

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

RAZRED 40 (3)

IZDAN 1 MAJA 1939.

PATENTNI SPIS ŠT. 14903

Seri Holding Société Anonyme, Luxembourg, Luxembourg.

Postopek za izdelovanje berilijevih zlitin.

Prijava z dne 5. junija 1937.

Velja od 1. decembra 1938.

Naznačena prvenstvena pravica z dne 29. aprila 1937 (Italija).

Predmetni izum se nanaša na pridobivanje berilijevih zlitin s poljubnimi določenimi vsebinami, v zvezi z enim ali več kovinskih elementov, ki so sposobni, da se vežejo z berilijem, med katerimi prevladuje vsaj ena težka kovina, neposrednim potom, v eni sami operaciji, izhajajoč iz berilijevih spojin.

Izum se nanaša na postopek, ki obstoja, gledano iz splošnega vidika, v izvršitvi izločitve berilija, izhajajoč iz njega spojina, zlasti njega fluornih spojin, s pomočjo kovin ali metaloidov, sposobnih, da sprostijo iz njih berilij, s tem da se pusti delovati množina kovine ali metaloida, ki praktično odgovarja stoichiometrično množini berilija, ki ga vsebuje obdelovana spojina, v svrhu, da se doseže, s pomočjo kolikor mogoče kvantitativne izmenične reakcije, sprostitev praktično celotnega berilija iz obdelovane spojine. V splošnem se veže ta berilij potom iste operacije, — s tem, da se vrši operacija v navzočnosti ene ali več kovin (ali eventualno metaloidov), sposobnih, da se vežejo z berilijem, med katerimi prevladuje vsaj ena težka kovina, — v obliki berilijevih zlitin z določenimi vsebinami.

Težkoče kemičnega in termičnega značaja, na katere se naleti pri razstavljanju berilijevih spojin s termokemičnem obdelovanjem, izhajajo predvsem iz dejstva, da se nastopajoče izmenične reakcije zelo hitro omejijo, oziroma da povzročajo tvorbo produktov, ki ovirajo, da bi se izmenjava nadaljevala pod pogoji, pod katerimi se mora delati. S tehničnega vi-

dika so te težave povečane vsled lahkote berilija, ki se nagiblje, da plava na stekleni peni in ostaja ločen od vsake navzoče težke kovine, dalje vsled visokega berilijevega tališča in vsled dejstva, ker berilij z veliko lahkoto oksidira oziroma tvori ogljikove spojine.

V očigled tem težkočam se je skušalo pomagati si s tem, da bi se zamenjalo termo-kemične obdelovanje z elektrolitičnimi postopki. Tudi tako se ni prišlo, predvsem vsled močno povišenih produkcijskih stroškov, do industrijsko zadovoljivih rezultatov in do možnosti realizacije izdelovanja v industrijskem merilu.

Nato se je posluževalo za pridobivanje berilija in njega zlitin termo-kemičnega postopka in se je obdelovalo potom zemno-alkalne kovine ali kovine kot je magnezij spojino berilijevega fluorida in sicer spojino dvojne soli berilijevega in alkalno kovinskega (natrijevega) fluorida, ki je manj bogata na natrijevem fluoridu kot je fluorni berilat $\text{BeF}_2 \cdot 2\text{NaF}$, to je dvojna sol berilij-natrijevega fluorida, kjer prideta na 1 mol berilijevega fluorida 2 mola natrijevega fluorida.

Ugotovilo se je dejstvo praktične nemogočnosti obdelovanja s fluornim berilatom na podlagi reakcije:

$\text{BeF}_2 \cdot 2\text{NaF} + 2\text{Mg} = \text{Be} + 2\text{Na} + 2\text{MgF}_2$
ki postane eksplozivna vsled sprostitve natrija, katero dejstvo je dalo pravi povod za obdelovanje s kompleksno fluorno spojino $\text{BeF}_2 \cdot \text{NaF}$ namesto s fluornim berilatom $\text{BeF}_2 \cdot 2\text{NaF}$, na podlagi reakcije:
 $2\text{BeF}_2 \cdot \text{NaF} + \text{Mg} = \text{Be} + \text{MgF}_2 + \text{BeF}_2 \cdot 2\text{NaF}$

Taka reakcija se je tu zdela mogoča vsled dejstva, ker se nahajajo navzoče množine natrijevega in magnezijevega fluorida v takem razmerju, da je ovirana reverzibilnost reakcije, ki bi vodila do sprostitve natrija. Vendar vodi, kot se je pokazalo, na ta način izvedena reakcija do izločitve le polovice berilija, ki se nahaja v obdelani spojini, v kovinsko stanje, medtem ko ostane druga polovica berilija v preostanku v stanju kompleksne spojine, ki se da ekstrahirati n. pr. v obliki fluornega berilata. Iz tega sledi močno zmanjšanje donosa obdelovanja in temu odgovarjajoče povišanje produkcijskih stroškov izdelovanja.

