

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠТИTU

Klasa 12 (3)



INDUSTRISKE SVOJINE

Izdan 1. Februara 1927.

PATENTNI SPIS BR. 4099

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt na Majni.

Postupak za tvoridbu fosforne kiseline i vodika.

Prijava od 3. aprila 1925.

Važi 1. novembra 1925.

Pravo prvenstva od 15. aprila 1924. (Švedska).

Već se je predlagalo, da se tvori fosforna kiselina redukcijom vodika s elementarnim fosforom u plinovitom stanju, a kod visoke temperature, pri čem se fosfor od kisika iz vode uz razvijanje vodika oksidira, koji se nakon razlučenja fosforne kiseline dobiva u praktično čistoj formi. Predlagalo se je i to, da se radi olakšanja spomenute reakcije upotrijebi stanoviti metali ili njihovi oksidi kao katalizatori kod spomenute reakcije, uslijed čega se ona dade provesti kod niže temperature, odn. većom brzinom. Obično se rečena reakcija izvada uporabom plinovitoga fosfora, koji se dobiva kod redukcije materijala, koji sadrže fosfora, sa ugljenom u električnim pećima.

Nazočni se pronalazak odnosi na novi postupak za dobivanje fosforne kiseline iz fosfora uz dobivanje čistoga vodika kao nuzproizvoda, pa se u bitnosti sastoji u tom, da se fosfid kovine, koja se dade reducirati pomoću vodika, doveđe kod visoke temperature u reakciju s vodom odn. vodenom parom. Odnosni se kovinski fosfid dade izraditi redukcijom materijala, koji sadrži fosfata, s ugljenom u električnoj ili inoj prikladnoj reakcionaloj peći uz dodavanje odnosne kovine, odn. njenog oksida, pri čem se metalni fosfid dobiva kao taljevina, koja se ispusti iz peći i onda sa primjereno ugrijanom vodenom parom, n. pr. u konverteru, doveđu do reakcije; ili se fosfid dade izraditi tako, da se iz reducione peći za materijal, koji sadrži fosfora, odvodi mješavina ugljičnog oksida i fosfora u dotiku s odnosnom kovinom a kod prikladne temperature, pri čem se fosfor apsor-

bira uz stvarenje kovinskoga fosfida, koji se onda dovoda u reakciju s primjereno ugrijanom vodenom parom. Kod reakcije između kovinskoga fosfida i vodene pare istjera se fosfor u oksidiranoj formi u glavnom kao fosforni pentoksid, pomiješan sa slobodnim vodikom. Prije sa fosforom vezana kovina razlučuje se ili prelazi u oksid uz oslobođenje odgovarajuće količine vodika iz vodene pare i dade se onda opet upotrebiti kao dometak u redukcionoj peći ili za apsorpciju nove količine fosfora, pri čem se u potonjem slučaju mora najprije izreducirati kovina, ako se je za postupanja s vodenom parom na metalni fosfid prevela u oksid. Proces se dakle dade bez prekida nastavljati bez bitnoga gubitka na kovini.

Nije potrebno, da se za pretvorenje kovinskog fosfida u anhidrit fosforne kiseline upotrebi isključivo voda, nego se pronalazak odnosi i na slučaj, kada se jedan dio potrebno-ga kisika privaća kao slobodni kisik n. pr. iz zraka. U tom se slučaju može ili prvo pomiješati vodena para sa zrakom u željenim razmjerima prije nego što se dovedu u doticaj s kovinskim fosfidom ili se pako može najprije odozdola privesti voda odn. vodena para i onda zrak ili obratno. Ovakvo regulirana dovodnja zraka može se upotrijebiti, ili kada se želi dobiti vodik sa stanovitom sadržinom dušika ili kada je to potrebno za podržavanje željene temperature.

Kod redukcije fosfata tvoreni ugljični oksid dade se upotrijebiti za grijanje materijala, za proizvodnju vodene pare ili njenog pregrijavanje i t. d.

Kovine, koje dolaze uobzir kod izradbe nazočnog pronalaska, jesu iz osme grupe periodičnoga sistema Fe, Ni, Co, Ru, Rh, Pd, Os, Ir i Pt, iz sedme grupe Mn, iz šeste grupe Cr, Mo, W i U iz prve grupe Cu, Ag. i Au. Više od ovih kovina ali imade samo teoretski interes.

Na priloženom su nacrtu prikazani na fig. 1—3 aparati za izvedbu od tri razne forme izradbe pronalaska.

