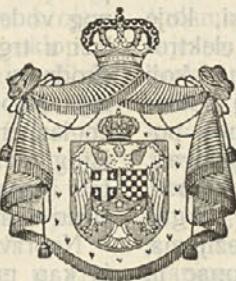


KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 75 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 15. Avgusta 1924

PATENTNI SPIS BR. 2052

EDGAR ARTHUR ASHCROFT, INŽINJER I HEMIČAR, LONDON.

Postupak i sprava za elektrolitičko rastavljanje suhog magnezijum hlorida i za proizvodnju magnezijuma i hlorja.

Prijava od 15. decembra 1921.

Važi od 1. avgusta 1923.

Pravo prvenstva od 9. jula 1919 (Engleska).

Glavnim je predmetom pronalaska postupak i naprava, pomoću kojih se elektrolit, koji se sastoji isključivo od praktički isključivo od suhog magnezijum hlorida, rastavlja na svoje elemente (magnezijum metal i hlorni plin) i dobija magnezijum metal u čistom stanju.

Poznato je, da elektroliska proizvodnja mettalnog magnezijuma samo od magnezijum hlorida, nikada nije bila praktično moguća i da se je zato u elektroliskoj stanicu općenito upotrebljavala dvoguba so magnezijuma i kalijuma i sl. n. pr. karnalit, kojem se je često dodavao kalcijum fluorid, pri čem tude soli služe kao tekuća srestva. Nadalje je (radi prisutnosti ovakovih soli kao tekućih srestava) kod poznatih postupaka općenito običajno, da se stanica periodički otvor i magnezijum dobija tako, da se pušta, da se taloži u elektrolitu, pa da se onda otvrđnuti elektrolit razbije i iz njega izvadi magnezijum, koji se onda ponovnim taljenjem čisti.

Ovi su postupci vanredno skupocjeni i dugotrajni i uz to imade prisutnost drugih metalnih soli u elektrolitu prema poznatim zakonima o reakciji mase i elektrolitičnoj disocijaciji, tu neminovnu posljedicu, da se u magnezijumu stalože nečistoće, a nečistoće su neizbjegive i uslijed čestog otvaranja stanice.

Predlagala se je i uporaba sastavljenih elektrolita spomenute vrste, pa primanje metala u više elektropozitivnom metalu, te ga onda sekundarnom elektrolizom iz ovoga izvući. Za tu svrhu predlagani elektropozitivni metali jesu bakar, aluminijum i kalaj. Poskusima se je ustanovila, da se ni po jednoj od ovih kom-

binacija ne može dobiti čisti metal. Postupak prema pronalasku dade se izvesti kako slijedi.

Uzima se dvostanični elektrolitski aparat, kod kojega se svaka stanica sastoji od ljevanog čelika, a stanice su jednake i što se tiče oblika i izvedbe, ali su jedna naprama drugoj smještene pomaknute za 180°. Na dnu ove stanice nalazi se masa od taljenog olova (dobro je, da bude legirano sa 5—10% magnezijuma), čiji se nivo pomoću brane, koja ide popreko kroz stanicu, podržava konstantnim, a stoji u vezi s prostorom za ulaznje. Drugi dio stanice stoji u vezi s prostorom za izlaženje. Onaj dio stanice, koji je izložen taljenom elektrolitu, obložen je sa u vatri stalnim materijalom, n. pr. s u vatri stalnom ilovačom, magneziskim opekama ili pećnjacima. Primarna stanica imade poklopac, iz kojega sižu prema dolje anode poglavito od grafita, koje su s poklopcom u elektrolitskoj vezi, ali su od stanice izolirane. Primarni elektrolit nalazi se iznad magnezisko-olovne legure a sastoji se od suhog taljenog magnezijum hlorida samog ili praktično uzevši samog, u koliko se to tiče uvedenja škodljivih nečistoća u proizvod. Elektrolit se prolazom struje istroši, pa se dodaju nove količine kristaliničnog, suhog magnezijum hlorida, da se taj elektrolit podržava na istom nivou, dok olovna legura prima proizvedeni magnezijum.