Problem izdelovanja berilija in njega zlitin v industrijskem obsegu pa je vseeno rešen na enostaven in praktičen način s postopkom, na katerega se nanaša predmetni izum, in to pod pogoji, ki podajajo redno pridobivanje berilija, na neposreden in popoln način v smislu kvantitativnih izmeničnih reakcij in vsled tega s povišanim ali celo totalnim donosom, ki dosega praktično 100% in to zlasti v stanju zlitin z vsaj eno težko kovino, z v naprej določenimi vsebinami in še posebno z višjo vsebino berilija od 25% oziroma s poljubno povišano vsebino, in to izhajajoč iz vseh berilijevih spojin, sposobnih, da se dajo razstavljati s kovino ali metaloidom, - bodisi da se te spojine nahajajo v rudah ali da se jih je pridobilo z obdelovanjem slednjih, — in še posebno izhajajoč iz fluornih berilijevih spojin.

V sledečem bomo označevali v svrhu poenostavljenja kovine ali metaloide, ki se jih - predvsem radi njihovih elektro-pozitivnih lastnosti, ki so elektro-pozitivnejše od berilija, — pusti delovati v svrhu izločitve berilija iz obdelovanih spojin, z izrazom „razstavljajoči“ elementi (kovine ali metaloidi).

Popolna izmenična reakcija se izvrši v splošnem potom enostavne talilne operacije. V to svrho se morejo mešati, n. pr. mrzlim potom, reakcijske snovi, in sicer berilijeve spojine in razstavljajoče kovine ali metaloidi, kakor tudi eventualno kovine, ki naj se vežejo z berilijem, in se morejo enostavno skupaj taliti, pri čemer zagotavlja talilna operacija sama kemično spremembo potom dvojne izmenjave, — ki se jo doseže popolno in brez pomoči posebnih operacijskih sredstev, če se je oziralo na stoechiometrična razmerja, — in vezanje berilija z zlitinsko kovino ali kovinami.

Operacija se da izvršiti prednostno v električni indukcijski peči, n. pr. v peči z visoko frekvenco, treba pa poudariti, da so

ravnотako uporabljivi vsi delovni načini in že znane primerne naprave.

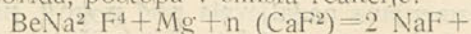
Kot berilijeve spojine, ki naj se obdelujejo, se dajo uporabljati, kot zgoraj navedeno, vse spojine — in ravnотako rude, ki vsebujejo berilij — sposobne, da se dajo razstaviti v postopku, ki tvori predmet izuma. Vendar se uporabljajo predvsem fluorne spojine, obstoječe n. pr. ali iz berilijevega fluorida ali iz dvojne soli berilija in alkalne kovine, v splošnem označene kot „alkalni fluorni berilat“ (n. pr. natrijev fluorni berilat), ali iz zmesi iz enostavnega berilijevega fluorida in alkalnega fluornega berilata. Potrebno je poudariti, da je berilijev fluorid, ki se uporablja, vode prosta fluorna spojina brez oksida, v nasprotju z običajnimi produkti, ki vsebujejo precejšnjo množino berilijevega oksida, ki se ne tali pri operacijski temperaturi in se ne da reducirati, in ki vsled tega ne dopušča celotne ekstrakcije berilija; berilijev fluorid je koristen za uporabo v tej obliki v mnogo slučajih predvsem vsled tega, ker povečava občutno talilnost žlinder, ki se tvorijo, in olajšuje na ta način ločitev kovinskega produkta od žlinder.

V ostalem se more imeti, v slučaju pridobivanja berilijevih zlitin, namen, da se, v svrhu znižanja talilnosti žlinder, v skladu z naravo zlitine, ki naj se dobi, dodajo žlindram alkalne ali alkalizirane, kisik ne oddajajoče soli, kot so n. pr. fluorne in klorove spojine.

Zgoraj označeni postopek se izvrši glasom izuma na način, da se obdeluje fluorna spojina berilija v navzočnosti ali v zmesi s fluorno spojino druge kovine, prednostno vsaj dvovalentne, kot je magnezijev fluorid ali fluorid zemno-alkalne kovine, ali druge dvovalentne kovine, ki je elektro-pozitivnejša od berilija.

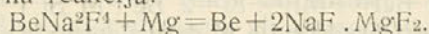
Pomen, ki ga poseduje operacija v navzočnosti take fluorne spojine zemno-alkalne kovine, magnezija ali druge kovine, zlasti v slučaju, če se obdeluje alkalni fluorni berilat, se da tolmačiti z dejstvom, da opravlja ta zemno-alkalna ali druga fluorna spojina vlogo nevtralizatorja, ki ovira sprostitvev alkalne kovine obdelovanega fluornega berilata; in vsled tega, ker se pusti delovati baš stoechiometrična množina razstavljajoče kovine oziroma metaloida, se doseže popolna izločitev berilija iz obdelovane spojine, ne da bi se riskirala sprostitvev alkalne kovine, n. pr. natrija.