Na fig. 1 prikazuje A električnu redukciju peć, u koju se metne sirovi fosfat, ugljen, kremična kiselina i jedna kovina ili oksid kovine, koja se dade reducirati pomoću vodika, n. pr. bakar u formi kovine ili oksidske bakrene rudače. Kod pogona se peći sirovi fosfat reducira i iz fosfata izreducirani fosfor spoji se neposredno s nazočnom kovinom u kovinski fosfid, koji se u rastaljenoj formi sabere ispod nastale zgure, koja se u glavnom sastoji iz kalcijskoga silikata. Peć A providena je sa elektrodama B rupom za izlazak zgure C, odvod za plin D i cijevi E, kroz koju se u peći nastali fosfid dade periodički ispuštiti u konverter F. Kada se je konverter do potrebne visine napunio s taljenim kovinskim fosfidom, upije se u njega vodena para odn. vodena para, pomiješana sa neznačnom količinom zraka, kroz cijev G uslijed čega se fosfor iz kovinskoga fosfida oksidira u fosforni pentoksid, koji se raspline dok se kovina istovremeno izreducira i vodena para rastvara, tako da se dobiva slobodni vodik. Temperaturu u konverteru treba podržavati tako visokom, da se u njemu sadržana izreducirana kovina kod dokončanja reakcije drži u tekućem stanju i da se može ispuštati kroz cijev N. Regulacija temperaturе može se obaviti regulacijom pregrijavanja privedene vodene pare i kod eventualne dovodnje zraka regulacijom privedene količine zraka. Nastali anhidrid fosforne kiseline i vodik odvode se kroz cijev H u hladnik ili u parni kotao K i odvod iz njega u sistem za separiranje L gdje se anhidrid fosforne kiseline poznatim načinom razluči, n. pr. adsorpcijom u vodi. Iza razlučbe anhidrita fosforne kiseline preostali vodik, koji se dobiva u čistom stanju eventualno pomiješan s malom količinom dušika, da se iskoristiti za razne svrhe, n. pr. za tvoridbu sintetičnog amonijaka.

Kod forme izvedbe, prikazane na fig. 2, treba u redukcionu peć A umetnuti sirovi fosfat, kremičnu kiselinsku i ugljen bez dodatka kovine ili oksida kovine, pa se usled toga u njoj obavlja samo redukcija sirovog fosfata, koja daje mješavinu elementarnog fosfora u obliku plina i ugljičnog oksida, koja se mješavina kroz cijev D odvodi u klijetku F₁, koja je napunjena s komadima kovine, n. pr. bakra, a podržava se na temperaturi iznad

400 stupnjeva C. U ovoj se klijetci adsorbira fosfor uz stvaranje kovinskog fosfida, dok se preostali ugljični oksid odvada kroz cijev M i onda iskoristiće za proizvodnju pare, pregrijavanje materijala i t. d. Kada je bakar u klijetci F₁ adsorbirao odgovarajuću količinu fosfora, preloži se struja plina iz peći u drugu adsorpcionu klijetku F₂, a u klijetku F₁ uvodi se kroz cijev G pregrijana para. Usled toga se kovinski fosfid reducira u kovinu i podjedno se vodena para rastvara. Nastali plinoviti reakcioni produkti, koji se sastoje iz fosfornog pentoksid-a i vodika, odvadaju se kroz cijev H u hladnik ili parni kotao K i u sistem za separiranje L, gdje se anhidrid fosforne kiseline kondenzira i poznatim načinom izlučuje. Budući da se klijetke F₁ i F₂ upotrebljuju opisanim načinom izmenično za adsorpciju fosfora pomoću kovine u krutom obliku i za redukciju kovinskog fosfida pomoću vodene pare, dade se proces besprekidno provadati.

Kod forme izvedbe prema fig. 3 upotrebljuje se električna peć jednako kao kod fig. 2 samo za redukciju sirovog fosfata, dok se adsorpcija iz redukcione peći izašlog plinovitog fosfora zbiva u klijetci F, koja sadrži rastaljenu kovinu, n. pr. rastaljeni bakar. Kroz razdjelnu stijenu O, koja od stropa klijetke ulazi u rastaljenu kovinu, dijeli se plinski prostor klijetke u dva odjela g₁ i g₂, koji međusobom nijesu ni u kakvoj vezi. U cijevnom vodu D predviđeni ventilator služi za utiskivanje peći A dolazećih plinova u fino razdijeljenoj formi ispod površine kovine u odjelu g₁, radi djelotvorne adsorpcije. Ugljični oksid ostavlja dio g₁ kroz cijev M, pa se shodnim načinom iskoristiće. Kada plinovi prolaze kroz rastaljenu kovinu, meću ju u kružno gibanje tako, da se nastali fosfid djelomice prenosi u drugi odjel g₂. U ovu se upuhava pregrijana vodena para kroz cijev G, uslijed čega se kovinski fosfid reducira u kovinu, koja se uslijed cirkulacije dovodi natrag u odjel g₁, gdje adsorbira nove količine fosfora, dok se istjerani fosforni pentoksid skupa sa kod redukcije razvijenim vodikom, odvodi kroz cijevni vod H u hladnik ili parni kotao K i onda u sistem za separiranje L, gdje se anhidrid fosforne kiseline poznatim načinom razlučuje.