U sekundarnoj se stanci obavlja obratni postupak. Na dnu stanice metnuta je iznad legure neiztrošena i nepromenljiva elektrolitska masa, koja se takođe sastoji isključivo

ili praktično isključivo od magnezijum hlorida. Poklopac ove stanice providjen je s elektrodama iz žejjeznih ili čeličnih šipki, koje sižu dolje i utakaju se u sekundarni elektrolit, te primaju talog od magnezijuma, koji pliva u spomenutom elektrolitu. Ovaj poklopac dobro da je providjen s djelimičnim poklopčićima, koji se dadu posebice otstranjivati, a pokrivaju otvore na glavnem poklopcu, tako da je od vremena do vremena moguć pristup u stanicu radi vađenja magnezijuma, a da se ne mora izdici glavni poklopac ili tečaj postupka i kako poremetiti. Sekundarni se elektrolit neprestano obnavlja rastopinama svežeg magnezijuma od legure.

Za vreme dok prolazi struja, obavlja se u primjerenim razdeobama izmijena legura između primarne i sekundarne stanice pomoću prikladnih naprava n. pr. istovremenim pretakanjem ili drugim načinom prenašanja taljene legure iz jednog prostora u drugi kod za to određenih krajeva susjednih stanica.

Na taj je način postupak prema pronalasku i kontinuiran dade se izvadati najmanjom mjerom rada i uz dugotrajanu uporabivost naprava. Kao jedini materijal upotrebljava se suhi magnezijum hlorid i to kvantitativno prema proizvedenom magnezijumu. Isto se tako razvija kvantitativno i hlorni plin. U sekundarnoj se stanicu magneziski proizvod dobija takođe kvantitativno i u velikom stupnju čistoće.

Da se pokaže silno poboljšanje postupka po pronalasku naprava dosele uporabljenim postupcima, daju se slijedeći podaci, do kojih se je došlo kod praktične izvedbe, ali je jasno, da sve nije ograničeno na ove detalje. Mjera učinka struje 90—95%; napon na spojkama primarne stanice 4—6 volta, već prema uzetoj gustini struje. Napon na sekundarnoj stanci 1—2.5 volta, već prema uzetoj gustini struje. Uporabljena gustina struje može shodno da bude takova, da suvišak razvijene energije dostaje, da se sadržina stanice podržava rastaljena. Kao najshodnije našlo se je slijedeće:

Za aparat sa 5000 ampera uzme se jedno 20 anoda, najbolje od grafita, sa jedno 7.5 cm promjera, koje su oko 7.5 cm utaknute u elektrolit, a oko 2.5 cm udaljene od površine katodske slitine metala. U sekundarnoj stanci najbolje je uzeti 4 poklopcu, koji se dadu skidati, od kojih je svaki providjen sa jedno 70 katoda od željeza ili čelika, koje su upravljene prema dolje, a svaka imade oko 1 cm promjera i utaknuta je oko 1.2 cm u elektrolit, dok udaljenost od površine anodske slitine metala iznosi 1.8 cm. U ovim se prilikama dobija napon kod spojki primarne stanice od 6 volta, a kod sekundarne stanice od 2 volta. Temperatura obej stanicu podržava se na 750°C, kod koje se dobivaju najbolji rezultati.

Suhi magnezijum hlorid, koji služi kod pronalaska, može se od običnog kristaliničnog vodenog magnezijum hlorida, kako dolazi u trgovini, dobiti tako, da se podvrgne shodnom postupku za sušenje odn. dehidraciji. Napose uzima se postupak, opisan u engleskom patentu br. 152, 401 prijava od istog dana. Ovaj suhi magnezijum hlorid se tali i upotrebljava sam za sebe (odn. praktično sam) kao elektrolit.

