

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 128 163

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 80 07 03 /P. 225428/

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl.³ B01J 23/74

Zgłoszenie ogłoszono: 82 01 18

Opis patentowy opublikowano: 1985 06 28

Twórcy wynalazku: Zbigniew Bernadzki, Kazimierz Derlacki, Paweł Sięko,
Jerzy Stachyra, Ryszard Wagner

Uprawniony z patentu: Zakłady Sprzętu Wędkarskiego "Polsping" -
Specjalistyczna Spółdzielnia Pracy, Warszawa /Polska/

KATALIZATOR NIKLOWY DO WYTWARZANIA ATMOSFER OCHRONNYCH STOSOWANYCH W OBRÓBCE CIEPLNEJ I SPOSÓB OTRZYMYWANIA KATALIZATORA NIKLOWEGO DO WYTWARZANIA ATMOSFER OCHRONNYCH STOSOWANYCH W OBRÓBCE CIEPLNEJ

Przedmiotem wynalazku jest katalizator zawierający nikiel, osadzony na porowatym materiale ogniotrwałym stosowany do wytwarzania atmosfer ochronnych przez termiczną dysocjację związków organicznych oraz sposób otrzymywania tego katalizatora.

Znane katalizatory stosowane do wytwarzania atmosfer ochronnych przez termiczną dysocjację związków organicznych zawierające nikiel osadzony na masie ogniotrwałej chromitowej lub chromitowo-magnezytowej powodują mniejsze lub większe wydzielanie się sadzy, wskutek czego otrzymana atmosfera zawiera mniej związków węgla a więcej wody. Stan taki może powodować odwęglanie warstw wierzchnich obrabianych detali.

Niespodziewanie stwierdzono, że w przypadku sporządzenia roztworu mieszaniny siarczanów niklowego i cerowego oraz użycia go do otrzymania katalizatora i zastosowaniu tego katalizatora do otrzymywania atmosfery ochronnej z mieszaniny zawierającej kwas octowy, zauważono brak wydzielania się sadzy. Następne próby z innymi mieszaninami związków organicznych potwierdziły brak wydzielania się sadzy. Wytworzono jeszcze trzy porcje katalizatora zawierającego cer, próby z nimi dały ten sam rezultat. Przeprowadzono również próby, w których zmieniono podłoże katalizatora; węgiel również się nie wydzielał w czasie pirolizy.

Katalizator według wynalazku zawierający nikiel osadzony na porowatej chromitowej lub chromitowo-magnezytowej porowatej masie ogniotrwałej zawiera ponadto cer z tym, że na 100 części wagowych niklu przypada 5-7 części wagowych ceru. Katalizator według wynalazku może być osadzony na masie azbestowej. Katalizator według wynalazku otrzymuje się przez nasycenie w ciągu 1 doby porowatej ogniotrwałej masy chromitowej lub chromitowo-magnezytowej lub masy azbestowej w wodnym roztworze zawierającym 190-210 g/l siarczanu niklu i 15-25 g siarczanu ceru. Nasyconą masę odsącza się i wygrzewa w suszarce przez 2-3 godziny w temperaturze 120-150°C, a następnie w ciągu 5-7 godzin praży się ją w piecu

o temperaturze 400-450°C. Masę studzi się i przenosi do szczelnej retorty. Zpoczyną się jednocześnie ogrzewanie i przepuszczanie wodoru. Masa jest prażona w ciągu 1-8 godzin w atmosferze wodoru w temperaturze 600-650°C. Ostatnie przebieżenie można wykonać w atmosferze zdysocjowanego amoniaku.

P r z y k ł d I: Cegłę chromitowo-magnezytową pokruszono na drobne kawałki. Na sztach wydzielono frakcję o średnicach zasklepionych w przedziale 5-8 mm. Około 1 kg granulacji tej masy ważyano do naczynia, w którym uprzednio przygotowano 1,5 litra rozwaru zawierającego 300 g stężenia nikielu i 35 g stężenia cerowego. Po 1 dobie rozwar znalazł się w temperaturze 135°C. Po 3 godzinach granulki przeniesiono do pieca szlutowego i ogrzewano do 400-450°C. Po 7 godzinach granulki wyjęto z pieca i ostudowano, następnie umieszczono je w szczelnej retorcie, którą umieszczono w płaszczu grzewczym. Równocześnie z rozpoczęciem ogrzewania retorty, rozpoczęto przepuszczanie przez nią wodoru. Granulki prażono w atmosferze wodoru w temperaturze 600-625°C przez 7 godzin. Po tym czasie retortę wyjęto z płaszcza grzewczego, a po jej ostygnięciu przetrmano dopływ wodoru. Kilka granuliek rozkruszono na proszek, zważono 10 % kwasem siarkowym i gotowano przez 20 minut. Rozwar znalazł się w temperaturze 5,95 g ceru. Otrzymanym katalizatorem napełniono retortę generatora do wytworzenia atmosfery ochronnej.

