



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ

ВЕДОМСТВО

(12) Описание изобретения

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 2201762

(22) 28.11.2022

(46) Бюл. 202, 2023

(71) Научно исследовательский институт ТНУ

(72) (73) Шеров Курбонали Мирзоалиевич (ТJ)

Гадоев Сухроб Шокирович (ТJ)

Файзуллозода Эркин Фатхулло (ТJ)

(54) СПОСОБ ХЛОРИРОВАНИЯ
КАЛЬЦИЯ

(56) 1. Р.А. Лидин, В.А. Молочко, Л.Л.

Андреева. Химические свойства

неорганических веществ. М. Химия. 2000. 480с.

2. Кетов, Л. Н. Хлорирование окиси кальция /
Л. Н. Кетов, В. В. Печковский, Л. П. Костин //
Исследования в области химии и технологии
минеральных солей и окислов: сборник
статей. – Москва; Ленинград: Наука, 1965. –
С. 202-207.(57) Изобретение относится к области химии и
может быть использовано для анализа металличе-
ского кальция и получения безводного хлорида
кальция.

3

Изобретение относится к области химии и может быть использовано для анализа кальция и получения чистого безводного хлорида кальция. Хлорид кальция применяется в химической, нефтехимической, нефтяной, нефтеперерабатывающей, лесной, деревообрабатывающей промышленности, в холодильной технике, в производстве люминофоров, в строительстве и эксплуатации автомобильных дорог, для борьбы с зимней скользкостью. Его используют в цветной металлургии для получения металлического кальция методом электролиза. Хлорид кальция используют в производстве хлористого бария. В настоящее время для получения хлорида кальция проводят хлорирование известняка путем растворения в соляной кислоте с последующей очисткой

2

Для хлорирования кальция использовали четыреххлористый углерод, который заранее был очищен методом конденсации холодных паров. Процесс хлорирования проводили в аналитическом автоклаве при температуре 240 ± 5 °С в соотношении масс кальция: четыреххлористый углерод = 1:30 – 1:40. В результате хлорирования образуется хлорид кальция и углерод, который удерживает примеси состава кальция. Изучены оптимальные условия хлорирования кальция с четыреххлористым углеродом. Проведен элементный анализ и рентгенофазовое исследование продуктов хлорирования. Предложенный способ можно использовать для получения безводного хлорида кальция. Полученный в результате хлорирования продукт можно использовать для анализа металлического кальция методом атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым источником возбуждения атомов.

1446

4

образующего раствора CaCl_2 и обезвоживании последнего [1]. Для этого сначала навески известняка растворяют в соляной кислоте, затем фильтруют полученный раствор. Нагревают полученный фильтрат до образования сухой соли. В результате образуется гексагидрат хлорида кальция $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, который расплывается на воздухе из-за энергичного поглощения влаги. Для высушивания и отделения кристаллизационной воды расплав нагревают при температуре 260 оС до образования сухой соли. В литературе имеются сведения о хлорировании CaO или CaCO_3 сухим способом. Хлорирование CaO четыреххлористым углеродом осуществляли аргоном, насыщенным парами CCl_4 . Навеску бра-

ли 0,7-1,0 г, расход хлорирующего агента в пересчете на хлор составляла 3-5 л/час [2]. Показано, что сначала происходит термическое разложение четыреххлористого углерода при температуре выше, чем 350 оС в течение 5 часов, а затем происходит хлорирование оксида кальция.

К недостаткам перечисленных способов относятся:

Сложности получения газообразного хлора;

Сложности техники хлорирования;

Относительно высокой температуры хлорирования.

Цель изобретения заключается в разработке способа хлорирования металлического кальция с применением хлорорганических соединений при повышенном давлении и температуры.

Сущность изобретения заключается в хлорировании металлического кальция парами четыреххлористого углерода. Хлорирование осуществляли в аналитических автоклавах при температуре реакционной смеси 240 ± 5 оС в соотношении масс кальций: четыреххлористый углерод 1:30-1:40 в течение $3,75 \pm 0,25$ ч с последующей охлаждением до комнатной температуры и отделение продукта реакции. В результате хлорирования образуется безводный хлорид кальция и углерод.

Преимущество этого способа заключается в том, что схема производства CaCl_2 значительно упрощается-выпадает стадии растворения, фильтрации, сушки и обезвоживания гексагидрата хлористого кальция. Хлорирование проводят при относительно низкой температуре с применением единственного реагента- четыреххлористый углерод.