Naprava za izvedenje postupka prikazana je kao primjer na nacrtu, gde je fig. 1 uzdužni prerez, fig. 2 pogled i fig. 3 poprečni prerez. Naprava se sastoje od primarnih i od sekundarnih stanica (najbolje od lijevanog čelika), koje su po svojim stranicama međusobno elektrolitski spojene. Ovaj je spoj pokazan kod x. Stalice mogu da budu posve jednakog oblika i izvedbe, izuzevši elektrode i poklopce, čija je izvedba dolje opisana.

Svaka se od ovih stanica sastoje od jednog glavnog dijela, prave stanice (koja je označena sa 1 odn. 2). Ovaj glavni dio spojen je na dnu pomoću kanala 4 i 5 s prostorima 6 i 7, koji leže nasuprot, a od kojih služi jedan za dovodnju olovno-mogneziske slitine, a drugi za njenu odvodnju. Pred kanalom, koji vodi iz glavnog dijela u prostor 7, načinjena je u glavnoj stanci brana 8, koja ide u njoj poprijeko od jedne stijene do druge, a tako je visoka, kako visoko slitina mora da se uzdiigne. Stijene glavne stanice su više, da može stati unutra taljeni elektrolit i da bude prostora za hlorni plin odn. da nose anode 9 kod primarne i katode 10 kod sekundarne stanicu pomoći izolovanih poklopaca 11 i 12, koji zatvaraju svaki svoju stanicu.

Dio glavnih stanica 1 i 2, koji leži iznad tjemenske površine brane 8, mora da bude obložen ilovačom 13, koja je stalna u vatri ili s kojim drugim u vatri stalnim zaštitnim srestvom, a tako i donje strane poklopaca moraju biti zaštićene sličnim srestvom. Stalice su u parovima ili u grupama parova smještene tjesno jedna uz drugu tako, da se iz primarne stanci vađena slitina dade lako prenašati u sekundarnu stanicu 2 i obratno. Primarna stanca 1 imade najbolje iz grafita sastojeće anode 9, a njena se katoda sastoje od olovno magneziske slitine, dok su u sekundarnoj stanci 2 predvidene katode 10 od željeza ili čelika, a olovno-magnesiska slitina tvori anode. Kod ovog dvostaničnog namještenja prolazi struja u seriji kroz obe stanice 1 i 2, pri čem tvore anode 9 prve stanice pozitivni pol, a željezne ili čelične anode 10 u sekundarnoj stanci 2 negativni pol para, dok masa taljene slitine prestavlja sekundarnu ili među-elektrodu. Svaki željeni broj ovakvih parova stanica, dade se po potrebi u seriji uklopiti.

Anode 9 najbolje je pričvrstiti u izrezima 11 primarne stanice 1 kitom ili sl. a njen je električni spoj osiguran stanovitim brojem shodnih vodića 14, koji vode k poklopcu, koji leži u kružnici električne struje. Električni se spoj brzo uspostavlja tim načinom, da se odgovarajući krajevi vodića 14 uvođe u otvore poklopca, a drugi krajevi u odgovarajuće žlebova anoda 9, koji se utori rapi dobrog električnog spoja izljevaju s taljenim olovom.

