

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

RAZRED 12 (8)

IZDAN 1 DECEMBRA 1938.

PATENTNI SPIS ŠT. 14475

Berghaus Bernhard, Berlin — Lankwitz, Nemčija.

Postopek za izvajanje kemičnih reakcij.

Prijava z dne 20. novembra 1937.

Velja od 1. julija 1938.

Zahtevana prvenstvena pravica z dne 28. novembra 1936. (Nemčija).

Izum se nanaša na postopek za izvajanje kemičnih reakcij, kateri se odlikuje s tem, da se trdni, tekoči ali plinasti oz. pari slični udeležniki reakcije, v danem primeru po fini porazdelitvi in mešanju, dovedejo do reakcije pri podtlaku v prisotnosti materijala, ki je bil potom električne napetosti katodno razprašen, zlasti v prisotnosti kovine ali kovinskih zlitin. Kot udeležniki reakcije se pri tem morejo uporabljati anorganske ali organske snovi ali zmesi obojih. Reakcijski zmesi se morejo dodati tudi pomožne snovi kakor pomožni plini ali pomožne pare, katere se ne udeležijo kemične presnove kot take. Udeležniki reakcije se prednostno dovajajo v katodno razprašilno komoro in po prehodu skozi katodno razprašilno polje se odvajajo reakcijski produkti. Dovajanje organskih ali anorganskih udeležnikov reakcije se more prednostno vršiti skozi otlo katodo, dočim se reakcijski produkti odvajajo na primer skozi otlo anodo. V mnogo slučajih je priporočljivo, da se udeležniki reakcije pred vstopom v katodno razprašilno polje predogrevajo. Po drugi strani se morejo udeležniki reakcije, kateri so občutljivi napram toploti, pred vstopom v katodno razprašilno polje ohlajevati.

Kot katode, ki naj se razprašijo, se morejo pri tem s pridom uporabljati kovine ali zlitine, katere na kemične procese učinkujejo katalitično. Pri tem se morejo uporabljati nizko-taleče se kakor tudi visoko-taleče se kovine vseh zlitin, kakor tudi lahke kovine ter težke kovine. Vrsta snovi, ki naj se razprašijo, kakor kovin, se pri tem ravna popolnoma po načina kemič-

nega procesa. Katodno razprašeni kovinski katalizatorji pri tem posedujejo napram znanim trdnim kovinskim katalizatorjem posebno dober učinek vsled izredno fine porazdelitve in istočasnega učinkovanja električnega polja, tako da se mnogi procesi zelo pospešijo. Razven tega je poraba katalizatorja zelo zmerna.

Katodne materijaliije, ki naj se razprašijo, kakor kovine ali zlitine, se morejo dodatno segrevati. S tem se poveča uprašitev v časovni enoti. Dodatno segrevanje katode se more izvesti potom tokovne toplote, n. pr. pri žičnih ali tračnih katodah, in potom segrevanja z uporom, n. pr. v tališčniku. Dodatno segrevanje katode se nadalje more izvesti potom visokofrekvenčnega kurjenja. Z odgovarjajočo razporedbo visokofrekvenčne kurjave se zasigura fina porazdelitev uprašenega materijala preko celokupne izpraznjevalne proge. Dodatno segrevanje katod, ki naj se razprašijo, se more nadalje izvesti potom kurjenja z oblokom. Ta način kurjave je posebno prikladen za materijaliije z visokim tališčem, zlasti za kovine, kakor volfram, remij, tantal, molibden, ozmij, rutenij, iridij, bor, hafnij, rodij, cirkon, titan itd. Dodatno segrevanje katod se more pri tem vršiti do blizu tališča kovin ali zlitin.

Z različnimi načini kurjenja se more regulirati reakcijska temperatura z ozirom na zaželjene kemične presnove. Kurjenje in razprašitev katode s pomočjo istosmerne ali izmeničnega toka se pri tem s pridom more izvesti menjaje oz. periodično. Pri kurjenju z izmeničnim tokom se more za razprašitev katod uporabljati

n. pr. utripajoča istosmerna napetost katere maksimalne vrednosti se pojavljajo približno takrat, ko kurilni tok menja svojo smer.

