

21 listopada 1932 r.

Boj 9/08²

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 16841.

Państwowa Fabryka Związków Azotowych w Mościcach *)
(Mościce, Polska).

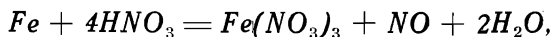
Kl. 12 g 4.
MKP Boj 9/08

Sposób otrzymywania masy katalitycznej czynnej przy reakcji konwersji gazu wodnego.

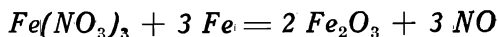
Zgłoszono 3 czerwca 1930 r.
Udzielono 8 września 1932 r.

Wiadome jest, że reakcja konwersji gazu wodnego $CO + H_2O = CO_2 + H_2$ katalizowana jest przez tlenki żelaza. Tlenki żelaza, aby działały energicznie w możliwie niskich temperaturach, muszą zawierać pewne inne metale lub ich tlenki, jako aktywatory. Do takich należy np. *Cr*, i jego tlenki. Tlenki żelaza działające, jako katalizatory, przy wyżej wymienionej reakcji można otrzymać przy pomocy różnych sposobów, jak np. strącaniem zasadami z odpowiednich soli żelaza. Otrzymane tak tlenki winny być odmyte od reszty kwasowej, która w większości wypadków działa szkodliwie. Obecnie okazało się, że można otrzymać bardzo dobry katalizator w postaci

tlenków żelaza, nie strącanych z roztworu żadną zasadą, a jedynie przez hydrolizę soli żelaza z kwasami łatwo lotnymi jak np. azotanów. Według powyższego sposobu, żelazo rozpuszcza się w kwasie np. azotowym aż do otrzymania azotanu żelazowego według reakcji:



w następnym stadium procesu, azotan żelazowy hydrolizuje się z nowymi ilościami żelaza do nierozpuszczalnego tlenku żelazowego np. według reakcji:



*) Właścicielka patentu oświadczyła, że wynalazcami są Tadeusz Ignacy Rabek w Mościcach i Stefan Żabicki w Mościcach.

Reakcja hydrolizy przebiega w zależności od czasu, ilości żelaza i stężenia roztworu azotanu żelazowego w różny sposób, tak że można otrzymać kolejno $HO.Fe(NO_3)_2$, $(HO)_2FeNO_3$, Fe_3O_4 , Fe_2O_3 lub ich mieszaninę. Reakcję rozpuszczania żelaza i hydrolizy można prowadzić również i w jednej operacji.

Otrzymany Fe_2O_3 , względnie mieszanina wymienionych wyżej produktów niezupełnej hydrolizy, wysuszona w temperaturze poniżej $200^\circ C$ daje katalizator, nie zawierający wcale azotu.

Aktywatory można wprowadzać bądź w stadium rozpuszczania żelaza, bądź też podczas hydrolizy.

Sposób powyższy ma tę zaletę i przewagę nad innymi, polegającymi na strącaniu tlenków żelaza przy pomocy zasad, że bez uciążliwego przemywania osadu otrzymuje się od razu bardzo czyste tlenki żelaza, nie zawierające obcych, szkodliwych zanieczyszczeń. Dzięki zastosowaniu żelaza do strącania żelaza z roztworu jego azotanu, istnieje możliwość bardzo ekonomicznego zużycia kwasu azotowego na jednostkę wagi katalizatora. Wydzielające się podczas rozpuszczania tlenki azotu można przerabiać zpowrotem na kwas azotowy.

Przykład I. Roztwór azotanu żelazowego otrzymany przez rozpuszczenie 10 części wagowych żelaza w kwasie azotowym o odpowiednim stężeniu, gotuje się z 32 cz. żelaza aż do całkowitej hydrolizy. Masa odparowana do sucha lub odfiltrowana i wysuszona w temperaturze, nie przewyższającej $200^\circ C$, daje tlenki żelaza doskonale nadające się do konwersji.

Przykład II. 10 cz. żelaza gotuje się z 11 cz. kwasu azotowego aż do całkowitej hydrolizy. Dalsza przeróbka jak wyżej.

Przykład III. Mieszaninę żelaza i metalu, którego tlenek ma działać jako aktywator, traktuje się kwasem azotowym jak w przykładzie I i II.

Przykład IV. 10 cz. żelaza gotuje się z 37 cz. kwasu azotowego. Podczas rozpuszczania dodaje się 1,5 cz. dwuchromianu potasowego, poczem ogrzewa się aż do końca hydrolizy i przerabia dalej, jak wyżej. Doskonały ten katalizator zawiera Cr_2O_3 , jako aktywator.

Przykład V. 10 cz. żelaza traktuje się 32 cz. kwasu azotowego i 1 cz. azotanu chromowego i przerabia, jak wyżej.

Przykład VI. 10 cz. żelaza traktuje się mieszaniną 39 cz. kwasu azotowego i 1 cz. chlorku chromu i przerabia, jak wyżej.

Przykład VII. Mieszaninę 10 cz. żelaza i 1,3 cz. tlenku chromu rozpuszcza się w 39 cz. kwasu azotowego. Roztwór traktuje się 32 cz. żelaza aż do całkowitej hydrolizy. Masa wysuszona w temperaturze powyżej $100^\circ C$ daje doskonały katalizator.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania masy katalitycznej do reakcji konwersji gazu wodnego, znamienny tem, że katalizator, składający się z tlenków żelaza, otrzymuje się przez hydrolizę azotanów żelaza, przyczem otrzymywanie azotanów żelaza i hydrolizę można przeprowadzić w jednej operacji.

2. Sposób, według zastrz. 1, znamienny tem, że do hydrolizy używa się żelazne sole z lotnych kwasów, np. $HCOOH$, CH_3COOH , HCl i t. d.

3. Sposób według zastrz. 1—2, znamienny tem, że aktywatory mogą być dodawane podczas otrzymywania azotanu żelaza, lub podczas jego hydrolizy, przyczem aktywatory używane są w postaci soli z lotnymi kwasami, jak HNO_3 , HCl , $HCOOH$, CH_3COOH i t. p., lub w postaci tlenków metali lub metali.

Państwowa Fabryka
Związków Azotowych
w Mościcach.