Katode 10 smještaju se najbolje u grupama pomoćnih poklopaca 15, u svakom primjeren broj (n. pr. 4), koji su poklopci metnuti na otvore glavnog poklopca 12, koji leži u krugu električne stuje, a priljkiveni su gipkim vodićem 16 za glavni poklopac 12, tako da se može svaki pomoćni poklopac sa svojom grupom katoda 10 pomoću ručke 17 dići i opet postaviti na svoje mjesto a da se ostala naprava smeta u njenoj funkciji. Kada se radi s ovim stanicama, prede jedan dio slitine, jer se je volumen pridolaskom magnezijuma povećao, preko tjemena brane 8 u susjedni prostor, od kuda se dade odvoditi i kroz odgovarajući prostor uvoditi u sekundarnu stanicu 2. U razmacima vremena preći će odn. prenijeti će se, kako će se kasnije opisati, cijela slita u jedne stanice u drugu. Elektrolitično djelovanje struje proizvada u sekundarnoj stanci staloženje metalnog magnezijuma na željeznim ili čeličnim katodama, pri čem taj metalni magnezijum pliva u rastaljenom stanju na elektrolitu. Budući da je ovaj magneziski metal prost od nečistoća, što je bitna prednost napram drugim postupcima za proizvodnju magnezijuma ne treba ga podvrći ponovnom taljenju nego se može izcrpiti iz stаницi i n. pr. neposredno potrijebiti u željene oblike ili u ekstruzionom postupku. Primjetilo se, da se s magneziskim metalom ne staloži i olovo i da čisti, odn. kako je spomenuto, praktično čisti elektrolit od magnezijum hlorida ne rastvara niti staloženi magnezijum, niti olovo slitine, tako da se postizava savršen ili gotovo savršen stupanj učinka struje. Provodivost je takođe vanredno dobra. Kada se radi s ovim stanicama, mora se puštati, da slita za neko vrijeme dok prolazi struja, od prilike za 6 sati, miruje. Za to vreme ostaje napon na staničnim spojkama konstantan, jer, kako se je pronašlo, slabo nabiranje slitine u sekundarnoj stanci povisuje otpor u istoj mjeri, u kojoj ga prikljanjanje magnezijuma oko katode umanjuje. Magneziski metal pliva u velikim količinama u rastaljenom elektrolitu. Kada se je u sekundarnoj stanci nabralo dosta magnezijum metalala, izdižu se uzastopce maleni poklopci sa svojim katodama, pa se

onda dade magnezijum lako sa žlicom od elektrolita izvaditi i onda se poklopci s katodama opet metnu natrag na svoje staro mjesto, a da se pri tom prolaz struje nije prekinuo. Cijeli taj postupak iziskuje samo nekoliko minuta. S vremena na vreme — naročito iza spomenutog vodenja magnezijuma) prenaša se slita brzo iz stаницe u stanicu, tako, da se n. pr. vadi slita iz odgovarajućeg prostora primarne stанице i ulije u odnosni prostor prikopčane sekundarne stанице. U tu su svrhu, kako je prije navedeno, prednji prostori stанице namješeni za 180° skrenuti jedan prema drugom. Naravno da tomu služiti mogu i druge mehaničke naprave ili shodno namješteni spojni kanali, da se slita privede iz jedne stанице u drugu. Otvori 18 i 19 u poklopцима stаницa služe za umetanje elektrolita.

Patentni zahtjevi:

1. Postupak za proizvodnju magneziskog metalala i hlorida, naznačen time, da se sam suhi magneziski hlorid u jednoj stanci pomoću elektrolize rastvara, pri čem se uz izlučenje hlorida, staloži magnezijum na katodi iz taljenog olova ili iz olovno-magneziske slite, a onda se u drugoj stanci elektrolizira suhi magnezijum hlorid, u kojoj je stanci ova slita anađa, a metalni se magnezijum katodski, plivajući u elektrolitu, i čist naslaže.

2. Naprava za izvedenje postupka prema zahtjevu 1), naznačena time što ima dvojčanu stanicu, sastavljenu iz primarne i sekundarne stанице, u kojoj se elektrolit sastoji iz samoga ili praktično uzeto, samoga magnezijum hlorida.

3. Naprava prema zahtjevu 2), naznačena time što ima u parovima namještene, u serijama uklopljene stанице, od kojih imade svaka poprečnu branu za određenje visine slite i prostore za umetanje i izvođenje, koji su pomoću kanala na dnu u vezi sa stanicama, zatvorenim poklopциma, čije su stijene više od brane, a služe za primanje rastaljenog elektrolita i plinovitih proizvoda, koji nastaju pri rastvaranju elektrolita. Pri tom imade poklopca primarne stанице anode iz grafita ili drugog prikladnog materijala, a poklopac ili poklopci sekundarne stанице željezne ili čelične katade.

