

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

RAZRED 12 (3)

IZDAN 1 OKTOBRA 1940

PATENTNI SPIS ŠT. 16158

Medić Franjo, Ljubljana, Jugoslavija i Devai Alexander, Budapest, Mađarska.

Postopek za izdelovanje svinčevega belila s specialno strukturo zrna.

Prijava z dne 9. maja 1939.

Velja od 1. aprila 1940.

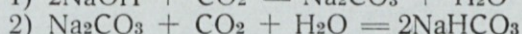
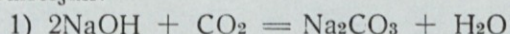
Postopki za izdelavo svinčevega belila, tako čisto kemijski kot elektrolitski, so osnovani na istih kemijskih reakcijah. V obeh slučajih nastaja bazični svinčev karbonat s to razliko, da pretvarjamo pri elektrolitskem postopku s pomočjo električnega toka svinec v vodotopno sol in iz vodne raztopine s pomočjo ogljikove kisline obarjamo bazični svinčev karbonat.

Po starejših elektrolitskih postopkih ni bilo mogoče dobivati produkta istolične kemijske sestave in vedno enakih kemijskih in fizikalnih lastnosti. Našlo se je, da nastopajo te neenakomernosti radi tega, ker v reakciji sodelujoči joni niso vedno navzoči v stalnih ekvivalentnih koncentracijah. Če je soda navzoča v večji količini kot pa je potrebno za elektro-kemijsko ravnotežje v raztopini nahajajočega se svinca, ostaja prebitek sode v raztopini. Ta prebitna soda ostaja na anodi vključena med barvinimi zrnci. Če je sode navzoče premalo, se tvorijo na anodah rumenkasti kristali svinčevega hlorata. Radi tega moramo računati na velike izgube elektrolita in na dolgotrajno ter drago izpiranje, za katero je potrebna posebna aparatura, ne da bi se s tem popolnoma izognili neenakomernemu produktu. Te neenakomernosti vplivajo v veliki meri na fizikalno naravo, torej na tehnično uporabljivost produkta.

Te slabe lastnosti elektrolitskega postopka so stari načini skušali odpravljati s pomočjo bifluidnih celic. V katolitičnem delu se je zadrževal prebitek sode in le elektrolitski ekvivalentni teži odgovarjajoča količina ogljikove kisline je difundirala skozi diafragmo k anodno raztopljenemu

svincu. V reakcijski coni je obarjalni proces med ekvivalentnimi količinami elektroliziranih svinčanih jonov in sode nastopal takoj, brez ostankov in enakomerno. Skrbeti je bilo treba le za enakomerno gostoto toka in enakomerno dovajanje ogljikove kisline v katolitični predel. Pod takimi pogoji ni v elektrolitu ostajal niti prebitek sode niti prebitek svinčevega hlorata.

Skušnje so pokazale, da so ti bifluidni procesi zvezani z velikimi tehničnimi težavami tako, da je bilo vzdrževanje enakomernosti produkta zelo težko in drago. Pričujoča iznajdba omogočava pridobivanje elektrolitskega svinčevega belila zaželeno enakomerne kvalitete vedno iste kemijske sestave in finoče zrna, brez uporabe dragih in kompliciranih bifluidnih celic s težavnim posluževanjem. Po najinem postopku se lahko pridobiva gornjim pogojem odgovarjajoče svinčeno belilo konstantne kvalitete, v monofluidni celici brez diafragme, če se primerno regulira tvorbo sode. V najinem postopku nastaja soda z elektrolitskim razkrajanjem natrijevega hlorata v kopeli vsebujočo ogljikovo kislino na ta način, da se natrijev lug vsebujoča hloratna elektrolitska raztopina v kadi, ki leži izven elektrolitske naprave, nasičuje s potrebno količino ogljikove kisline in se tako nastali sodo vsebujoči elektrolit dovaja v celice. Nastajanje sode se vrši po sledečih reakcijah:



Važen je pogoj, da se vsebnost celokupne ogljikove kisline v kopeli giblje v po nama eksperimentalno določenih mejah 300 do

600 l/m³. Važno je dalje razmerje, po katerem se ogljikova kislina veže v karbonat in bikarbonat. To razmerje je podano pri pH = 8, ko 0.1% raztopina fenolftaleina elektrolita ne obarva več rudeče.

Medtem ko so starejši elektrolitski načini temeljili na razkrojevanju natrijevega acetata, kar je z ozirom na posebno delovanje očetne kisline na svinec imelo slabe strani, uporabljajo v novih postopkih hlorat oziroma nitrat. Po naših raziskovanjih nastopajo pri obeh soleh neugodno učinkujoče sekundarne reakcije, zato uporabljava zmes hlorata in nitrata. Omenjene slabe strani pa se dajo popolnoma izločiti z po nama eksperimentalno določenim optimalnim razmerjem obeh soli.

Primer: Elektrolit, ki ga 0.1% raztopina fenolftaleina ne obarva rudeče, se nahaja v primerni posodi v kateri so v razdalji 50 mm postavljene elektrode. Anode so iz vlitega mehkega svinca, katode iz mehkega valjanega svinca. Koncentracija elektrolita n. pr. 3% natrijevega hlorata in natrijevega nitrata. Elektrolit vsebuje na 1.000 litrov 300 do 600 litrov ogljikove kisline, gostota toka je 0.75 A na dm², napetost toka 2 do 2.5 V. Elektroliza teče toliko časa dokler se elektrolit na dodatek 0.1% fenolftaleinske raztopine ne obarva močno rudeče. Tedaj se elektrolit precedi skozi filtracijsko napravo, pri čemur ostane na liltru mokra pogača bazičnega svinčevega karbonata, ki se na znan način suši in melje. Filtrirani elektrolit se dovaja

na primeren način v nasičevalni stolp za ogljikovo kislino, kjer se zopet nasiti z ogljikovo kislino z 300 do 600 l na 1 m³ elektrolita in ponovno dovaja v posodo za elektrolizo.

Pod preje navedenimi optimalnimi poskusnimi pogoji (gostota toka, vsebnost ogljikove kisline, razmerje karbonata in bikarbonata ter razmerje hlorata in nitrata) nastane svinčevo belilo označeno s sledečimi lastnostmi:

1. Velikost zrnec je mnogo manjša kot pri komornem svinčevem belilu, jedrca kažejo tudi drugačno obliko, medtem ko so zrnca komornega svinčevega belila posamična, so zrnca elektrolitskega svinčevega belila stalno aglomerirana v skupine, ki ličijo na obliko nepravilne polkrogle.

2. Medtem ko komorno svinčevo belilo polarizirano svetlobo propušča, jo elektrolitsko svinčevo belilo odbija.

Patentni zahtev:

Postopek za izdelovanje svinčenega belila elektrolitičnim potom v monofluidni celici brez diafragme označen s tem, da se kot elektrolit uporablja raztopina alkalnega hlorata in alkalnega nitrata in da elektrolit vsebuje najmanj 300 litrov na m³ in največ 600 litrov na m³ ogljikovega dioksida, pri čemer mora biti koncentracija vodikovih jonov pH elektrolita toliko, da ga raztopina 0.1% fenolftaleina ne obarva rudeče.