Kada se kovinski fosfid proizvada neposredno u redukcionoj peći, onda naravno da nije potrebno, da se neposredno iza ispuštanja, još dok je fosfid u taljenom stanju, izvede redukcija s vodenom parom, već se može taljevina ispuštit i iza ili za vremena skrtnjenja rastaviti kovinski fosfid u komade, koji se onda reduciraju pomoću vodene pare. Kada se kovinski fosfid proizvada izvan redukcione peći od plina sa fosfornom sadržinom, koji dolazi iz obične redukcione peći

za materijal sa fosfatom, onda se i fostorovodik, koji prati plin, rastvori po kovini, koja se nalazi na visokoj temperaturi, pri čem razvijani vodik izlazi skupa sa ugljičnim oksidom. Stoga ne treba da nastane gubitak fosfora uslijed toga što se kod redukcije fosfata možda stvorio fosforovodik.

Patentni zahtjevi:

1. Postupak za tvoridbu fosforne kiseline i vodika naznačen tim, što se fosfid metala, koji se dade reducirati pomoću vodika, kod visoke temperature dovodi u reakciju s vodom odn. vodenom parom, a do potrebe s proračunatim dodatkom slobodnog kisika, n. pr. u obliku zračnoga kisika, pri čem se fosforna sadržina fosfida u glavnom istjera kao fosforni pentoksid i ujedno oslobađa iz vode vodik.

2. Postupak prema zahtjevu 1, naznačen tim, što se materijal, koji sadrži fosfata i kovina, koja se dade reducirati pomoću vodika, odn. oksid takove kovine skupa rastale u redukcionoj peći, iza čega se dobiveni kovinski fosfid ispusti i onda s vodom odn. vodenom parom, do potrebe s proračunatim dodatkom slobodnog kisika postupa pri visokoj temperaturi tako, da se iz fosfida istjera fosfor glavnom kao fosforni pentoksid, dok se iz vode razvija vodik.

3. Postupak prema zahtjevu 1, naznačen tim, što se mješavina plina, koja izlazi iz obične redukcione peći za sirovi fosfat, dovodi u doticaj s kovinom, koja se dade reducirati pomoću vodika, tako da se fosfor apsorbira uz stvaranje kovinskog fosfida, nakon

čega se fosfor iz kovinskog fosfida istjera postupanjem na fosfid sa vodom odn. vodenom parom, do potrebe s proračunatim dodatkom slobodnoga kisika, a pri visokoj temperaturi.

4. Postupak prema zahtjevima 1 i 3, naznačen tim, što se mješavina plina, koja izlazi iz obične redukcione peći za sirovi fosfor, dovodi u doticaj s taljenom kovinom, koja se dade reducirati pomoću vodika, a drži se u cirkulaciji u klijetki, razdijeljenoj u dva odjela, pri čem se mješavina sa fosforom uvada u kovinu u jednom odjelu, dok se shodno pregrijana para, do potrebe s proračunatim dodatkom slobodnoga kisika, uvodi u kovinu u drugom odjelu.

5. Postupak prema zahtjevima 1—4, naznačen tim, što se za vezanje fosfora i nakon toga slijedeće istjeranje kao fosforni pentoksid uzima kovina iz osme grupe periodičnoga sistema.

6. Postupak prema zahtjevima 1—4, naznačen tim, da se za vezanje fosfora i nakon toga slijedeće istjeranje kao fosforni pentoksid uzima kovina iz sedme grupe periodičnoga sistema.

7. Postupak prema zahtjevima 1—4, naznačen tim, da se za vezanje fosfora i nakon toga slijedeće istjeranje kao fosforni pentoksid uzima kovina iz šeste grupe periodičnog sistema.

8. Postupak prema zahtjevima 1—4, naznačen tim, da se za vezanje fosfora i nakon toga slijedeće istjeranje kao fosforni pentoksid uzima plemenita ili poluplemenita kovina iz prve grupe periodičnog sistema.

FIG. 1.