4. Naprava prema zahtjevu 2 ili 3, naznačena time, što katode sekundarne stанице nose u grupama pomoćni poklopci, koji zatvaraju otvore u srujinom krugu ležećeg glavnog poklopca, a spojeni su gipkim vodićem struje s glavnim poklopcom tako, da se svaki pomoćni poklopac sa svojom grupom katoda dade izdizati i opet metnuti na svoje mjesto, a da se ne smeta funkciji ostalog naredaja i bez prekidanja električne struje.

Fig. I.

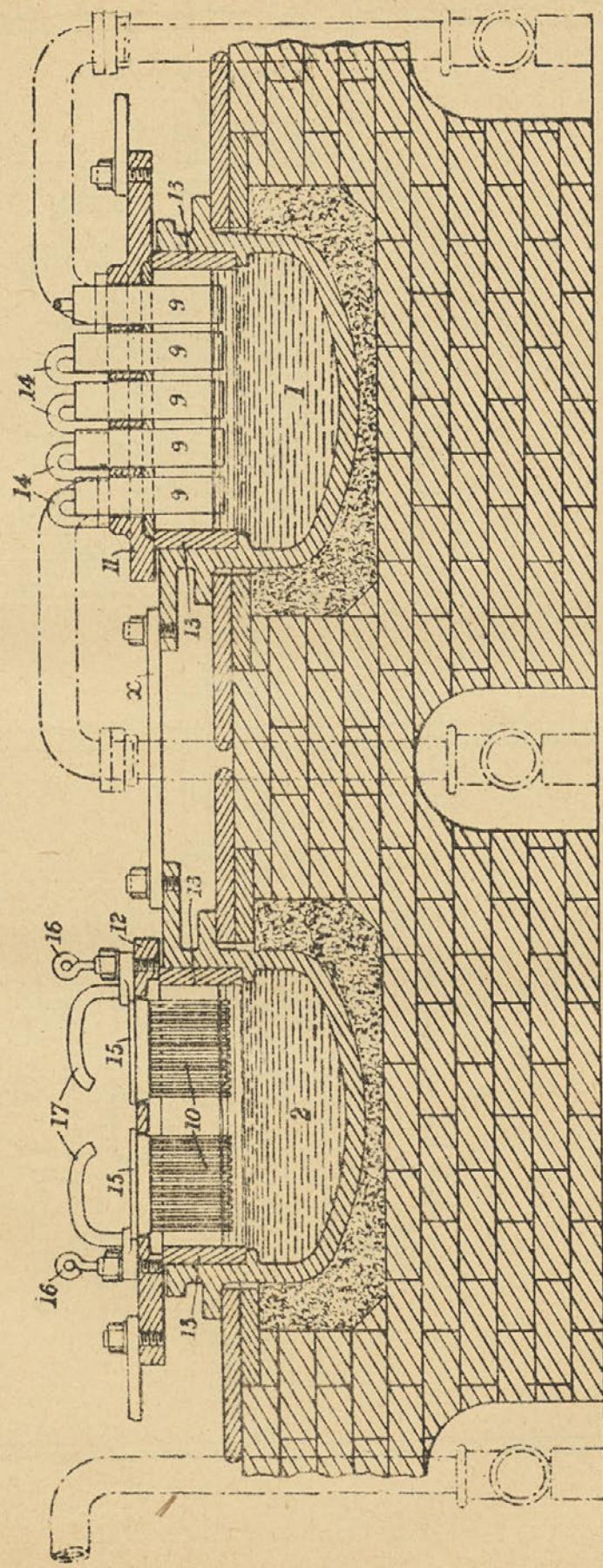


Fig. 2.

