

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

RAZRED 12 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

IZDAN 1 AVGUSTA 1938.

## PATENTNI SPIS ŠT. 14198

Studien & Verwertungs-Aktiengesellschaft, Neuhausen, Švica.

Postopek za izdelovanje magnezija.

Prijava z dne 18. oktobra 1936.

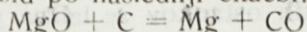
Velja od 1. marca 1938.

Naznačena prvenstvena pravica z dne 23. decembra 1935. (Anglija).

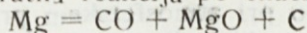
Magnezij se pridobiva danes predvsem le še z elektrolizo in magnezijevega klorida oziroma dvojnih soli ali mešanic soli, ki vsebujejo magnezijev klorid, v staljenem stanju. Izvršitev elektrolitičnih postopkov za izdelovanje magnezija kaže razmeroma velike težkoče, posebno z ozirom na klor, ki nastane na anodi, in ki ga je treba nazaj dovajati v krožni tok. Nadalje ni enostavno, magnezijev klorid sušiti oziroma obrezvoditi. Tudi odstranitev zadnjih sledov kloridov, ki preostajajo v dobljeni kovini, je zvezana s težavami. Posledica tega je, da so proizvodni stroški magnezija po elektrolitičnem postopku razmeroma visoki.

Nekoliko let sem se zelo trudijo, da bi se pridobival magnezij po čisto termični poti.

Po nekem termičnem postopku se segreje magnezijev oksid z ogljikom na zelo visoko temperaturo; s tem se reducira magnezijev oksid do kovine. Pri tem nastajata magnezijeva para in ogljikov monoksid po naslednji enačbi:



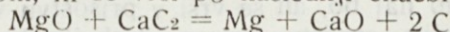
Če ohladimo magnezijevo paro, da bi ohranili kovino v tekoči oziroma trdni obliki, se ne more preprečiti precej obsežna povratna reakcija po enačbi:



tudi če se para v kar najkrajšem času ohladi.

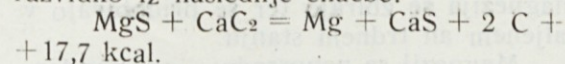
Da bi dobili magnezijeve pare brez primesi plinov, ki motijo, se je predlagalo, da se reducira magnezijev oksid s kalcijevim karbidom, aluminijem, silicijem ali

ferosilicijem. Redukcija s kalcijevim karbidom, ki se vrši po naslednji enačbi



poteka skrajno počasi in le pri zelo visokih temperaturah. Uporabo aluminija preprečuje že previsoka cena tega redukcijskega sredstva. Ni ti uporaba silicija oziroma ferosilicija kot redukcijskega sredstva se do sedaj ni mogla uveljaviti v velikem obsegu.

Predležči izum se nanaša na termični postopek za proizvodnjo magnezija ali magnezijevih spojin, ki omogoča, da se izognemo večini težkoč, ki se pojavljajo pri ostalih postopkih. Po novem postopku se reducira magnezijev sulfid do kovine potom karbida ene kovine zemeljskih alkalij, predvsem s kalcijevim karbidom, najboljše v reducirajoči ali nevtralni atmosferi (vodik, argon itd.). Pri tej redukciji ne nastajajo nikaki plinasti stranski produkti, ki bi mogli povzročiti povratno presnovo magnezija. Nadalje je to razmeroma jaka eksotermična reakcija, kakor je razvidno iz naslednje enačbe:



Zaradi tega je ta reakcija napram znanim znatno olajšana in se je lahko izvede pri nizkih temperaturah. Lahko se izvede pri zmanjšanem, kakor tudi pri atmosferskem pritisku. Skrbi se za to, da so prostor za reakcijo kakor tudi odvodi ter naprave za predlogo kovine kolikor mogoče brez plinov, ki vsebujejo vlago, dušik, dušikove spojine, vodik in kisik. Malenkostne množine teh plinov lahko pustimo,

zmanjšajo pa izplen magnezije, ker se tvori magnezijev nitrid ali magnezijev oksid. Če se uporablja kot reducirajoča oziroma nevtralna atmosfera vodik, tedaj je upoštevati, da vsebuje elektrolitično pridobljeni vodik v splošnem majhne množine vodne pare in kisik.

Da dobimo velik izplen magnezije je važno, da se uporablja magnezijev sulfid in karbid v fini razdelitvi. Te surovine je uporabljati seveda kolikor mogoče suhe.

Reakcija se pospeši ter se pridobiva večja množina magnezija, če se doda iz magnezijevega sulfida in karbida sestojeci reakcijski masi primerno vtekočilno sredstvo, katerega vrelišče je višje kakor je destilacijska temperatura magnezija. Kot vtekočilno sredstvo je posebno prikladno kalcijev klorid brez vode ali mešanica kalcijevega klorida brez vode z aluminijevim fluoridom.