Tako se n. pr., če se obdeluje natrijev fluorni berilat v navzočnosti kalcijevega fluorida, postopa v smislu reakcije:



+MgF²+Be+n (CaF²),
pri čemer deluje pridejani (CaF²) kot nevtralizator, vsled katerega ostane ves natrij vezan po fluorju.

Ker se uporablja pri tem za ekstrakcijo vsega berilija enega molekula BeNa²F⁴ samo en molekul Mg (namesto dveh molekulov Mg, ki bi jih zahtevala odgovarjajoča reakcija s sprostitvijo natrija), se izvrši pod najugodnejšimi pogoji kvantitativna reakcija:



Z eno besedo, uporaba dodatne fluorne spojine vsaj dvovalentne kovine, zemno-alkalne kovine ali magnezija, v katere navzočnosti se operira, ovira sprostitve natrija (ali druge alkalne kovine, ki jo vsebuje obdelovana berilijeva spojina), vsled dejstva, ker se ta zemno-alkalna ali druga fluorna spojina nagiblje, da se razstavlja preje kot natrijev ali drugi fluorid, in ker pospešuje s svojim fluor sproščujočim nagibom reakcije, ki zagotavlja vezanje fluorja z natrijem, zlasti v obliki NaF.

Dejstvo, da se vrši operacija glasom izuma v navzočnosti vsaj dvovalentne kovinske fluorne spojine kot nevtralizatorja, pomeni nadomestitev prebitka neuporabljene berilijevega fluorida, ki ga je zahteval zgoraj navedeni postopek, s tem fluoridom nevtralizatorjem.

Iz tega izhajajo zlasti sledeče prednosti:

1.) Razstavi se celotnost obdelovanih berilijevih spojin in ves berilij, ki se nahaja v njih, preide v stanje kovine ali zlitine;

2.) fluorna spojina zemno-alkalne kovine ali magnezija, v katere navzočnosti se vrši operacija, nevtralizira ali ovira reducirajoče delovanje natrijevega molekula (ali druge alkalne kovine obdelovane berilijeve spojine) in dovoljuje, da se izvrši popolna reakcija brez rizika eksplozije;

3.) cena zemno-alkalnega ali drugega fluorida je neprimerno nižja od cene odgovarjajočega prebitka berilijevega fluorida;

4.) steklena pena, sredi katere se tvori čisti berilij ali njegove zlitine in ki bi imela sicer višjo specifično težo, se da potom penjenja v tekočem stanju dovesti v tako stanje, da postane relativno lahka, tako da pospešuje aglomeracija in ločitev tvorjenih zlitin, tudi če imajo nižjo specifično težo kot je specifična teža imenovane steklene pene.

Kar se tiče množin reakcijskih snovi, ki naj se uporabljajo glasom izuma, se daje iste potom kalkulacije v naprej določiti v svrhu izvršitve željenih kvantitativnih reakcij. N. pr. so:

- A, množina obdelovane berilijeve spojine;
- B, množina berilijeve zlitine, ki naj se dobi;
- a, vsebina berilija v obdelovani berilijevi spojini;
- b, vsebina berilija v zlitini, ki naj se dobi;
- C, množina razstavlajoče kovine ali metaloida, ki naj deluje;
- E, kemični ekvivalent berilija;
- e, kemični ekvivalent razstavlajoče kovine ali metaloida, ki se uporablja.

Potrebne množine reakcijskih snovi, ki se jim mora v praksi kolikor mogoče približati, so sledeče:

Množina A berilijeve spojine, ki se naj razstavi, je določena s sledečo formulo:

$$A = B \times \frac{b}{a}$$

Množina C razstavlajoče kovine ali metaloida, ki jo je treba uporabljati, je določena z enačbo:

$$C = \frac{B \times b}{100} \times \frac{e}{E}$$

More se torej reči, da se pusti delovati na berilijevo spojino, (ki je po množini enaka množini berilija, ki naj se dobi, deljeni z vsebino berilija te spojine), množino razstavlajoče kovine oziroma metaloida, ki je praktično enaka množini berilija, ki naj se sprosti, pomnoženi z razmerjem kemičnih ekvivalentov berilija in razstavlajoče kovine oziroma metaloida.