Состав продуктов хлорирования определяли с помощью метода поглощения инфракрасного спектра на приборе IRAffinity-1.

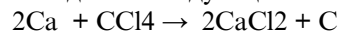
Результат элементного анализа продуктов хлорирования, проведенного на элементном CSNH-анализаторе vario micro cube показал, что в продуктах реакции имеется углерод. Результат рентгенофазового анализа полученных продуктов показал, что при хлорировании образуется CaCl_2 . В рентгенограмме не обнаружено линии, принадлежащие кристаллического углерода. Полученные результаты свидетельствуют о том, что при хлорировании кальция образуется CaCl_2 и аморфного углерода.

5

возможности загрязнения пробы примесями состава атмосферы лаборатории.

Пример 1. Навески металлического кальция массой $\sim 0,25$ г после измельчения помещают в однокамерную реакционную емкость аналитического автоклава и добавляют 5 мл хлорирующий реагент- четыреххлористый углерод, который заранее был очищен методом конденсации холодных паров. Реакционную емкость с содержимым закрепляют в металлический корпус автоклава и нагревают в течение 3,5-4,0 часов при 240 оС. Затем автоклав охлаждают до комнатной температуры и разгерметизируют. Отделяют продукт реакции от оставшегося в избытке четыреххлористого углерода.

Предполагается что хлорирование кальция происходит по следующим схемам:



Экспериментально было установлено, что при температуре менее чем 180°С процесс хлорирования не происходит. При увеличении температуры до 200 оС наблюдается начало процесс хлорирования, однако для полного хлорирования требуется намного больше времени. При повышении температуры до 240°С увеличивается скорость хлорирования.

Автоклавное хлорирование кальция исследовали в однокамерных и двухкамерных реакционных емкостях. Преимущества двухкамерных реакционных емкостях, по сравнению с однокамерных заключается в том, что после окончания процесса хлорирования и охлаждение автоклава непрореагировавший четыреххлористый углерод конденсируется на дне общей реакционной емкости, а твердый продукт хлорирования остается в стаканчике-вкладыше. При хлорировании в однокамерных реакционных емкостях твердый продукт реакции и жидкий непрореагировавший четыреххлористый углерод конденсируются на дне сосуда. Аморфный углерод, который образуется в результате хлорирования, обладает сорбционной способностью и удерживает примеси элементов состава кальция. Поэтому предложенный способ можно использовать для анализа металлического кальция. Для этого полученный продукт хлорирования высушивают при температуре 60–70 °С и анализируют методом атомно- эмиссионного анализа.

Предложенный способ также может быть использован для получения безводного хлорида кальция. Эффективность предложенного способа заключается в том, что для его осуществления используется только один реагент-четырехлористый углерод. Преимущества предложенного способа заключается в том, что процесс хлорирования проводится при нагревании в закрытой системе. При этом, повышается давление в реакционной камеры автоклава. Исключается возможности испарения реагента в ходе реакции. Предложенный способ предоставляет возможность получения чистого безводного хлорида кальция, поскольку процесс проводится в неводной среде. Исключается воз

6

Пример 2. Навески металлического кальция массой $\sim 0,25$ г после измельчения помещают в верхнюю камеру-вкладыш двухкамерной реакционной емкости, а на дне общей камеры реакционной емкости автоклава наливают 5 мл хлорирующий реагент- четыреххлористый углерод. Реакционную емкость с содержимым закрепляется в металлическом корпусе автоклава, и нагревают в течение 3,5-4,0 часов при 240 оС. По завершении процесса автоклав охлаждают до комнатной температуры и разгерметизируют. В результате твердый продукт хлорирования остается в верхнем стаканчике, а непрореагировавший четыреххлористый углерод конденсируется на дне общей камеры реакционной емкости автоклава.

1446

Формула изобретения

Способ хлорирования кальция заключающееся в том что проводят обработку металлического кальция парами хлорирующего реагента - четыреххлористого углерода при нагревании в замкнутых реакционных системах-автоклавах при

температуре реакционной смеси 240 ± 5 °С в соотношении масс Т:Ж = 1:30-1:40 в течение $3,75 \pm 0,25$ ч с последующей охлаждении до комнатной температуры и отделение продукта реакции.

Компьютерный набор: Алиева Л.

Заказ

Тираж

Подписное

Национальный патентно-информационный центр РТ 734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а