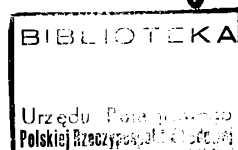


10 lipca 1932 r.

C01g 1/04

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 16208.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Kl. 12 n 1.

12m, 1/04

Sposób wytwarzania karbonyłów metali.

Zgłoszono 22 czerwca 1929 r.

Udzielono 8 kwietnia 1932 r.

Pierwszeństwo: 5 lipca 1928 r. dla zastrz. 1; 24 października 1928 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

Stwierdzono, że wytwarzanie karbonyłów metali przez działanie tlenku węgla na metale, dające związki karbonylowe, albo na materiały, zawierające takie metale, może się odbywać także w obecności cieczy lub stopów.

Podany sposób pracy ma tę zaletę, że wytwarzanie karbonyłów jest proste i może się także odbywać pod ciśnieniem, w sposób nieprzerwany. Materiał reakcyjny doprowadza się, najlepiej nieprzerwanie, w postaci pasty lub zawiesiny w cieczy albo w stopie do aparatury, w której przerabia się go celowo w przeciwnym kierunku tlenku węgla, a pozostałość, która nie reagowała z tlenkiem węgla, usuwa się z komory reakcyjnej również najlepiej w sposób ciągły.

Okazało się przytem, że korzystnie jest używać takich cieczy lub stopów, które obok małego ciśnienia pary wykazują wielką zdolność rozpuszczenia tlenku węgla, szczególnie, gdy tlenek węgla działa przy wyższym ciśnieniu, co powiększa jeszcze jego rozpuszczalność. W ten sposób oszczędza się znacznie na koniecznej zwykłej pracy ręcznej i wyzyskuje się bardzo dobrze przestrzeń, jaką się ma do rozporządzania.

Mieszanie materiału, dającego karbonyle, z cieczą lub stopem jest szczególnie korzystne przy przeróbce materiałów sproszkowanych i drobnoziarnistych, bo przy masowej przeróbce takich materiałów na sucho trudno z nich otrzymać karbonyl wskutek ich wielkiego rozdrobnienia.

Przy dalszem rozwijaniu tego sposobu

stwierdzono, że dla przyspieszenia powstawania karbonylu korzystne są takie ciecze albo stopy, w których rozpuszczono, najlepiej pod ciśnieniem, tlenek węgla przed ich wprowadzeniem do komory reakcyjnej. W tym wypadku można zrezygnować z doprowadzania do komory reakcyjnej tlenu węgla w postaci gazu.

Jako rozpuszczalniki tlenu węgla, nadają się np. oleje, szczególnie trudnowrzące węglowodory, albo karbonyle, np. pięciokarbonyl żelaza, karbonyl niklu, albo stopiony cztero-karbonyl kobaltu.

Wydażność karbonylu można znacznie powiększyć przez podwyższenie ciśnienia, przy którym tlenek węgla rozpuszcza się w cieczy lub stopie, a także przez zwiększenie szybkości przepływu roztworu tlenu węgla ponad materiałem, dającym karbonyl, i ewentualnie przez podwyższenie temperatury.

Proces można przeprowadzać z korzyścią w sposób ciągły i w zamkniętym cyklu. Można np. karbonyl żelaza, nasycony tlenkiem węgla pod ciśnieniem, panującym w czasie reakcji, wprowadzać nieprzerwanie, oddzielnie albo razem z materiałem, zawierającym żelazo i zawieszonym w tym wypadku w karbonylu żelaza, do przestrzeni reakcyjnej, a stąd, gdy rozpuszczony tlenek węgla wszedł w reakcję z żelazem, odciągać roztwór o zmniejszonej zawartości tlenu węgla wraz z pozostałością w postaci pasty. Po oddzieleniu pozostałości, co odbywa się celowo także w sposób ciągły, można karbonyl częściowo lub w całości nasycić znowu tlenkiem węgla, np. przez działanie gazowym tlenkiem węgla lub gazem, zawierającym tlenek węgla, i wprowadzić znowu do przestrzeni reakcyjnej. Jeżeli się pracuje pod ciśnieniem, to cały ten proces cykliczny można przeprowadzić bez spadku ciśnienia tak, że praca kompresji jest potrzebna tylko do uzupełnienia zużytego tlenu węgla.