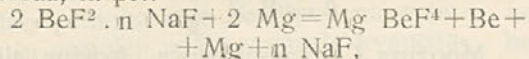
Kot razstavlajoče kovine ali metaloide, ki naj delujejo na berilijeve spojine, predvsem na njega fluorne spojine, da jih razstavijo, najsi bodo te kakršnekoli, se daje uporabljati prednostno, po želji ali zase ali v stanju zmesi, ena ali več kovin, ki so elektro-pozitivnejše od berilija, da izločijo slednjega iz njega spojin; najboljši rezultati se dosežejo, če se uporablja ena ali več kovin iz vrste kovin, ki vsebuje alkalne kovine, zemno-alkalne kovine (n. pr. Ca, Ba, Rb, Sr, Ce) in magnezij; in sicer so najbolj koristne izrazito elektro-pozitivnejše kovine kot je berilij. Vendar so bili doseženi ravnotako zelo zadovoljivi rezultati s kovinami, ki so manj elektro-pozitivne, kot je n. pr. aluminij, ali celo z metaloidi, ki opravljajo vlogo elektro-pozitivnih elementov, kot so silicij, bor in ogljik.

V gotovih slučajih se more imeti namen, primešati razstavlajoče kovine oziroma metaloide v stanju kovinskih spojin, — ali delati v navzočnosti kovinskih spojin, — na način, da se dovede razstavlja-

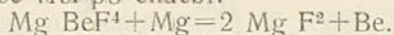
joči element tekom operacije v kovinsko ali metaloidno stanje.

Posebno v slučaju, če se uporablja kot razstavljaajoči element natrij, se pusti, da se izogne vrenje povzročujočemu nagibu, ki ga ima natrij sam, reagirati ta kovina v navzočnosti kovinskih spojin, s katerimi poseduje natrij kemično sorodnost, zadoščujočo, da dopušča, vsled tvorbe n. pr. eutektične zlitine, izvršitev praktično kvantitativne reakcije brez težkoč.

Med divalentnimi kovinami je, izven zemno-alkalnih kovin, posebno zanimiva uporaba magnezija kor razstavljaajoče kovine. Če se pusti delovati magnezij n. pr. na natrijev fluorni berilat, se izvrši razstava slednjega najprej pri okoli 900°C, in sicer potom posredujoče reakcije, ki daje dvojno sol berilij — magnezijevega fluorida, n. pr.:

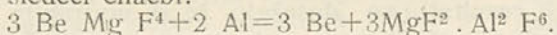


nakar se razstava nadaljuje potom druge dvojno izmenične reakcije (pri okoli 1100°C), ki je mnogo aktivnejša od prve in ki se vrši po enačbi:



S tem, da se pridene zmesi prebitek natrijeve soli z magnezijevim fluoridom, ki se tvori, se ustvari zmes z nizkim tališčem, ki zelo olajšuje aglomeracijo berilija v kompaktno stanje.

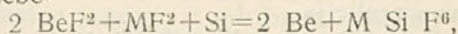
Na enak način kot gori navedeno se more pustiti delovati kovina, ki je manj elektro-pozitivna kot je berilij, n. pr. aluminij. Slednji reagira dejanski na totalni način na berilij, ki se nahaja v fluornih spojinah, ki vsebujejo berilijev fluorid, če se uporablja n. pr. zmes magnezijevega in berilijevega fluorida, pri čemer se mora nahajati magnezijev fluorid v množini, ki je kemično vsaj ekvivalentna oni berilijevega fluorida. Reakcija se izvrši potem po sledeči enačbi:



Ta reakcija se vrši tudi, če vsebuje fluorna zmes kak drug element, n. pr. kisik, pod pogojem, če je bilo upoštevano gori navedeno ekvivalentno razmerje. Prednostno se da obdelovati berilijev fluorid z aluminijem v navzočnosti magnezija.

V slučaju, da se uporablja kot razstavljaajoči element metaloid kot je n. pr. silicij, more reagirati ta silicij na fluorne spojine berilija, — pod točno določenimi pogoji, — na isti način kot kovina, ki je elektropozitivnejša od berilija. Eden izmed potrebnih pogojev, da se doseže ta rezultat, je operacija pri temperaturi, ki je nalahko višja od talilne temperature kovinskega silicija. Drugi pogoj je zagoto-

vitev hitrega vezanja ali izločitve tvorečega se SiF_4 , ker bi navzočnost SiF_4 mogla povzročiti reverzibilnost izmenične reakcije; nasprotno je ta reverzibilnost ovirana vsled užlindranja silicija v obliki fluornih silikatov, ki so nerazstavljava pri reakcijski temperaturi. Odgovarjajoča reakcija, po kateri se vrši operacija, je razvidna iz enačbe:



v kateri predstavlja M divalentno kovino. Sredstva za zagotovitev stabilnosti fluor-nega silikata, ki se tvori pri reakciji, so v praksi zelo enostavna; n. pr. se uporablja v to svrhu silicij v eutektičnem stanju z vsaj divalentno kovino.

