

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Akt. Nr. 7.75 764 IV 2/122 Frankfurt a. Main
Einger. 28. 8. 43

Dr. W/F. 1353

Krefeld-Uerdingen, den 27.8.1943

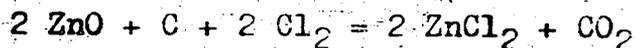
B.A.G. Target

3414 30/4.17

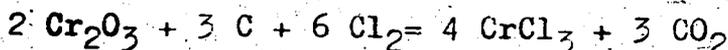
Verfahren zur Herstellung von Zinkchlorid.

Gegenstand dieser Erfindung ist ein Verfahren zur Abtrennung des Zinks in Form von Zinkchlorid aus den spinellartigen Doppelverbindungen von Chrom(III)-oxyd und Zinkoxyd durch Chlorieren dieser Doppelverbindungen unter solchen Bedingungen, dass das Chrom(III)-oxyd unverändert bleibt.

Da der bei der Chlorierung von Zinkoxyd frei werdende Sauerstoff das Chlorierungsgleichgewicht zu Ungunsten der Zinkchloridbildung verschiebt, ist es zur Erzielung einer technisch befriedigenden Ausbeute erforderlich, diese Chlorierung in Gegenwart von Kohlenstoff oder Kohlenstoff haltigen Verbindungen entsprechend der Gleichung:



durchzuführen. In Gegenwart von Kohlenstoff wird aber auch das Chrom(III)-oxyd der Chlorierung zugänglich, entsprechend der Gleichung:



sodass eine Abtrennung des Zinks in Form von Zinkchlorid aus mit Kohlenstoff oder Kohlenstoff haltigen Verbindungen versetzten Doppelverbindungen von Chrom(III)-oxyd und Zinkoxyd durch Chlorieren in der Weise, dass das Chrom(III)-oxyd unverändert zurückbleibt, nicht möglich erscheint.

Es wurde nun gefunden, dass die vorerwähnte Trennung ohne weiteres in technisch einfacher Weise durchführbar ist, wenn man dafür Sorge trägt, dass während der Chlorierung Sauerstoff in geringer Konzentration im Chlorierungsgemisch zugegen ist. Durch den Sauerstoff wird die Bildung von Chrom(III)-chlorid verhindert, bzw. bereits entstandenes Chrom(III)-chlorid in Chrom(III)-oxyd zurückverwandelt, entsprechend der Gleichung:



Die zur Erzielung der erwähnten Trennung erforderliche Sauerstoffkonzentration kann im Chlorierungsgemisch ohne besondere Zuführung von Sauerstoff durch geeignete Bemessung der der Doppelverbindung zu-

zuführenden Kohlenstoffmenge erhalten werden. Mischt man z.B. nur die zur Bindung des an Zink gebundenen Sauerstoffs erforderliche Menge Kohlenstoff zu, so wird ein wenn auch nur geringer Teil des Chrom(III)-oxyds der Doppelverbindung durch den Kohlenstoff reduziert und anschliessend chloriert. Der hierdurch verbrauchte Kohlenstoff fehlt dann aber für die Bindung einer entsprechenden bei der Chlorierung des Zinkoxyds entstehenden Menge Sauerstoff, sodass diese Menge Sauerstoff nun für die Rückverwandlung des gebildeten Chrom(III)chlorids zu Chrom(III)-oxyd zur Verfügung steht.

Bei der Chlorierung von spinellartigen Doppelverbindungen von Chrom(III)-oxyd und Zinkoxyd, die wie z.B. die verbrauchten Zinkoxyd-Chromoxyd-Katalysatoren der Methanolsynthese auf Grund ihrer Herkunft grössere Mengen Kohlenstoff enthalten, ist durch Zufuhr von Sauerstoff oder Sauerstoff haltigen Gasen, wie z.B. Luft, für eine hinreichende Sauerstoff-Konzentration im Chlorierungsgemisch Sorge zu tragen. Die Menge des zuzuführenden Sauerstoffs ist im einzelnen Fall durch einfachen Versuch leicht zu ermitteln.

Das Zinkoxyd kann z.B. als geschmolzenes wasserfreies Zinkchlorid niedergeschlagen oder durch Berieselung mit verdünnter Salzsäure in Form von Zinkchlorid gewonnen werden. Das im Ofen zurückbleibende Chrom(III)oxyd kann z.B. zur Herstellung anderer Chromverbindungen, wie Chromat, verwendet werden.

Beispiel. 50 Gewichtsteile eines verbrauchten Kohlenstoff-haltigen Zinkoxyd-Chromoxyd-Katalysators der Methanolsynthese mit einem Gehalt von 32,5 Gewichtsteilen Zinkoxyd, 10 Gewichtsteilen Chrom(III)-oxyd und 5 - 6 % Kohlenstoff werden bei 900-1000° im Schachtofen mit Hilfe eines Chlorstromes chloriert; dabei wird dem Chlorstrom so viel Sauerstoff in Form von Luft zugeführt, dass die Abzugsgase 2-3% Sauerstoff enthalten. Das abdestillierende Zinkchlorid ist praktisch frei von Chromchlorid und wird in einer Kondensationsanlage durch Berieselung mit verdünnter Salzsäure niedergeschlagen. Man erhält so 52 Gewichtsteile Zinkchlorid. Im Ofen verbleiben 10 Gewichtsteile Chromoxyd.

Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von Zinkchlorid aus ^{den} spinellartigen Doppelverbindungen von Chrom(III)-oxyd und Zinkoxyd, dadurch gekennzeichnet, dass diese Verbindungen im Gemisch mit Kohlenstoff in Gegenwart einer geringen Menge Sauerstoff mit Chlor behandelt werden.