

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 40 (4)

IZDAN 1 SEPTEMBRA 1937.

PATENTNI SPIS BR. 13493

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M., Nemačka.

Postupak za elektrotermičko redukovanje sirovina, koje sadrže magnezije.

Prijava od 8 oktobra 1936.

Važi od 1 marta 1937.

Naznačeno pravo prvenstva od 11 decembra 1935 (Nemačka).

Za dobijanje magnezijuma redukovanjem sirovina, koje zadrže magnezije, između ostalog već je predlagana i upotreba peći sa svetlosnim lukom. Pri tome je bilo predviđeno, da se mešavina magnezijevog oksida ili magnezijevog karbonata sa ugljenom, u datom slučaju uz dodavanje katra na kao vezujućeg sredstva, upotrebi kao elektroda, i da se radi u vodoničnoj ili ugljenovodoničnoj atmosferi, pri čemu je trebalo da se obrazuje magnezijumova para i jednovremeno i vodena para i da se pomoću u višku upotrebljenog vodonika odvodi iz peći. Kondenzovanje magnezijumove pare je trebalo da se vrši ispod 1200° C i da se tako metal odvoji od ostalih gasova odnosno od vodene pare.

Ovaj se predlog odmah u početku pokazao kao tehnički beznadežan poduhvat, jer se magnezijum kao što je poznato morao odmah reoksidisati kako vodenom parom tako i monoksidom ugljenika, koji se neminovno obrazuje pri reakciji elektrode, koja sadrži ugljenika.

Predmet pronalaska jeste postupak za redukovanje sirovinama, koje sadrže magnezije, u električnoj peći, silicijumom (ferosilicijumom) i/ili aluminijumom ili drugim redukcionim sredstvima koja ne daju nikakve gasovite oksidacione produkte, kod kojeg se uvođenje reakcione mešavine u peć vrši pomoću metalne šuplje elektrode.

Pretvaranjem magnezije, odn. sirovina, koje sadrže magnezije, pomoću silicijuma (ferosilicijuma) i/ili aluminijuma je po sebi poznato. Ali u koliko se za izvođenje ove predlagala upotreba tempera-

tura iznad tačke topljenja reakcionih zaostataka, dakle rad sa tečnom šljakom, bila je predlagana upotreba električne šahtne (jamaste) peći, u kojoj je reakciona mešavina pomoću grejanja otporom dovodjena do topljenja, odn. na reakcionu temperaturu, između jedne gvozdene elektrode na dnu i jedne elektrode na vrhu u vidu štapa iz ugljena. Uvođenje reakcione mešavine se pri tome vršilo kroz bočni otvor ispod ogleđala šljake pomoću klipa, koji se kreće tamo i amo.

Sar se na iznenadjujući način pokazalo, da je kontinualno uvođenje reakcione mešavine moguće pomoću metalne, prvenstveno gvozdene šuplje elektrode, postavljene u osi peći, dakle upravno na ogleđalo šljake. Pri tome reakcija počinje već u najnižem delu elektrode, dakle odmah iznad mesta prelaza struje ka tečnom ogleđalu šljake odnosno ka mestu započinjanja svetlosnog luka uz obrazovanje zatvarajućeg svoda iz sinterovanih odn. rastopljenih reakcionih zaostataka, koji s jedne strane sprečava padanje na niže iznad toga nalazeće se mešavine u žitku šljaku i bez primene naročitih vezujućih sredstava, ali s druge strane pak usled svoje srazmerno dobre sprovodljivosti obezbeđuje prelaz struje, odn. započinjanje svetlosnog luka na celoj površini preseka elektrode.

Koristi ovog postupka u odnosu na poznati postupak sastoji se s jedne strane u tome, što se reakciona zona nalazi slobodno nad rastopinom šljake, tako, da razvijajuće se magnezijumove pare brzo i nesmetano odilaze odn. se na po sebi po-

znat način mogu pomoću struje vodonika voditi iz peći u kondenzacioni prostor. Dalje u reakcionom prostoru ne postoje nikakvi delovi, koji sadrže ugljenika (grafitne elektrode), tako, da potpuno otpada mogućnost reoksidisanja obrazovane magnezijumove pare oksidom ugljenika. Najzad se vrši i dodajuće pomeranje elektrode uz izostanak mehanički kretanih delova čije se zaptivanje može teško izvoditi pošto reakciona mešavina u šupljoj elektrodi sama deluje zaptivajući. Pretvaranje se izvodi, kao što je pokazalo iskustvo, potpuno mirno i ravnomerno.

