

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Pat. Nr. 7.75642 IV G/122 Frankfurt a. Main

Erzogen 4.8.43

BAG Target

Dr. W/F. 1351

Krefeld-Ue. 3414, 30/4-173, 2. August 1943

## Verfahren zur Herstellung von Zinkchlorid und Chrom(III)-chlorid.

Gegenstand dieser Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Zinkchlorid und Chrom(III)-chlorid durch Chlorieren von Mischungen aus Chrom(III)-oxyd und Zinkoxyd bzw. von spinellartigen Doppelverbindungen dieser Oxyde unter gleichzeitiger Trennung der Chloride.

Es wurde gefunden, dass die Herstellung von Zinkchlorid und Chrom(III)-chlorid aus Mischungen bzw. Doppelverbindungen der vorerwähnten Art unter gleichzeitiger Trennung der Chloride in technisch einfacher Weise glatt gelingt, wenn man die Chlorierung entweder mit Phosgen oder aber mit Chlor in Gegenwart mindestens einer zur Reduktion der Oxyde zu den entsprechenden Metallen hinreichenden Menge Kohlenstoff, wie Graphit, Koks oder Anthracit, oder Verbindungen des Kohlenstoffs, namentlich Kohlenoxyd, durchführt und dabei Temperaturen vom Siedepunkt des Zinkchlorids ( $730^{\circ}$ ) bis unterhalb des Sublimationspunktes des Chrom(III)-chlorids ( $850^{\circ}$ ) und vorzugsweise eine Temperatur von etwa  $800^{\circ}$  anwendet. Trotz der verhältnismässig geringen Temperaturspanne zwischen dem Siedepunkt des Zinkchlorids und dem Sublimationspunkt des Chrom(III)-chlorids und trotz des bedeutenden Dampfdruckes des letztgenannten Chlorids innerhalb dieses Temperaturbereiches destilliert das Zinkchlorid bei dieser Verfahrensweise ohne nennenswerten Gehalt an Chrom(III)-chlorid ab und kann z. B. als geschmolzenes, wasserfreies Zinkchlorid niedergeschlagen oder durch Berieselung mit Wasser in Form von Zinkchloridlauge gewonnen werden. Das Chrom(III)-chlorid hinterbleibt im Chlorierungssofen als pfirsichblütenfarbene Kristallmasse, die nur wenige Prozent Zinkchlorid enthält, von denen es in bekannter Weise gereinigt werden kann.

Das vorliegende Verfahren ist namentlich für die Aufarbeitung verbrauchter Zinkoxyd-Chromoxyd-Katalysatoren der Methanolsynthese auf die entsprechenden Metallchloride geeignet.

Beispiel 1. 30 kg eines verbrauchten Zinkoxyd-Chromoxyd-Katalysators der Methanolsynthese mit einem Gehalt von 19,5 kg Zinkoxyd und 6 kg Chrom(III)-oxyd werden bei  $800^{\circ}$  so lange mit Phosgen behandelt, bis kein Zinkchlorid mehr abdestilliert. Das Zinkchlorid wird in einer mit verdünnter Salzsäure berieselten Kondensationsanlage aufgefangen.

Die so erhaltene Zinkchloridlauge enthält 31 kg Zinkchlorid, entsprechend einer Ausbeute von 95% des angewandten Zinks. Im Ofen verbleiben 12,2 kg Chrom(III)-chlorid mit einem Gehalt von 94,8%  $\text{CrCl}_3$  als pfirsichblütenfarbendes Kristallpulver.

Beispiel 2. 30 kg eines verbrauchten Zinkoxyd-Chromoxyd-Katalysators der Methanolsynthese mit einem Gehalt von 19,5 kg Zinkoxyd und 6 kg Chrom(III)-oxyd werden mit 2,5 kg ascheärmerer Reduktionskohle, z.B. Anthracit, innigst gemischt. Diese Mischung wird nach Brikettierung bei  $800^\circ$  so lange mit Chlor behandelt, bis kein Zinkchlorid mehr abdestilliert. Der Zinkchloriddampf wird in einer mit verdünnter Salzsäure berieselten Kondensationsanlage aufgefangen. Die so erhaltene Zinkchloridlauge enthält 30,6 kg Zinkchlorid, entsprechend einer Ausbeute von 94% des angewandten Zinks. Im Ofen verbleiben 12,0 kg Chrom(III)-chlorid mit einem Gehalt von 96,5%  $\text{CrCl}_3$  als pfirsichblütenfarbendes Kristallpulver.

Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von Zinkchlorid und Chrom(III)-chlorid, dadurch gekennzeichnet, dass Mischungen von Zinkoxyd und Chrom(III)-oxyd oder Doppelverbindungen dieser Oxyde vom Spinelltyp mit Phosgen oder aber mit Chlor in Gegenwart mindestens einer zur Reduktion der Oxyde zu den entsprechenden Metallen hinreichenden Menge von Kohlenstoff oder Verbindungen des Kohlenstoffs bei Temperaturen vom Siedepunkt des Zinkchlorids bis unterhalb des Sublimationspunktes des Chrom(III)-chlorids unter gleichzeitigem Abdestillieren des Zinkchlorids behandelt werden.