Kot udeležniki reakcije se morejo uporabljati anorganske ali organske kemične snovi ali zmesi obojih. Reakcijski produkti se morejo prednostno kondenzirati v hladilniku, kateri je priključen na katodno razprašilno komoro. Nekondenzirani reakcijski produkti se morejo zbirati v posodi za plin in se morejo eventualno voditi nazaj v reakcijski proces. Razume se, da se morejo uporabljati tudi drugi fizikalni ali kemični ukrepi za odločevanje reakcijskih produktov.

Katodno razprašene kovine se prednostno morejo združevati (povezavati v svežnje) in zbirati potom tuljave, skozi katero gre električni tok in katera povzroča magnetno polje ter obdaja reakcijsko cono. Na ta način se koncentracija kovine v reakcijskem prostoru zviša. Kot kovine ali zlitine, ki naj se razprašijo, se morejo razven lahkkih kovin s pridom uporabljati težke kovine ali zlitine težkih kovin, zlasti one z visokimi tališči, katere se sicer težko obdržijo v tako fini porazdelitvi. Posebna prednost postopka obstoja v tem, da se razprašeni katalizatorji proizvajajo sveži vedno kar naprej.

Pri postopku uporabljana razprašilna napetost, jakost toka, temperatura katod in temperatura reakcijske cone, kakor tudi višina podtlaka v reakcijskem prostoru se ravna po tem postopku po načinu kemičnih presnov. Tako se morejo uporabljati razprašilne napetosti od nekoliko 100 voltov do 100000 voltov ali več. Ugodno delovno območje je med približno 1000 in 10000 voltov napetosti. Jakost toka se ravna po priključenju napetosti in po velikosti in medsebojni razdalji katode in anode. Tako zadoščajo v majhnih aparatih pri napetosti 2000 voltov že tokovne jakosti od 1—50 miliamperov, dočim se v večjih aparatih uporabljajo jačji tokovi. Pri normalni katodni razprašitvi s katodami, ki niso bile predhodno kurjene, je možna uprašitev katalizatorja samo v tlačnem območju od približno 5 mm do 0,001 mm. Z dodatnim kurjenjem katod se vrši uprašitev tudi pri višjih tlakih. To je posebno ugodno tedaj, ako se hoče izvesti kemična presnova pri višjem tlaku kot odgovarja normalni katodni razprašitvi. Obdelovanje udeležnikov reakcije se more prednostno izvesti v območju maksimuma katodne razprašitve, katerega položaj n. dr. zavisi od vrste plinov, od temperature in tlaka. Na reakcijsko komoro priključen vakuumska črpalka skrbi, z odgovarja-

jočo regulacijsko pripravo za dovajanje udeležnikov reakcije, za to, da se ta tlak v reakcijskem prostoru vzdržuje. Tlak se pri tem more v reakcijskem prostoru samodelno krmiliti n. pr. s kontaktnim manometrom, ki je v zvezi z vakuumsko črpalko in dovajalno pripravo za udeležnike reakcije.

Izum se nadalje nanaša na pripravo za izvedbo postopka, katera obstoja iz katodne razprašilne komore s katodo in anodo, kateri sta napajani po izvoru napetosti za razprašitev, kakor tudi iz dovoda za udeležnike reakcije in odvoda za reakcijske produkte ter iz priključen vakuumske črpalke. Priprava prednostno obstoja iz prevrtane katode s perforirano razprašilno ploščo za dovajanje udeležnikov reakcije in iz prevrtane anode s perforirano anodno ploščo za odvajanje reakcijskih produktov. Priprava nadalje obstoja iz hladilnika, ki je priključen na odvodni prevod za reakcijske produkte, in iz zbiralne posode za kondenzat in plinske posode za odplin, kakor tudi iz shrabbene posode za udeležnike reakcije, iz reducirnega ventila in predogrevalnika oz. hladilnika v vodu od shrabbene posode k reakcijski terijala. Priprava nadalje obstoja iz kaskofrekvenčne kurilne tuljave ter tokovnega izvora za segrevanje razprašenih kovin in iz po nekem tokovnem izvoru napajane magnetne tuljave za usmerjevanje oz. združevanje razprašenega katodnega materijala. Priprava nadalje obstoja iz koturjena z uporom, ali iz katode z visokofrekvenčnim tokovnim izvorom, katera je kurjena s pomočjo visokofrekvenčne tuljave, ali iz katod, katere so kurjene s pomočjo obloka.