Za pridobivanje berilijevih zlitin po postopku glasom izuma (z različno vsebino berilija, po želji med manj kot 1% do skoro 100%) je primerno, da se pusti delovati razstavljaajoča kovina ali kovine ali metaloidi v navzočnosti kovine ali kovin (ali eventualno metaloidov), ki naj se vežejo z berilijem, med katerimi prevladuje vsaj ena težka kovina, ali pa tudi v navzočnosti kovinskih spojin, sposobnih dobavljati, pri poteku reakcije same, predmetno kovinsko zlitino ali zlitine.

Željene vsebine zlitine, ki naj se končno dobi, se dosežejo s tem, da se uporablja množina zlitinskega elementa, ki je točno sorazmerna množini te snovi, ki naj jo vsebuje končna zlitina. V splošnem se pusti delovati razstavljaajoča kovina ali kovine ali metaloidi bodisi v navzočnosti elementa ali elementov, ki naj se vežejo z berilijem, bodisi v stanju zmesi ali zlitine z njimi ali vsaj z enim izmed njih.

Kot elemente, ki so posebno sposobni, da se uporabljajo kot elementi razstavljaajočih zlitin, se more uporabljati zlasti enega ali več izmed sledečih elementov, v svrhu pridobitve binarnih zlitin ali zlitin z več sestavinami, pri čemer prevladuje vsaj ena težka kovina: baker, železo, nikelj, kobalt, sheelit, molibden, krom, vanadij, bor, titan, mangan, cink, srebro, zlato, platin, kositerski talij, bizmut, svinec, kadmij, uran, litij, kalcij, magnezij, aluminij, silicij, ogljik, fosfor.

Kar se tiče izvršitve operacije kot take, obstoja le-ta v splošnem v tem, da se dovedejo reakcijske snovi v kontakt, n. pr. mrzlim potom, delno ali v celoti, da se eventualno skupaj mešajo in skupaj talijo, n. pr. v loncu, in da se pusti berilijeva zlitina končno ločiti od tvorjene steklene pene.

Da se zbere finalni produkt, ki se naj dobi, na kolikor mogoče lahak način, brez izgub in v najbolj čistem stanju, se je ugotovilo, da je koristno, da se prednostno

operira pod takimi pogoji, — posebno na podlagi preiščene izbire reakcijskih snovi, ki se jih uporablja, — da se dobi ta finalni produkt (berilijeva zlitina ali eventualno kovinski berilij) v obliki relativno zelo kompaktna mase, ki se sama po sebi odloči od drugih reakcijskih produktov, ki tvorijo predvsem stekleno peno.

Ta rezultat se da doseči posebno, če se pusti delovati zmesi ali zlitine, — razstavljajočega elementa ali elementov z elementom ali elementi, ki naj se vežejo z berilijem, — ki so take vrste, da imajo precej različno težo in sicer kolikor mogoče višjo, od teže obdelovane berilijeve spojine v staljenem stanju, na način, da ima tvorjena zlitina po mešanju vselej občutno višjo težo od teže tvorjene steklene pene in se tako odloči v obliki zelo kompaktnega produkta, in sicer pod to stekleno peno.

Pri predmetnem izumu je vsled tega koristno, da se pusti delovati razstavljajoča zlitina, ki je v začetku težja od obdelovanega berilija v tekočem stanju in ki daje zlitino, ki je končno v vseh primerih težja od tvorjene steklene pene; v splošnem se da olajšati ločitev s tem, da se podeli stekleni peni specifična teža, ki je v toliko nižja, v kolikor se jo dovede, n. pr. potom penjenja, v bolj razredčeno stanje. Tako se doseže, da se zbere pridobljena berilijeva zlitina v obliki kompaktna mase pod stekleno peno, tudi v slučaju, če ima ta zlitina zelo visoko vsebino berilija, tako da je v resnici lažja od tvorjenih steklenih pen.

V ostalem se je ugotovilo, da je tvorjenje berilijevih zlitin z željenimi vsebinami zelo olajšano, če se uporablja razstavljajoče sredstvo in element ali elementi, ki naj se vežejo z berilijem, v stanju zmesi, ki se tali pri relativno nizki temperaturi in še posebno pri nižji temperaturi kot je tališče njenih sestavin. Tako se v svrhu tvorbe zlitine potom berilija in težke kovine uporablja prednostno zmes ali zlitina razstavljajočega elementa in te kovine, združenih v relativnem razmerju, ki se približuje ali odgovarja sestavini eutektične zmesi.

Uporaba take zmesi z nizko talilno temperaturo z ozirom na talilno temperaturo njenih sestavin, tvori zelo praktično sredstvo za olajšanje izvršitve izmenične reakcije, vsled tega, ker se zniža reakcijska temperatura in skrajša trajanje operacije. Pri tem zadostuje delati pri temperaturi, ki je ravno zadostna, da se nahajajo reakcijske snovi in tvorjena berilijeva zlitina v staljenem stanju.