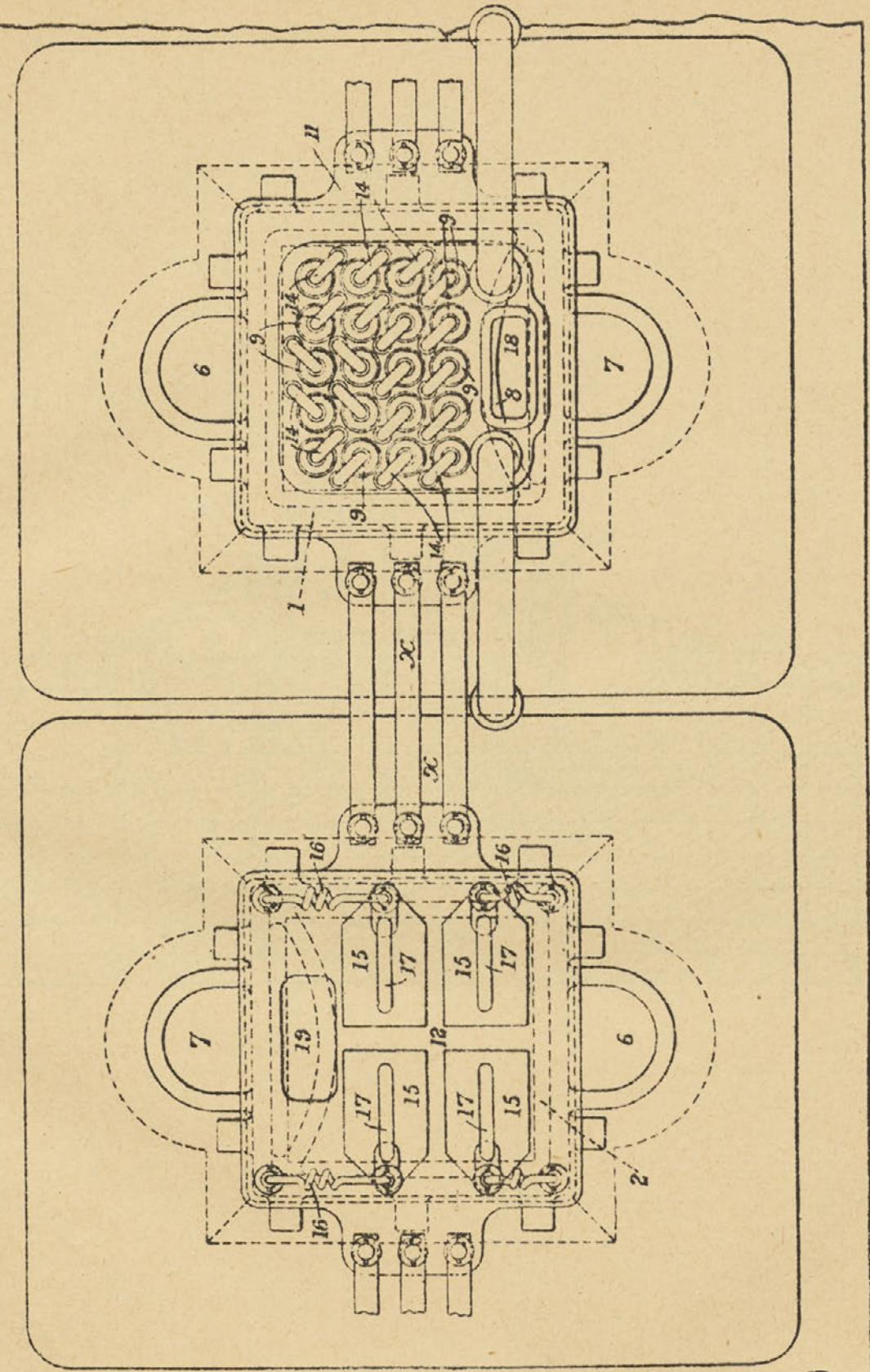


Fig. 3.