Na načrtu je izum pobližje obrazložen na štirih izvedbenih primerih in sicer kaže:

sl. 1 shematični presek skozi celokapno napravo za izvedbo kemičnih procesov;

sl. 2 presek skozi reakcijsko komoro s katodo, kurjeno z uporom;

sl. 3 presek skozi katodo, segrevano s pomočjo visokofrekvenčne kurjave in

sl. 4 presek skozi katodo, kurjeno s pomočjo obloka.

V sl. 1 je 1 katodna razprašilna reakcijska posoda, n. pr. iz stekla, porcelana ali kovine z odstranljivimi zatvori 2 in 3. V zgornjem zatvornem pokrovu je razporejena prevrtana katoda 4, ki je izolirana potom izolatorja 5, dočim je v spodnjem zatvornem pokrovu razporejena prevrtana anoda 6, ki je izolirana z izolatorjem 7. Katoda se na svojem koncu razširja in nosi perforirano razprašilno ploščo 8, dočim nosi anoda, katera se na svojem

koncu razširja po načinu lijaka, perforirano anodno ploščo 9. Skozi perforirano katodno ploščo se v reakcijski prostor dovajajo udeležniki reakciji, dočim se reakcijski produkti odvajajo skozi perforirano anodno ploščo, katera more obstojati iz sita. 10 je izvor napetosti za razprašitev, kateri je preko regulirnega upora 11 v provodni zvezi s katodo in anodo. 12 je posoda za zmes udeležnikov reakcije, katera je preko reducirnega ventila 13 in predogrevača oz. predhladilnika 14 — ob vmesni vključitvi izolatorja 15 — zvezana s preluknjano katodo. Katoda 4 more biti, da se prepreči nezaželjena uprašitev, v svojem zgornjem delu obdana od izolirne plasti, n. pr. stekla 16.

Na anodo sta, ob vmesni vključitvi izolatorja 17, priključena hladilnik 18 za kondenzacijo reakcijskega produkta ter zbiralna posoda 19 za kondenzat. Od zbiralne posode 19 vodi vod 20 k vakuumski črpalki 21, na katero je priključena plinska zbiralna posoda 22 za odplin, kateri se more v danem prmeru voditi nazaj v zbiralno posodo 12 za udeležnike reakcije.

23 je dovod za kakšen pomožni plin, kakor vodik, argon, dušik, ogljikov dioksid, ogljikovo kislino ali pod. 24 je manometer, ki kaže tlak v reakcijskem prostoru.

25 je tuljava, katera je napajana po izvoru 26 istosmernega toka in katera povzroča magnetno polje za zbiranje kovin, katere se uprašijo od katodne plošče 8.

27 je zaslonska plošča naprani visokofrekvenčni kurilni tuljavi 28, katera je eventualno hlajena z vodo in katera se napaja po visokofrekvenčnem izvoru 29 ter služi za segrevanje razprašene kovine. Izmenljiva katodna plošča 8 obstoja iz kovine ali kovinske zlitine, ki naj se razpraši.

V sl. 2 je 1 razprašilna komora z anodo 31, katera ima obliko lijaka in je opremljena s sitoni 30 in katera služi za odvajanje reakcijskih produktov. 32 je dovajalni vod za udeležnike reakcije, 33 je katoda, ki se more kuriti in ki obstoja iz žice, katera je kurjena preko vodov 34 po tokovnem izvoru 35 in to preko upora 36, ki se more regulirati. 10 je zopet izvor napetosti za razprašitev, kateri je preko upora 11 zvezan s katodo in anodo.

V sl. 3 je 37 prevrtana katoda, katera se napaja po visokofrekvenčnem izvoru 39 skozi visokofrekvenčno tuljavo 38, katera se more hladiti. 40 je tuljava za zbiranje uprašene kovine, katera je napajana po izvoru 41 istosmernega toka. 42 je dovod za udeležnike reakcije.