Pod posebno ugodnimi pogoji se pri-

dobivajo torej berilijeve zlitine z vsaj eno težko kovino, če se uporablja kot redukcijska zlitina eutektična zlitina z ne visokim tališčem; najde se, da prehaja berilij, postopno kot se tvori, v stanje tekoče zlitine, ki naj se dobi; talilna temperatura te nove zlitine narašča z množino navzočega berilija, vendar se veže sproščeni berilij, pa najsi bo vsebina berilija, ki se ga želi dobiti v končnem produktu, še tako visoka, postopno kot se tvori, in temperatura, ki se jo doseže, ostane vedno dosti nižja od temperature, ki je potrebna za taljenje čistega berilija.

Uporaba eutektične zlitine bi mogla zares dovesti le do tvorbe berilijevih zlitin, katerih vsebina bi variirala v relativno ozkih mejah. Vendar se pa more dobiti cela možna lestvica berilijevih zlitin, ki vsebujejo vsaj eno težko kovino v znatnejši množini, če se pusti delovati eutektična v navzočnosti željene dopolnilne množine zlitinske kovine, ki pri normalnih delavnih pogojih ne vpliva na akcijo razstavljajoče eutektične zlitine; vsled tega se doseže pri isti operaciji, brez težav, fuzija zlitinskih kovin v željenom razmerju, ki se je vnaprej določilo, z berilijevo zlitino, tvorjeno potom dvojne izmenjave z delujočo eutektično zlitino.

V nadaljnjem sledijo razni primeri za izdelovanje berilijevih zlitin, v katerih prevladuje vsaj ena težka kovina, kateri primeri odgovarjajo tipičnim slučajem izvršitve postopka glasom izuma, na katere pa izum ni omejen:

Primer 1.

Produkcija berilij-bakrove zlitine s 25% Be, z uporabo magnezija in bakra.

Reakcijske snovi se vložijo v mrzlem stanju v grafitni lonec z vsebino približno 10 litrov: na dnu v velikih kosih 4,230 kg zlitine iz Mg in Cu z 20% Cu; zgoraj 6 kg berilijevega fluorida, vode prostega in brez oksida, ki se močno komprimira; še višje se dene 1 kg staljenega natrijevega fluornega berilata in, tudi v velikih kosih, 2,875 kg elektrolitičnega bakra. Ko se je pokril lonec z grafitnim pokrovom, se dene v mufolo brez značne cirkulacije in se temperatura hitro zviša na 900°C. Ta temperatura se vzdržuje tekom 20—25 minut, potem se hitro poviša na 1200°C. Pusti se, da se zlitina usede in se jo odlije, tako da ostane steklena pena ločena. Na ta način se pridobi zlitina, težka 4,94 kg s 25% Be in 75% Cu.

Primer 2.

Produkcija berilij-železne zlitine z uporabo zlitine kalcija in železa, v induk-

cijski peči z visoko frekvenco.

V lonec, ki je zavarovan z berilijevim oksidom za izvršitev postopka z indukcijsko kurjavo, se dene 43 kg železo-kalcijeve zlitine s približno 42% kalcija, ki je zdrobljen na kose, in na to stopljeno zlitino se šaržira 10 kg berilijevega fluorida, prostega vode in brez oksida. V loncu se vzdržuje atmosfera, oskrbovana z vodikom, dokler se ne zagotovi izločitve zraka; temperatura se dvigne do 1150–1200°C in se vzdržuje približno pol ure, pri čemer se vzdržuje masa v staljenem stanju z mešanjem. Ko se je prekinilo z delovanjem indukcijskega polja in prenehalo z oskrbovanjem z vodikom, se odlije steklena pena in se vliva kovina naravnost v palice. Tako se dobi 37 kg zlitine s 4,8% Be in 95% Fe.

Primer 3.

Produkcija zlitine Be — Ni s 25% Be, z uporabo aluminija in niklja.

110 kg intenzivne zmesi berilijevega in magnezijevega fluorida v enako molekularnih množinah, spremenjenih v prah brez dostopa zraka, se vtelesi 18 kg aluminijevih opilkov in 27 kg nikljevih opilkov. Masa se v loncu iz grafita, ki se pokrije in dene v mufolo, brez zraka močno komprimira pri temperaturi 1200°C., ta temperatura se vzdržuje tekom spremenljive dobe, v skladu s termično kapaciteto mufole; tako se bo vzdrževala temperatura 1200°C, če se je dosegla v 35–40 minutah, tekom ene ure. Potem se hladi, steklena pena odlije in dobi na ta način zlitina Be — Ni s 25% Be in 75% Ni.

Primer 4.

Produkcija berilij-železne zlitine s 40% Be, z uporabo silicija kot razstavljajočega sredstva.