Mleveni i dobro izmešani dodavani materijal može biti rastresito unošen u šuplju elektrodu. Čvrsto nabijanje ili dodavanje naročitih vezujućih sredstava uopšte nije potrebno; ipak mogu datom slučaju kao vezujuće sredstvo biti u malim količinama upotrebljene bezvodne neorganske soli, naročito hloridi kao $MgCl_2$. Uopšte se pokazuje kao podesno, da se u interesu jednostavnog uklanjanja oksidnih reakcionih produkata iz peći radi sa retko tečnom šljakom, koja se može ispuštati što se najjednostavnije izvodi na taj način, što se reakcionoj mešavini bez promene povoljnog odnosa od 4 mola baze (MgO , odnosno $MgO + CaO$) na 1 mol silicijuma dodaje silicijumova kiselina (pesak) ili aluminijumov oksid odnosno gлина, u datom slučaju i fluorit. Ovim se jednovremeno potpomaže dobro izvođenje zatvarajućeg svoda na donjem kraju elektrode. Od vezivanja reakcione mešavine sa inače uobičajenim materijama, koje sadrže ugljenika, kao katanom, smolom i dr. se ipak svesno odstaje, da bi se izbeglo postajanje ugljenoksida pod svima okolnostima. Dok je u šupljim elektrodama manjeg prečnika zatvarajući svod bez daljeg u stanju da nosi teret iznad njega nalazećeg se rastresitog još ne pretvorenog dodavanog materijala, pokazuje se kod većeg prečnika elektrode kao korisno dodavanje metalnih materija, odnosno uložaka (magnezijumovih, gvozdjenih ili aluminijumovih strugotina, limanih traka i dr.) ka unošenom materijalu u cilju povećanja održavanja u vezi ovoga i radi poboljšanja započinjanja svetlosnog luka.

Sama šuplja elektroda se podesno sastoji iz gvoždja ili aluminijuma i pomera se napred u peć u meri stapanja na njenom kraju, pri čemu se ona na po sebi poznat način navarivanjem dopunskih komada na gornjem kraju beskonačno nastavlja. Peć može raditi ili pod vakuumom ili biti snabdevena sa atmosferom inertnog gasa (vodonikom), podesno uz mali nadpritisk; šljaka koja se prikuplja na dnu i metal, ko-

ji se topi sa elektrode se s vremena na vreme ispuštaju.

Primer. — U jednu zatvorenu električnu šahtnu peć koja je snabdevena gvozdjenom elektrodom na dnu, i koja je predstavljena u rad pomoću kroz tavanicu uvedjene ugljene elektrode prethodno zagrejana na približno $1200^{\circ} C$, uvodi se reakcionom mešavinom punjenja, najpre na donjem kraju limanom pločicom zatvorena, gvozdjena limana cev namesto ugljene elektrode i vezuje se sa sprovodnikom struje. Fino samlevena reakciona mešavina se sastoji iz 25 delova ferosilicijuma (90-procentnog) i 100 delova pečenog dolomita sa 33% MgO i 10 delova silicijumove kiseline (peska). Kod priključivanja napona od 50 volti nastaje odmah sprovod struje, i vrši se kontinualno stapanje elektrode uz ravnomerno razvijanje magnezijumove pare. Šuplja se elektroda u meri trošenja dopunjujući podešava tako, da se jačina struje održava na što je moguće ravnomernijoj visini. Jednovremeno se peći kroz bočni dovodni kanal dovodi vodonik; razvijajuće se magnezijumove pare se pomoću ovoga vode u kondenzacioni prostor, gde se na po sebi poznat način kondenzuju u metalni magnezijum. 100 delova dolomita su dali iskorišćenje od 16 delova metalnog magnezijuma. Utrošak struje je iznosio na 12,5 kWh/kg Mg. Obrazujuća se šljaka uglavnom sastojala iz kalcijevog silikata i zadržala je još samo mali procenat MgO .

Uvođenje materijala u električnu peć kroz šuplju elektrodu iz ugljenika je po sebi poznato. Ali se kod poznatog načina rada ipak pretvaranje dodavanog materijala, koji se kroz elektrodu kao rastresita mešavina uvodi u kontinualnom toku u peć, vrši u ognjištu, tako, da šuplja elektroda u ostalom služi jedino kao dovodnik za struju i odgovarajući i samo u meri svog utroška treba da se kao takva dopunjuje. Nasuprot ovome kod ovog postupka metalni, dakle topljivi elektrodni omotač i dodavni materijal, bar na mestu započinjanja svetlosnog luka, obrazuju jednu jedinstvenu celinu; pretvaranje se vrši na donjem kraju elektrode, sa kojeg stopljeni zaostatci šljake otiču u ognjište peći, i naknadno podešavanje elektrode mora se vršiti u meri utroška unošenog materijala.

