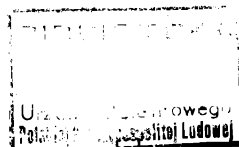


5 grudnia 1925 r.

2

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 2536.

Charles Urfer
(Genewa, Szwajcaria).

Kl. 12 g 2.
MKP BOA 11/56

Sposób wytwarzania masy sproszkowanej jako katalizatora, zwłaszcza w procesach wiązania azotu.

Zgłoszono 8 czerwca 1923 r.

Udzielono 17 lipca 1925 r.

Pierwszeństwo: 12 czerwca 1922 r. (Szwajcaria).

Przy produkcji amonjaku w drodze syntetycznej pod ciśnieniem lub bez ciśnienia i zastosowaniu w roli katalizatorów azotków, amidków lub metali wiążących azot przez wytwarzanie azotków, podczas ogrzewania tych związków w atmosferze pomienionego gazu, azotki ulegają rozkładowi. Przy ogrzewaniu ich w środowisku wodorowym natomiast zmniejsza się znacznie wydatek amonjaku (NH_3). Dopiero bardzo wysokie ciśnienie, dochodzące do kilku setek atmosfer, pozwala podnieść ten wydatek.

Wskazana trudność polega na tem, że większość tych substancyj wiąże azot z wielką trudnością lub jedynie w wysokich temperaturach. Cer pali się w azocie w

temperaturze $875^{\circ}C$. Mangan wiąże azot w 800° , wapń—w granicach od 500 do 600° . Ciśnienie oczywiście sprzyja azotowaniu tych ciał.

Dla przeprowadzenia syntezy amonjaku pod ciśnieniem zwykłym lub ciśnieniami słabemi, należy przedewszystkiem przyspieszyć proces wiązania azotu przez metal. Najskuteczniejszym w tym kierunku środkiem będzie rozdrobnienie metalu środkami chemicznymi lub fizykalno-chemicznymi przed zetknięciem go z gazem.

Usiłowano proszkować metale, redukując ich tlenki zapomocą magnezu, wapnia i glinu. Proces ten posiada jednak szereg braków i stosowanie go do wyrobu katalizatorów jest tem trudniejsze, że z jednej

strony niektóre tlenki (np. tlenki litu, baru i strontu) stanowią trudne do wytworzenia związki, z drugiej zaś, że wogóle w sposób ten otrzymuje się, wbrew oczekiwaniu, i azotek metalu, który służy do redukcji tlenku. Można wprowadzić pracować w środowisku wodoru albo w próżni. W każdym razie, jakkolwiekby było, redukcja tlenku litu i tlenków grupy ziem alkalicznych jest zawsze trudna do uskutecznienia, a nigdy zupełna.

Udało się znaleźć inne sposoby przygotowywania katalizatorów w stanie sproszkowanym, znacznie prostsze i korzystniejsze od redukowania tlenków zapomocą glinu, magnezu lub wapnia.

Wynalazek niniejszy obejmuje jeden z tych sposobów. Ma on za przedmiot metodę wytwarzania masy proszkowatej, składającej się z metali ziem alkalicznych i z litu, która może służyć za katalizator, zwłaszcza w procesach wiązania azotu.

W tym celu jeden przynajmniej z wymienionych metali (w stanie, w jakim znajduje się w handlu) zostaje rozgrzany w strumieniu gazu czystego i suchego, jaki posiada zdolność łączenia się z metalem i wytwarza masę mialką i rozkładającą się, którą poddaje się w obecności tlenku biernego i zapobiegającego stapianiu się metalu nagrzewaniu i rozkładowi w próżni, celem uzyskania pyłu składającego się z biernego tlenku i czystego metalu. Mieszaninę tę chłodzi się w atmosferze azotu, celem przekształcania czystego metalu w azotek.

Z gazów dających z wapniowcami i litem rozkładającą się mieszaninę, można stosować przede wszystkim amonjak w stanie gazowym, który daje amidki, albo wodór, który daje wodorotlenki. Zarówno te, jak i tamte rozkładają się przy rozgrzewaniu w próżni i pozostawiają czyste metale w postaci pyłu.

W charakterze metali ziem alkalicznych stosujemy bar, stront i wapń.

Tlenek bierny, czyli tlenek nie wchodzący w związek z amidkami, azotkami lub wodorotlenkami wytwarza się najkorzystniej z magnezji lub wapna. Domieszka tych tlenków do azotków, amidków lub wodorotlenków metali zabezpiecza rozdrobnione metale od stapiania i zbrylania się, tudzież od tworzenia zwartej masy nienadającej się do pochłaniania azotu i stosowania jej w roli katalizatora. Obecność tych tlenków szczególnie jest pożyteczna przy użyciu metalów w rodzaju litu, które topią się w temperaturze stosunkowo niskiej.

Przykład. Lit w stanie zwartym, w jakim znajduje się w handlu, rozgrzewa się w strumieniu czystego i suchego gazu amonjakalnego. Powstaje amidek litu w stanie rozdrobnionym, który miesza się ze sproszkowaną magnezją lub z wapnem. Mieszanina jest ogrzewana w próżni celem rozłożenia amidków i wytworzenia litu w stanie sproszkowanym. W obecności magnezji lub wapna lit nie topi się i nie zbija w bryły z tlenkiem, z którym jest zmieszany. Po całkowitem rozłożeniu amidku na gorącą masę puszcza się strumień azotu i daje się masie ostygnąć. Lit łączy się z azotem i tworzy azotek, ściśle wymieszany z magnezją lub z wapnem, w zależności od tego, jaką z tych domieszek zastosowano. Tlenki pozostają bez zmian chemicznych i zawierają azotek, stanowiący część czynną masy sproszkowanej, odgrywającej rolę katalizatora przy syntezie amonjaku, uskuteczniejszej przy ciśnieniu normalnem albo nieznacznem nadciśnieniu. Zamiast ogrzewania wapniowca (litu) w środowisku amonjaku, można go ogrzewać w wodorze. Wówczas otrzymuje się wodorotlenek zamiast amidku. Dla dokładnego sproszkowania czystego metalu postępuje się, jak opisano powyżej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania masy sproszkowanej, jako katalizatora, stosowanego zwłaszcza w procesach wiązania azotu, znamienny tem, że przynajmniej jeden z metali ziem alkalicznych lub lit ogrzewa się w stanie, w jakim znajduje się w sprężadzie, w strumieniu czystego i suchego gazu, łączącego się z metalem i wytwarzającego sproszkowaną, chemicznie niestabilną mieszaninę, która w obecności tlenku biernego i zapobiegającego topieniu się metalu jest ogrzewana i rozkładana w próżni, celem uzyskania masy proszkowatej złożonej z biernego tlenku i czystego metalu i ochładzanej w atmosferze azotu dla przekształcenia czystego metalu w azotek.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że ogrzewaniu w strumieniu gazu

amonjakalnego podlega przynajmniej jeden z metali wskazanych, dla wytworzenia amidku w postaci miążkiego proszku, który po zmieszaniu z wapnem ogrzewa się w próżni.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że w charakterze domieszki, zamiast wapna, stosuje się magnezja.

4. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że przynajmniej jeden z metali ogrzewa się w prądzie wodoru, przyczem powstają wodorotlenki metalu w postaci miążkiego proszku, który po dodaniu wapna ogrzewa się w próżni.

5. Sposób według zastrz. 1 i 4, znamienny tem, że domieszkę zamiast wapna stanowi magnezja.

Charles Urfer.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.