Vzame se zmes Be fluorida, vode prostega, in Ca fluorida, v ekvivalentnih množinah, in ta zmes se vloži v menjajočih se plasteh s kovinskim silicijem s 95% Si in 5% Fe v kosih. Masa se pokrije z elektrolitičnim železom v majhnih kosih in se komprimira v loncu iz berilija ali magnezija, ali tudi grafita, obloženem znotraj z BeO ali z MgO. Nad maso se položi plast iz natrijevega fluorida, mešanega z jedavcem in z debelimi kosi elektrolitičnega železa. Lonec se vnese v mufolo in temperatura se dvigne počasi do 1400°C. Nato se pusti počivati in se izlije, ob izločitvi steklenih pen; dobi se zlitina s 60% Fe in 40% Be in z malimi količinami silicija.

Primer 5.

Produkcija berilij-železne zlitine z 9% Be, z uporabo eutektične zlitine aluminija in železa.

V lonec indukcije se vloži 7,5 kg eutektične zlitne Al — Fe, ki se tali pri 1160°C. Nad njo se komprimira 25 kg zmesi iz berilijevega in magnezijevega fluorida, ki vsebuje 7,5% berilija, in nad navedeno zmesjo še 2 kg elektrolitičnega železa. Temperatura se dvigne hitro do 1180°C in se tu vzdržuje 45 do 50 minut. Lije se v forme in dobi na ta način 7,7 kg zlitine železa in berilija z 9% Be, ki se tali pri 1155°C.

Primer 6.

Produkcija specialne železne zlitine z berilijem in kromom, neobčutljive napram kislinam.

V lonec zavarovan potem BeO in opremljen s perforiranim pokrovom, skozi katerega vodi cev, ki je napravljena enako iz BeO in ki služi za oskrbovanje z vodikom, se vloži 10 kg železne zlitine z 21,5% kroma in 8,5% niklja v velikih kosih; nad temi se komprimira zmes iz 7 kg zelo homogenega kalcijevega fluornega berilata, ki se dobi iz ekvivalentnih množin dveh fluoridov, in iz 8,50 kg 25%-nega silicija v prašku; vse skupaj se pokrije z malo plastjo žganega apna in jedavca. Ko je lonac tako privravljen, se postavi v indukcijsko peč in se dovaja vodik med hitrim naraščanjem temperature. Po 15 do 20 minutah zelo živahne fuzije, se pusti ohladiti, odlije se steklena pena, kovina se pavi v formo. Tako se dobi 10,5 kg specialne železne zlitine s 20,5% Cr, 7,75% Ni in 4,75% Be.

Primer 7.

Produkcija srebro-berilijeve zlitine z uporabo zlitine iz aluminija in srebra.

V majhen lonec, ki je zavarovan potem berilijevega oksida z vsebino 1 litra in 1/4, se dene 1225 g zmesi iz berilijevega fluorida (475 g) in magnezijevega fluorida. Na vrhu se porazdeli v kosih, ki so 4 do 5 cm³ veliki, 645 g zlitine iz aluminija in srebra z 28% aluminija, ki se tali pri 558°C. Z dvigom temperature za dobo 1 ure do 1100°C se dobi, potem ko se je prelilo v kalup, sa 555 g zlitine z 18% Be in 82% srebra, ki se tali pri 880 — 1075°C.

Patentni zahtevi:

1.) Postopek za neposredno pridobivanje berilijevih zlitin z eno ali več kovi-

nami, med katerimi prevladuje vsaj ena težka kovina, s tem da se obdelujejo berilijeve spojine, zlasti njega fluorne spojine, ki so sposobne, da se razstavijo, potom razstavljajočih kovin ali metaloidov, v navzočnosti kovine ali kovin, ki naj se vežejo z berilijem, v množinah, ki so sorazmerne vsebinam, ki naj se dobijo v končni zlitini, označen s tem, da se, — v svrhu sprostitev praktično celotnega berilija iz obdelovane spojine, — pusti delovati razstavljajoča kovina ali kovine in/ali metaloid ali metaloidi, v množini, ki praktično odgovarja stoechiometrično množini berilija v obdelovani spojini, in da se, — posebno v svrhu razstave kompleksne fluorne spojine in kovine iz vrste kovin, ki vsebuje alkalne kovine, — zlasti alkalnega fluoridnega berilata — in eventualno berilijevega fluorida, ki je praktično vode prost in brez oksida, — obdeluje ta fluorna spojina v navzočnosti fluorida druge kovine, — s katero se je eventualno predhodno mešala —, ki deluje kot neutralizator, ki ovira razstavo drugega kovinskega fluorida kot berilijevega fluorida, tvorjenega z izmenično reakcijo, — in sicer prednostno v navzočnosti fluorida vsaj dvovalentne kovine kot so zemno-alkalne kovine ali magnezij.