Patentni zahtevi:

1.) Postupak za redukovanje sirovina, koje sadrže magnezije, u električnoj peći pomoću silicijuma (ferosilicijuma) i/ili aluminijuma i drugih redukcionih sredstava, koja ne daju nikakve gasovite oksidacio-

ne produkte, naznačen time, što se uvodje-
nje reakcione mešavine u peć vrši pomoću
metalne šuplje elektrode.

2.) Postupak po zahtevu 1, naznačen
time, što se reakcionoj mešavini dodaju
materije koje povećavaju održavanje u ve-
zi elektrodnog punjenja, kao neorganske
soli, naročito hloridi i/ili metalni primesci

kao magnezijumove, aluminijumove ili
gvozdene strugotine i t. sl.

3.) Postupak po zahtevu 1 ili 2, na-
značen time, što se reakcionoj mešavini do-
daju materije, koje snižavaju tačku to-
pljenja, kao silicijumova kiselina (pesak),
aluminijumov oksid (glina) ili fluorit.

KLASA 40 (4)

IZDAN 1 OKTOBRA 1937.

PATENTNI SPIS BR. 13580

American Magnesium Metals Corporation, Pittsburgh, U. S. A.

Postupak za elektrolitičko dobivanje magnezijuma.

Prijava od 21. novembra 1936.

Vešt od 1. maja 1937.

Naznačeno pravo privredna od 10. januara 1936 (Austrija).

Priznato je za izum za elektrolitičko dobivanje magnezijuma redukcijom oksida magnezijuma jedinjenja, različitih upotrebnih sredstava kao redukcionog sredstva. U ovom poslednjem slučaju reakcija nastupa tek pri temperaturama, koje se nalaze daleko iznad tačke ključanja metalnog magnezijuma, stoga se oslobodeni metal dobija u vidu para, i to u mešavini sa ekvimolekularnim količinama ugljen-oksida, koje se obrazuju u ugljenovom plinu sa magnezijumove pare pri temperaturama, koje se nalaze iznad tačke ključanja magnezijuma. Ovakvo postupanje omogućava dobivanje magnezijuma u vidu para, bez upotrebe drugih sredstava, kao što su ugljenov ili gasoviti redukcioni produkti, koji se u vidu para i gasoviti redukcioni produkti do napuštaju redukcionog prostora održavajući na tako visokoj temperaturi, da savršena reakcija $MgO + CO = Mg + CO_2$ potpuno bude pomerena udesno, i da se pri reakciji produkti pri ulasku u drugi reduk-

cionog prostora razblaše dovodom suve ili vlažne kisele pare ili redukcijom gasova i da se gasovi ohlade na temperaturi, pri kojoj su metalni magnezijum i ugljeni oksid jedan pored drugog postojani. Reakcija se vrši sa postupno upotrebljivom brzinom tek pri temperaturama preko 2000°C i postaju se uslovi temperature sigurni postati tek kad ove temperature sigurno premaže 2500°C. Po gore pomenutom postupku mora dati parni prazni prostor i elektrolitičko sredstvo redukcionog sredstva, koje se koristi u toku postupka, da se magnezijum odmah od para i gasova do napuštaju vidnog prostora peći ne ohladi opod za redukciranje metala opadne pradiće temperature. Ova dva uslova zadovoljava postupak po ovom priznanju na da sada nepostignuti učin.

Po priznanju se mešavina oksidnog magnezijumovog jedinjenja i kalnog redukcionog sredstva, dodajući malih količina kalnog sredstva vezujućeg sredstva kao plastičnom i drveći se u drugi redukcionog prostora uz postupno povećanje brzine tako, da bez iz plastičnog materijala sredstva nastaju.

Vešt je poznato, da se materijal za napajanje elektrolitičkog sredstva može dovesti u obliku stuba sive mešavine, koji se pomera odavde na gore. Dalje je vešt predloženo, i to naročito i za redukcijom oksidnog magnezijumovog jedinjenja sa ugljenom, da se siva mešavina za napajanje odzida tako kroz u elektrolitičkoj peći, da se pomoću transportnih sredstava udio u sivoj mešavini do visoke redovnosti po-

