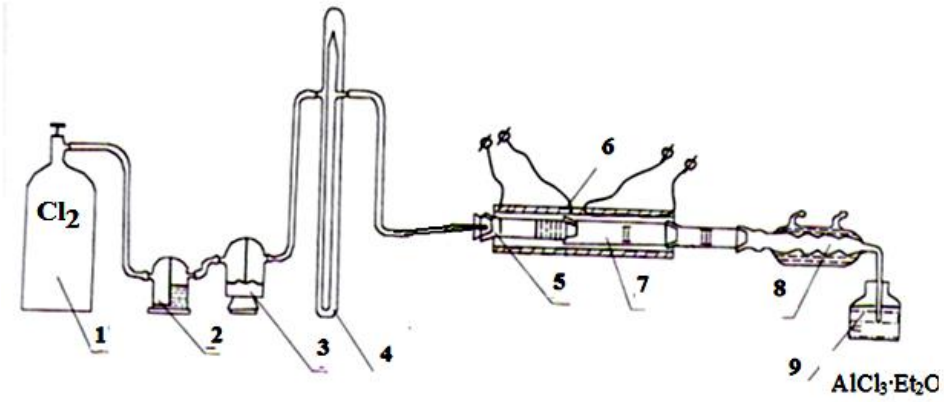
Способ по пункту 1, **отличающийся тем, что** в качестве алюминийсодержащего сырья используют минерал аргиллит, при хлорировании которого получают 70% хлористого алюминия.

Способ по пункту 1, **отличающийся тем, что** в качестве алюминийсодержащего сырья используют каолиновую глину, при хлорировании которой получают 36-40% хлористого алюминия.

Способ по пункту 1, **отличающийся тем, что** в качестве поглотителя используют безводный диэтиловый эфир.



Фиг. 1.



Фиг. 2

Компьютерный набор: Назарова Дж.Д.

Заказ Тираж Подписное
Национальный патентно-информационный центр РТ734042, г. Душанбе,
ул. Айни, 14а