2.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se pusti vršiti operacija tako, da se skupno talijo reakcijske snovi, — slednje se morejo uporabljati delno ali v celoti in dovesti v kontakt mrzlim potom, dalje staljene ali mešane, — v navzočnosti zlitinske kovine ali kovin, katera operacija se more vršiti n. pr. v električni niduksijski peči, kot je peč z visoko frekvenco.

3.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se uporablja kot razstavljajoča snov, ali zase ali v zmesih, ena ali več kovin iz vrste kovin, ki vsebujejo alkalne kovine (n. pr. Na, K, Li), zemno-alkalne kovine (n. pr. Ca, Ba) in magnezij, kakor tudi aluminij, ali metaloid, kot je n. pr. silicij, pri čemer se more uporabljati navedena razstavljajoča snov ali snovi v stanju spojin, iz katerih se sprostijo tekom operacije same.

4.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se pusti delovati, kot razstavljajoče elemente, elemente, ki so elektro-pozitivnejši od berilija, in za pridobivanje zahtevanih berilijevih zlitin, zlitinske elemente, ki so manj elektro-pozitivni, ki so eventualno vezani z razstavljajočimi elementi in ki ne posredujejo pri razstavljajočem delovanju, temveč se vežejo končno z berilijem, izločenim iz imenovane spojine, kateri zlitinski element ali elementi se morejo uporabljati eventualno v obliki ko-

vinskih spojin in sicer fluornih ali drugih spojin, ki so sposobne, da se tudi same razstavijo potom razstavljajočega sredstva, pri čemer sprostijo kovinski element ali elemente, ki naj se vežejo z berilijem.

5.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se — v svrhu, da se doseže, da preide berilij iz obdelovane spojine v stanje zahtevane zlitine brez znatnega povzrojanja temperature, — pustijo delovati razstavljajoča kovina ali metaloid in kovinski element ali elementi, ki naj se vežejo z berilijem, med katerimi prevladuje vsaj ena težka kovina, v stanju zmesi z nizkim tališčem, s tem da se uporablja zmes, ki ima tak sestav, da se tali pri nizki temperaturi z ozirom na svoje sestavine, in še posebno — v svrhu, da se veže berilij z drugo kovino — tak sestav, da se približuje ali odgovarja eutektični zlitini, na način, da se izvrši praktično totalna izločitev berilija iz njega spojine in njegovo združenje z zlitinskim elementom ali elementi pri relativno nizki temperaturi, pri čemer se izbere prednostno taka eutektična zlitina, da ostane temperatura do konca operacije nižja od berilijevega tališča.

6.) Postopek po zahtevih 1.) in 5.), označen s tem, da se pusti delovati zlitina so-sednega ali ekvivalentnega sestava kot je eutektična zlitina, v kolikor je to potrebno, v navzočnosti dodatne kovine, ki naj se veže z berilijem, katera dodatna množina je potrebna, da se dosežejo željene vsebine v končni lahki zlitini, in ki ne posreduje pri reakciji, temveč se združi s končno dobljeno zlitino.

7.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se vrši operacija potom zmesi ali zlitine, ki ima težo, ki je občutno višja kot je, na eni strani, začetna teža obdelovane berilijeve spojine v staljenem stanju, in na drugi strani, končna teža tvorjene steklene pene, na način, da se izdelana zlitina zbere sama po sebi v obliki kompaktne mase, ki je dobro ločena od imenovane steklene pene in se nahaja pod stekleno peno, ki se jo more napraviti znatno lažjo potom penjanja.

8.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se pusti delovati zmesi ali zlitine, ki vsebujejo kot elemente, ki naj se vežejo z berilijem, enega ali več izmed sledečih elementov: baker, železo, nikelj, kobalt, sheelit, molibden, krom, vanadij, titan, bor, mangan, cink, srebro, zlato, platin, kosit, talij, bizmut, svinec, kadmij, uran, litij, kalcij, magnezij, aluminij, silicij, fosfor.

9.) Postopek po zahtevu 1.), označen s tem, da se pusti delovati, bodisi na berilijev fluorid, bodisi na alkalni fluorid be-

rilat, in posebno na natrijev fluorni berilat — v splošnem v navzočnosti kovinske fluorne spojine kot je magnezijev fluorid — ena ali več razstavljaajočih kovin iz vrste kovin, ki vsebuje natrij (v splošnem v navzočnosti kovinske spojine, ki tvori z natrijem drugo spojino, talečo se prednostno pri nizki temperaturi), kalij, litij, kal-

cij in magnezij, — ali zlasti na berilijev fluorid, aluminij in/ali silicij — ravnatoko v navzočnosti kovinske fluorne spojine kot je magnezijev fluorid — eventualno tudi še skupaj s kovinsko spojino kot je magnezija, ki je sposobna, da se reducira v prvi vrsti potom imenovanega aluminija ali silicija.