W pewnych warunkach, np. w celu po-

ruszania pyłu metalowego w cieczy w przestrzeni reakcyjnej, może być korzystne jednocześnie wprowadzenie do komory reakcyjnej, obok cieczy lub stopu nasyconego tlenkiem węgla, także jeszcze gazowego tlenu węgla.

Przykład I. 5 części zredukowanej, drobnoziarnistej prażonki pirytyu rozciera się z 3 częściami oleju parafinowego na pastę i przy 200°C i 200 atm ciśnienia, np. przez 3 godziny, traktuje szybko przepływającym tlenkiem węgla. 80% żelaza ułatnia się przytem, jako karbonyl, który można z łatwością oddzielić od małej ilości porwanego oleju parafinowego przez frakcjonowane skraplanie, względnie destylację.

Przykład II. Zredukowaną prażonkę pirytyu, znajdującą się całkowicie w płynnym karbonylu żelaza, poddaje się działaniu tlenu węgla w autoklawie przy 180°C i pod ciśnieniem 180 atm, przyczem autoklawę wstrząsa się, a ciśnienie tlenu węgla utrzymuje się stale na 180 atm. Po dwóch godzinach zamienia się około 80% żelaza, zawartego w prażonce pirytyu, na karbonyl, który wylewa się z naczynia reakcyjnego. Bez wstrząsania autoklawy, zresztą przy tych samych warunkach pracy, w tym samym czasie zamienia się znacznie mniej żelaza na karbonyl.

Zamiast wstrząsania można zastosować wewnątrz pieca urządzenie mieszadłowe lub poruszające. Urządzenia takie mogą być napędzane, np. przez gazy, wchodzące do przestrzeni reakcyjnej w celu uzupełnienia tlenu węgla użytecznego przy reakcji, ewentualnie także przez odpowiednie rozprężenie nadmiaru użytego tlenu węgla lub gazów, zawartych w nowopowstałym przy reakcji i usuniętym karbonylu. Wprawianie w ruch odnośnego urządzenia, np. mieszadła, może się również odbywać całkowicie lub częściowo w inny sposób od zewnątrz. W pewnych okolicznościach można również wywołać prądy i ruch w cieczy,

zawartej w przestrzeni reakcyjnej, przez podtrzymywanie w różnych miejscach cieczy różnych temperatur. Dalszą możliwość przedstawia mieszanie zapomocą działania elektromagnetycznego.

Przykład III. Przez sproszkowaną i zredukowaną prażonkę pirytu przepuszcza się przy 175°C i pod ciśnieniem 200 atm prąd płynnego karbonylu żelaza, nasyconego poprzednio tlenkiem węgla przy zwykłej temperaturze, pod ciśnieniem 200 atm. Po 2½ godzinach, przy szybkości przepływu karbonylu nasyconego tlenkiem węgla 190 litr/godz w stosunku do 1 kg żelaza, zamienia się 87% żelaza na karbonyl.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania karbonylów metali, znamienny tem, że metale dające karbonyle lub materiały zawierające te metale, poddaje się w mieszaninie z cieczami albo stopami działaniu tlenku węgla.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że materiał wyjściowy, służący do tworzenia karbonylu, doprowadza się razem z cieczą lub stopami nieprzerwanie do aparatury, gdzie działa na nie tlenek węgla, celowo w przeciwpądzie i pod ciśnieniem, przyczem pozostałość, nieprzetworzoną z tlenkiem węgla, usuwa się z przestrzeni reakcyjnej, również w sposób ciągły.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że materiały dające karbonyle traktuje się cieczami lub stopami, niezmiennającymi w niepożądany sposób składników reakcyjnych lub karbonylu, w których, przed ich wprowadzeniem do przestrzeni reakcyjnej, rozpuszcza się tlenek węgla, ewentualnie bez wprowadzenia do przestrzeni reakcyjnej tlenku węgla w postaci gazu.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.