V sl. 4 sta 43 kovinski elektrodi obloka, kateri se moreta na običajni način krmiliti ter sta sklopljeni kot katoda naspro-

ti obročasti anodi 44. — 45 je tokovni izvor za obratovanje obloka. Ta tokovni izvor napaja oblok preko upora 46, ki se more regulirati. 47 je paralelno sklopljen potenciometer, katerega drsni kontakt 48 je zvezan z negativnim polom izvora 10 napetosti za razprašitev preko upora 11, katerega drugi pol je zvezan z anodo 44. — 53 je tuljava, katera se napaja po tokovnem izvoru 49 preko regulirnega upora 50 in katera služi za zbiranje uprašene kovine. 51 je dovod za udeležnike reakcije, 52 pa je odvod za reakcijske produkte.

V naslednjem bodi postopek поблиže obrazložen na enem izvedbenem primeru. V napravi glasom sl. 1 se je iz posode 12 dovajala skozi prevrtano elektrodo 4 v reakcijski prostor komore 1 zmes žveplovega dioksida (SO_2) in kisika (O) preko predogrevača 14, v katerem se je zmes segrela na 400°C .

Katodna plošča je obstojala iz platina, ki se je razpraševal s pomočjo napetosti 2000 voltov in jakosti toka 10 mA. V reakcijskem prostoru se je pri tej obdelavi tvoril anhidrid žveplene kisline, kateri se je odvajal skozi anodo 6. Tlak je pri tem znašal v reakcijskem prostoru 1 mm živosrebrnega stebra. SO_3 se je v posodi 18 zgoščeval in v posodi 19 zbiral.

Na podoben način se morejo izvesti tudi organske reakcije, n. pr. prevesti se more zmes ogljikovega dioksida in vodika v metan. Pri tem se uporablja zmes 1 volumna ogljikovega dioksida na najmanj 4 volumne vodika. Kot katalizator se katodno razprašuje nikelj. Reakcijska temperatura znaša $200\text{--}400^\circ\text{C}$.

Patentni zahtevi:

1) Postopek za izvajanje kemičnih reakcij, označen s tem, da se trdni, tekoči ali plinasti oz. pari slični udeležniki reakcije, v danem primeru po fini porazdelitvi in mešanju, dovedejo pri podtlaku do reakcije v katodni razprašilni komori v prisotnosti materiala, ki je bil potom električne napetosti katodno razprašen, zlasti v prisotnosti kovine ali kovinskih zlitin.

2) Postopek po zahtevu 1), označen s tem, da se udeležniki reakcije dovajajo v katodno razprašilno komoro in da se po prehodu skozi katodno razprašilno polje odvajajo reakcijski produkti.

3) Postopek po zahtevih 1) in 2), označen s tem, da se dovajanje organskih ali anorganskih udeležnikov reakcije vrši skozi eno elektrodo in odvajanje reakcijskih produktov skozi drugo elektrodo.

4) Postopek po zahtevu 1), označen s tem, da se udeležniki reakcije pred vstopom v katodno razprašilno polje predogrevajo.

5) Postopek po zahtevu 1), označen s tem, da se napram toploti občutljivi udeležniki reakcije pred vstopom v katodno razprašilno polje ohlajujejo.

6) Postopek po zahtevih 1) do 4), označen s tem, da se kot katode, ki naj se razprašijo, uporabljajo kovine ali zlitine, katere na kemične procese učinkujejo katalitično.

7) Postopek po zahtevih 1) in 2), označen s tem, da se katodno razprašene kovine ali zlitine med procesom s pomočjo visokofrekvenčnega indukcijskega polja segrevajo na temperaturo, katera je potrebna za reakcijo.

8) Postopek po zahtevih 1) in 6), označen s tem, da se katodne materijalije, kakor kovine ali zlitine, ki naj se razprašijo, dodatno segrevajo.

9) Postopek po zahtevu 8), označen s tem, da se dodatno segrevanje katode izvede potom segrevanja z uporom.

10) Postopek po zahtevu 9), označen s tem, da se dodatno segrevanje katode izvede potom visokofrekvenčnega kurjenja.

11) Postopek po zahtevu 10), označen s tem, da se dodatno segrevanje katode izvede potom kurjenja z oblokom.

12) Postopek po zahtevih 8) do 11), označen s tem, da se dodatno segrevanje katode vrši do blizu tališča kovin ali zlitin.

13) Postopek po zahtevih 1) do 5), označen s tem, da se kot udeležniki reakcije uporabljajo anorganske ali organske kemične snovi ali zmesi obojih.