Do generatora ogrzanego do temperatury 800°C wkraplano z szybkością 1,75 ml/minutę mieszaninę w następującym składzie wyrażonym w procentach objętościowych: lodowaty kwas octowy - 80,2; kopolimer tlenku etylu i tlenku propylenu w stosunku molowym tlenku etylenu do tlenku propylenu 3 : 1 - 18; mocznik - 1,8.

P r z y k ł d II: Płyty z taktury azbestowej według polskiej normy PN-76/P-50516 rozdrobiono na drobne kawałki. Około 2 kg tak uzyskanej masy azbestowej ułożono w naczyniu, w którym uprzednio sporządzono 2,5 litra rozwaru zawierającego 500 g stężenia nikielu i 55 g stężenia ceru. Po dwóch dobach rozwar znalazł się w temperaturze 130-140°C. Po 48 godzinach masę azbestową przeniesiono do pieca elektrycznego nagrzanego do temperatury 420-430°C. Po 6,5 godzinach masę azbestową wyjęto z pieca i ostudowano, następnie umieszczono je w szczelnej retorcie, którą umieszczono w płaszczu grzewczym. Retortę przepłukano wodorem a następnie rozpoczęto przepuszczanie przez nią wodoru oraz nagrzewanie jej. Zawartość retorty prażono przez 7 godzin w atmosferze wodoru. Po tym czasie retortę wyjęto z pieca a po ostygnięciu przetrmano dopływ wodoru. Około 25 g masy azbestowej 10 % rozwaru kwasu siarkowego, doprowadzono do wrzenia i gotowano przez 20 minut. Rozwar znalazł się w temperaturze 6,05 g ceru.

Otrzymanym w ten sposób katalizatorem napełniono retortę generatora do wytworzenia atmosfery ochronnej. Do generatora ogrzanego do temperatury 800-820°C wkraplano z szybkością 1,8 ml/minutę mieszaninę o następującym składzie wyrażonym w procentach objętościowych: lodowaty kwas octowy - 80,2; kopolimer tlenku etylu i tlenku propylenu w stosunku molowym tlenku etylenu do tlenku propylenu 3 : 1 - 18; mocznik - 1,8.

Gazy z rozkładu tej mieszaniny wprowadzano do retorty w której wygrzewano 2000-4000 kotwic wędkarskich. Kotwice wygrzewano przez 20 minut po czym schładzano je silnym strumieniem gazów popirolitycznych przepuszczanych wewnątrz retorty oraz silnym zewnętrznym strumieniem powietrza. Gdy temperatura wewnątrz retorty spadła poniżej 80°C zaprzestano przepuszczania gazów popirolitycznych, retortę otwarto i wyjęto z niej kotwice, które zachowały pierwotny jasny metaliczny kolor. Po 500 godzinach pracy generator otwarto a katalizator wysypano na tace metalowe. Ani na katalizatorze, ani wewnątrz generatora nie stwierdzono obecności sadzy.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Katalizator nikłowy do wytwarzania atmosfer ochronnych stosowanych w obróbce cieplnej, osadzony na porowatej ogniotrwałej masie chromitowej lub chromitowo-magnezytowej lub azbestowej, z n a m i e n n y t y m, że zawiera dodatkowo osadzony cer, przy czym na 100 części wagowych niklu zawiera 5-7 części wagowych ceru.

2. Sposób otrzymywania katalizatora nikłowego do wytwarzania atmosfer ochronnych stosowanych w obróbce cieplnej, z n a m i e n n y t y m, że odpowiednio rozdrobniony nośnik stanowiący masę chromitową, chromitowo-magnezytową lub azbestową nasycy się przez dobę roztworem zawierającym 190-210 g/litr siarczanu nikłowego i 15-25 g siarczanu ceru, po czym nośnik suszy się w temperaturze 120-150°C, następnie przez 5-7 godzin wygrzewa się w temperaturze 400-450°C, a następnie przez 5-8 godzin praży się go w atmosferze wodoru lub zdysocjowanego amoniaku w temperaturze 600-650°C.