

Wydano 25 marca 1941 r.

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

22 f. 14
22 f. 1/56

Nr 28760.

Kl. 22 f. 14
C09c 1/56

Bayerische Stickstoff-Werke Aktien-Gesellschaft, Berlin.

Sposób oczyszczania sadzy.

Zgłoszono 13 lutego 1936 r.

Udzielono 3 lipca 1939 r.

Pierwszeństwo: 28 lutego 1935 r. dla zastrz. 1, 2, 5 i 6 (Niemcy).

Sadze, wytwarzane różnymi znanymi sposobami przez rozkład tlenku węgla na kontaktach metalowych, zawierających żelazo, zawierają stale zanieczyszczenia w postaci metalu, tlenku metalu lub węgliku metalu w ilości do 6%.

Jest rzeczą znaną, że oczyszczanie takiej sadzy można skutecznie przez gotowanie z kwasami rozcieńczonymi, np. kwasem azotowym lub kwasem solnym. Pomijając, iż taki sposób oczyszczania jest kłopotliwy i długotrwały, nie osiąga się przy tym jednak zupełnie czystego produktu, zwłaszcza jeśli chodzi o sadzę osadzoną na żelazie lub na kontaktach, zawierających żelazo, tak iż wszechstronne stosowanie tej sadzy nie było dotąd możliwe.

Obecnie stwierdzono, że można osiągnąć całkowite lub prawie całkowite usunięcie z sadzy domieszek żelaza, zwłaszcza węgliku żelaza, jeśli sadzę, zawierającą *Fe*, *Co*, *Ni*, traktuje się chlorem lub gazami, zawierającymi chlor, w temperaturach powyżej 400°C, lecz nie przekraczających 1200°C. Chlor może być albo wilgotny, albo też suchy, a ponadto może on być rozcieńczony azotem lub innym gazem obojętnym, przy stosowaniu zaś gazów wilgotnych para wodna może być doprowadzana wraz z nimi oddzielnie od chloru. Proces ten przeprowadza się w miarę możliwości tak, aby chlor przenikał sadzę równomiernie.

Do oczyszczania sadzy może być użyty

obrotowy piec rurowy ogrzewany z zewnątrz lub też piec w rodzaju pieców tyglowych. Jest przy tym rzeczą konieczną, aby w celu całkowitego odpędzenia, wytworzonych chlorków zwiększać temperaturę przy równoczesnym wstrzymaniu przepływu chloru na pewien czas lub całkowicie. Usuwanie produktów przemiany może być też uskuteczniane w prądzie gazu obojętnego, np. w prądzie azotu, albo też w próżni.

Lepiej jest jednak, jeżeli sadze poddawane oczyszczaniu będzie się rozpylało najpierw za pomocą równomiernie ogrzanego prądu chloru, płynącego w przeciwnym kierunku do opadającej sadzy, oraz w celu usunięcia nieusuniętych jeszcze chlorków, a zwłaszcza przylegających do sadzy resztek chloru będzie się stosowało następnie drugie rozpylanie za pomocą gazu obojętnego względem sadzy (np. wodoru, azotu lub ich mieszanin), ewentualnie z dodatkiem pary wodnej.

Sposób ten może być następnie tak przeprowadzany, że chlor, nie ulegający przemianie podczas procesu oczyszczania, zostaje znów doprowadzany do obiegu kołowego w celu ponownego wykorzystania, aby w ten sposób, jak można najbardziej zmniejszyć straty chloru.

Jako cenny produkt uboczny uzyskuje się chlorki metali stanowiących zanieczyszczenia (jeżeli sadze zawierają żelazo to przeważnie $FeCl_3$), które w odpowiedni sposób wydzielają się z ulatniających się gazów względnie par w postaci bezwodnej, względnie z których metale dają się uzyskać w stanie czystym.

Sadze, oczyszczone chlorem, zawierają już tylko ślady zanieczyszczeń tak, że w zależności od rodzaju sposobu osadzania sadzy, możliwe jest ich zastosowanie do wyrobu farb drukarskich, lakierów lub w przemyśle gumowym.

Zamiast chloru lub też łącznie z nim może być użyty chlorowódór.

Przykład I. Sadze o zawartości 0,3% żelaza, wytworzone na kontakcie żelaznym przez rozkład tlenku węgla w temperaturze 470°C, traktowano w obrotowym piecu rurowym ogrzewanym elektrycznie w ciągu dwóch godzin w temperaturze 700°C wilgotnym chlorem, zawierającym azot. W ciągu następnych dwóch godzin podwyższano temperaturę powoli do 1100°C, a przepływ chloru wstrzymywano najpierw chwilami, a po tym wstrzymano go zupełnie. Sadze ochłodzone w prądzie azotu, wykazywały po spaleniu popiół w ilości 0,1%, po uprzednim zaś wylugowaniu rozcieńczonym kwasem solnym ilość popiołu wynosiła nawet tylko 0,06%. Barwa i jakość sadzy nie uległy wskutek oczyszczania pogorszeniu.

Przykład II. Sadze o zawartości 2,5% żelaza, wytworzone jak w przykładzie I, rozpylano poprzez rurę o 1,5 m długości i 20 mm szerokości, ogrzaną do temperatury 1200°C i ustawioną pionowo, w przeciwnym kierunku do chloru wprowadzanego od dołu. Pary chlorków i nie przemieniony chlor odprowadzano na zewnątrz na górnym końcu rury reakcyjnej. Po drugim rozpyleniu tak wstępnie oczyszczonej sadzy poprzez atmosferę gazową, składającą się z azotu i wodoru, zawierały tak potraktowane sadze tylko 0,1 — 0,2% Fe i prawie niedostrzegalne resztki chloru.

Cząstki sadzy przebywały w atmosferze chloru w ciągu mniej niż 5 sekund.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oczyszczania sadzy na kontaktach żelaznych lub zawierających żelazo względnie metale grupy żelaza, znamienny tym, że sadze wytwarzane przez rozkład tlenku węgla, zawierające zanieczyszczenia w szczególności węglík żelaza, traktuje się chlorem lub gazami zawierającymi chlor w temperaturze powyżej 400°C lecz poniżej 1200°C.

2. Sposób według zastrz. 1, znamien-
ny tym, że przy końcu procesu traktowa-
nia sadzy, ewentualnie w strumieniu gazu
obojętnego, podwyższa się temperaturę w
celu całkowitego odpędzenia wytworzonych
chlorków.

3. Sposób według zastrz. 1, znamien-
ny tym, że sadze rozpyła się w atmosf-
rze zawierającej chlor utrzymując je w
stanie unoszenia się.

4. Sposób według zastrz. 3, znamien-
ny tym, że wstępnie oczyszczone sadze
poddaje się następnemu oczyszczaniu w
stanie ruchu tj. unoszenia się względnie

w postaci rozpylonej w atmosferze, zawie-
rającej najkorzystniej wodór.

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, zna-
mienny tym, że stosuje się gazy wilgotne.

6. Sposób według zastrz. 1 — 5, zna-
mienny tym, że chlor po usunięciu chlor-
ków wprowadza się do procesu w obiegu
kołowym.

Bayerische
Stickstoff-Werke
Aktien-Gesellschaft.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.