14) Postopek po zahtevih 1) do 13), označen s tem, da se reakcijski produkti kondenzirajo v hladilniku, ki je priključen na katodno razprašilno komoro.

15) Postopek po zahtevu 14), označen s tem, da se nekondenzirani reakcijski produkti zbirajo v posodi za plin in da se v danem primeru vodijo nazaj v reakcijski proces.

16) Postopek po zahtevih 1) do 15), označen s tem, da se katodno razprašene kovine povežejo in zbirajo potom tuljave,

skozi katero gre električni tok in katera povzroča magnetno polje.

17) Postopek po zahtevih 1) do 6), označen s tem, da se kot kovine ali zlitine, ki naj se razprašijo, uporabljajo težke kovine ali zlitine težkih kovin, zlasti one z visokimi tališči.

18) Priprava za izvedbo postopka po zahtevih 1) do 17), označena s tem, da obstoja iz katodne razprašilne komore s katodo in anodo, kateri sta napajani po izvoru napetosti za razprašitev, ter z dovidom za udeležnike reakcije in odvodom za reakcijske produkte ter s priključeno vakuumsko črpalko.

19) Priprava po zahtevu 18), označena s prevrtano katodo s perforirano izmenljivo katalizatorsko razprašilno ploščo za dovajanje udeležnikov reakcije in s prevrtano anodo s perforirano anodno ploščo za odvajanje reakcijskih produktov.

20) Priprava po zahtevih 18) in 19), označena s hladilnikom, ki je priključen na odvodni provod za reakcijske produkte, ter z zbiralno posodo za kondenzat in plinsko posodo za odplin, kakor tudi s shrambeno posodo za udeležnike reakcije, reducirnim ventilom in predogrevačem oz. hladilnikom v vodu od shrambene posode k reakcijski komori.

21) Priprava po zahtevih 18) do 20), označena z visokofrekvenčno kurilno tuljavo ter izvorom toka za segrevanje razprašenih kovin.

22) Priprava po zahtevih 18) do 20), označena s po nekem tokovnem izvoru napajani magnetni tuljavi za usmerjevanje oz. povezanje razprašenega katodnega materijala.

23) Priprava po zahtevih 18) do 20), označen s potom upora dodatno kurjeno katodo ter tokovnim izvorom.

24) Priprava po zahtevih 18) do 20), označena s potom visokofrekvenčne tuljave dodatno kurjeno katodo ter visokofrekvenčnim izvorom.

25) Priprava po zahtevih 18) do 20), označena s katodami, katere so kurjene s pomočjo obloka.