Mešanica magnezijevega sulfida in karbida, z vtekočnim sredstvom ali brez njega, se dovaja v segreti reakcijski prostor, v katerem se razkrajajo magnezijev sulfid po zgoraj navedeni enačbi. Neodločeno naj bo, ali se vrši v prisotnosti vtekočilnega sredstva vmesna reakcija, ko se na primer magnezijev sulfid deloma pretvarja z vtekočnim sredstvom v magnezijev klorid, ki se nato reducira od kalcijevega karbida. Temperaturo prostora za reakcijo je prednostno tako izbrati, da se nastajajoči magnezij iz reakcijske zmesi lahko odstrani potom destilacije. Ker destilira magnezij pri atmosferskem pritisku pri približno 1120°, je umestno izbrati nekoliko višjo temperaturo, na primer 1200 ali 1250°C. Če je zaželeno, je seveda možno uporabljati višjo temperaturo. Če se dela pri znižanem pritisku, je temperatura lahko nižja. Če se izvede redukcija brez vtekočilnega sredstva, je priporočljivo zvišati jo znatno nad 1300°C. Dobre rezultate dobimo brez vtekočilnega sredstva na primer pri temperaturi približno 1600°C. Umestnejše je pač, da se dela pri 1250°C pri uporabi vtekočilnega sredstva. Iz reakcijskega prostora uhajajoče pare magnezija se zbirajo ter se pridobivajo v taljenem ali trdnem stanju.

Magnezij se neposredno po kondenzaciji lahko zveže z drugimi kovinami v svrhu pridobivanja magnezijevih zlitin, tako na primer z aluminijem ali berilijem.

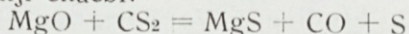
Ta postopek se lahko izvede neprenehoma.

Pri izvršitvi tega postopka je umestno, da se skrbi za to, da se dobi reakcijski preostanek v obliki suhe mase, ki se lahko odstrani iz peči neprenehoma, na primer z vijačnim prevažalnikom. Težje je odstra-

nit testasto žlindro.

Lahko se namesti filter ali sito, skozi katerega mora nastajajoča magnezijeva para. Kot sito se lahko uporablja na primer preluknjana grafitna plošča.

Za izvršitev tega postopka potrebni magnezijev sulfid se lahko pridobiva s segrevanjem neke magnezijeve spojine, na primer magnezijevega karbonata ali bolje še magnezijevega oksida, z žvepleniimi plini v prisotnosti ogljika. Namesto žvepla se lahko uporabljajo primerne spojine žvepla, na primer žveplov vodik. Z žveplovim ogljikom in magnezijevim oksidom se vrši presnova razmeroma lahko in sicer po naslednji enačbi:



Če se vzame magnezijev karbonat namesto magnezijevega oksida, nastaja poleg CO še CO<sub>2</sub>. Če se dela z žvepleniim ogljikom, ni potrebna prisotnost ogljika.

Magnezijev sulfid se tvori pri temperaturah na primer 700—1000°C. Skrbeti je za to, da je atmosfera, v kateri se vrši reakcija, po možnosti brez vlage, brez kisika ali zraka. Pri uporabi žveplovega ogljika se tvori magnezijev sulfid pri temperaturi približno 800°C. Če se uporablja kaurstično žgan magnezit (temperatura žganja na primer 600—800°C), žveplo in leseno oglje (ali šota, rujavi premog itd.) se voli umestno temperaturo približno 950°C. Če se uporablja kot material, ki vsebuje ogljik, navaden koks, je eventualno potrebno, da se zviša temperatura do približno na 1200°C.

Magnezijev sulfid se lahko razkrajajo na zraku in še bolj v prisotnosti vlage. Če se ne uporablja takoj po pridobitvi, ga je treba shraniti v dobro zaprtih posodah pred vlago. Izum seveda ni omejen edino na redukcijo magnezijevega sulfida; na sličen način se lahko uporabljajo za proizvodnjo kovinskega magnezija magnezijevega sulfidu sorodne surovine, na primer magnezijev oksisulfid ali magnezijev klorosulfid ali mešanice teh, s karbidom kovine zemeljskih alkalij, prednostno kalcijevim karbidom.

Iz reakcijskih ostankov se lahko pridobiva nazaj žveplo po znanih postopkih.

**Primer.** 25 delov v prah zmeti kalcijev karbid s 16,7 delov magnezijevega sulfida in 8,3 delov kalcijevega klorida brez vode se segrejejo pri atmosferskem pritisku v atmosferi vodika ali argona. Nastajajo pare magnezije, ki se komprimirajo v predlogi.

#### Patentne zahteve:

1. Postopek za izdelovanje magnezija,

označen s tem, da se reducira potom segrevanja magnezijev sulfid s karbidom kovine zemeljskih alkalij, prednostno s kalcijevim karbidom.

2. Postopek za izdelovanje magnezija po zahtevi 1, označen s tem, da se dela s temperaturo nad vreliščem magnezija (pri vsakokratnem pritisku).

3. Postopek po zahtevah 1 in 2, ozna-

čen s tem, da se izvede reakcija v prisotnosti kakega vtekočnega sredstva, na primer kalcijevega klorida ali mešanice kalcijevega klorida in kalcijevega fluorida.

4. Postopek po zahtevah 1, 2 ali 3, označen s tem, da se izvede redukcija v reducirajoči oziroma nevtralni atmosferi, na primer v argonu ali vodiku.

---