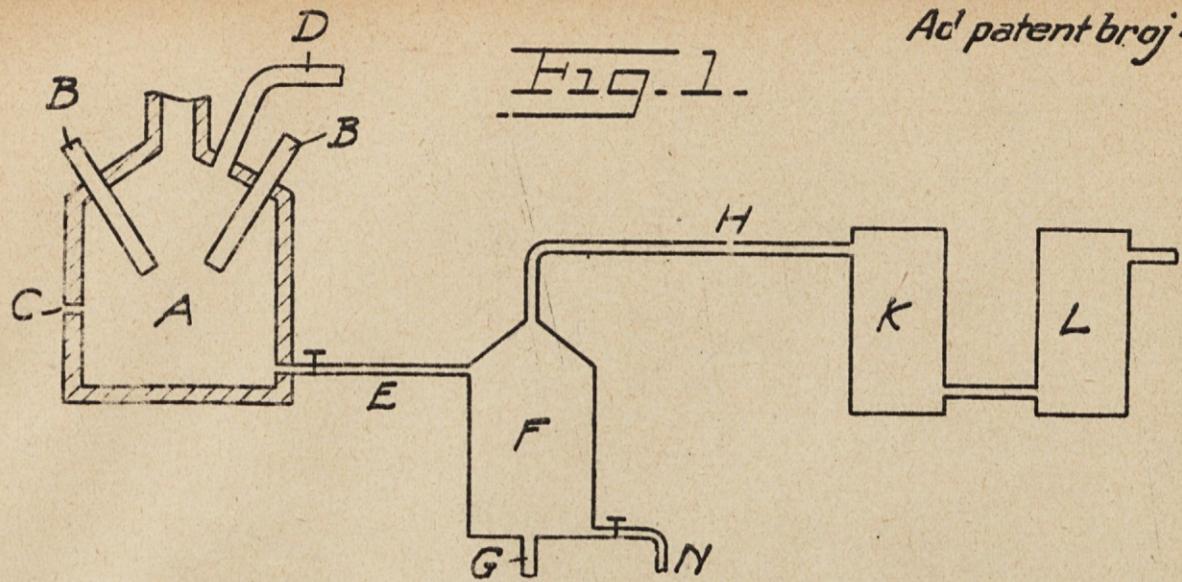


FIG. 2.

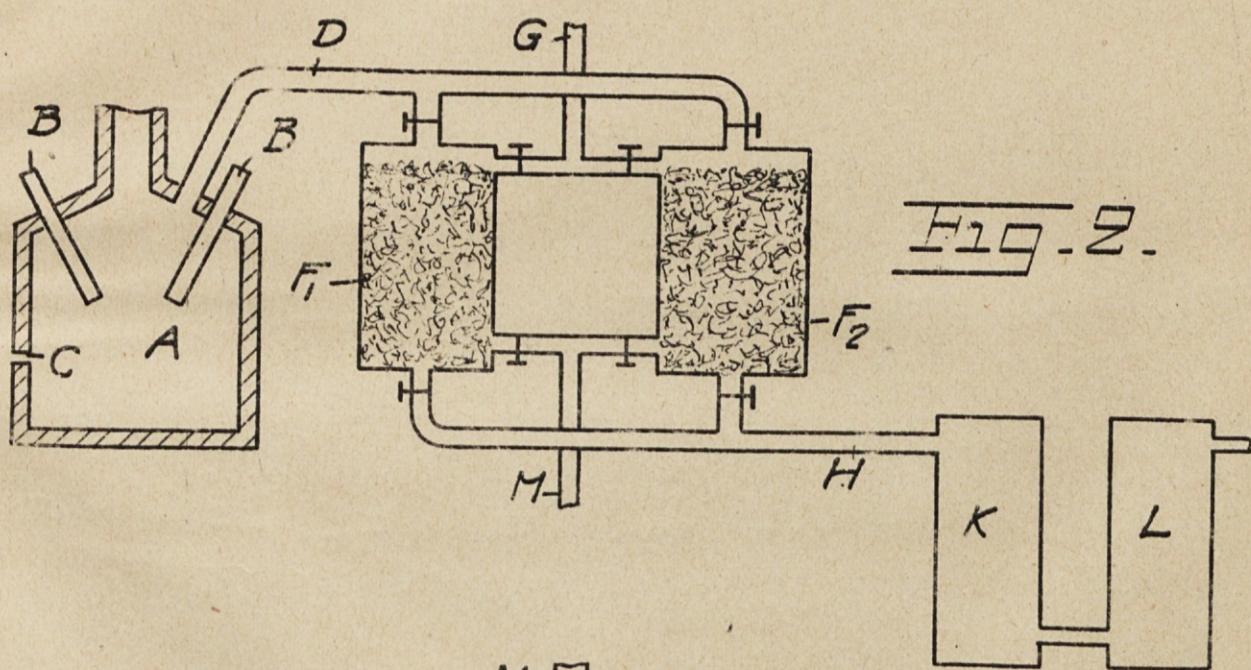


FIG. 3.