Fig. 1

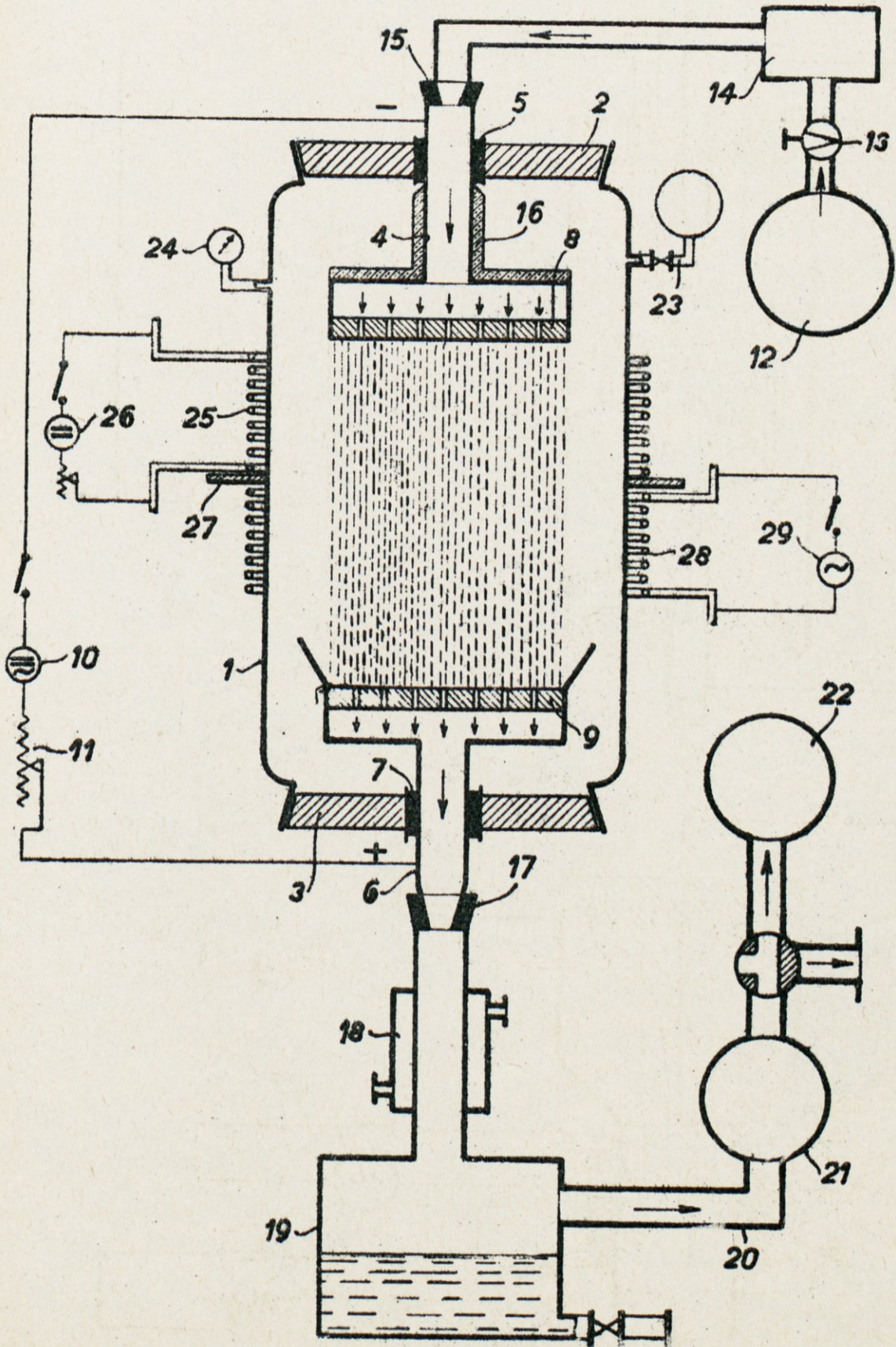


Fig. 2

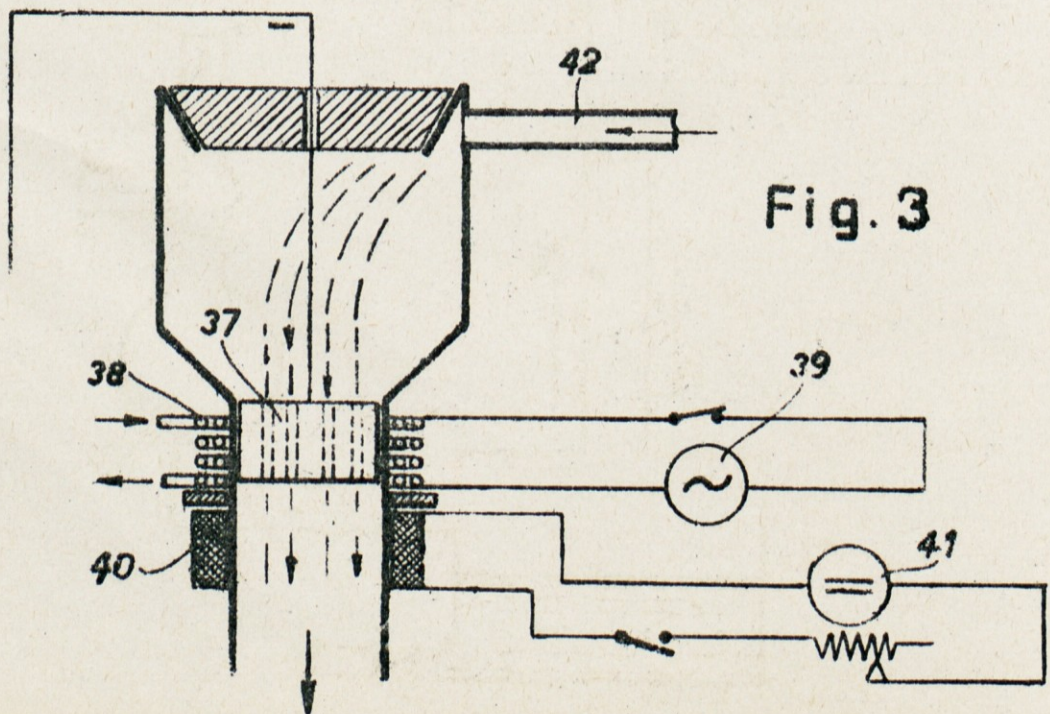
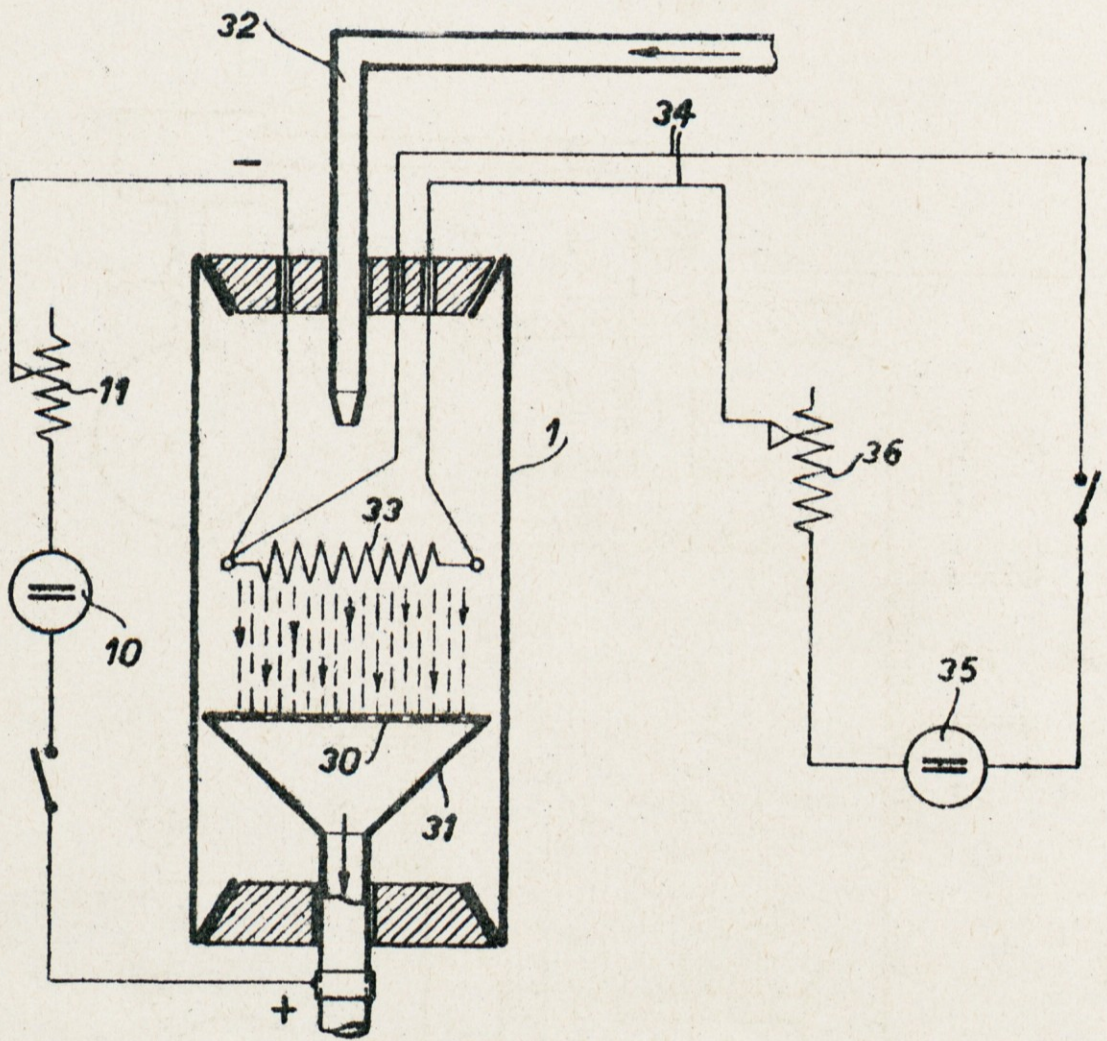


Fig. 3

Fig. 4

