

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 89116334.7

(51) Int. Cl.⁵: **B22D 41/005**

(22) Anmeldetag: 05.09.89

(30) Priorität: 17.09.88 DE 8811839 U

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
28.03.90 Patentblatt 90/13

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB IT LI

(71) Anmelder: Degussa Aktiengesellschaft
Weissfrauenstrasse 9
D-6000 Frankfurt am Main 1(DE)

(72) Erfinder: Kiecker, Manfred
Brüggener Strasse 24
D-5040 Hürth(DE)
Erfinder: Torke, Dieter
Schulstrasse 8 a
D-5040 Brühl(DE)
Erfinder: Lange, Ludwig, Dr.
Mühlenbach 40
D-5040 Brühl(DE)

(54) **Gasdichter Behälter für Warmlagerung und -transport.**

(57) Es wird ein gasdicht verschließbarer Transport- und Lagerbehälter für das Ein- und Ausbringen geschmolzener Feststoffe vorgestellt. Er besteht aus einem zylindrischen Mittelstück sowie einem unteren und oberen Klöpperboden, einem Doppelmantel zur Aufnahme eines Wärmeübertragungsmediums, einer Heizeinrichtung im unteren Teil sowie Ein- und Ausbringstutzen für Schmelze und Wärmeübertragungsmedium sowie weiteren Stutzen zur Behälterentlüftung und zum Überlauf des Wärmeübertragungsmediums in besonderer Anordnung.

EP 0 360 066 A2

Gasdichter Behälter für Warmlagerung und -transport

Die Neuerung betrifft einen gasdicht verschließbaren Behälter für Lagerung, Transport und gegebenenfalls Sedimentierung von bei Raumtemperatur festen, in geschmolzenem Zustand ein- und ausbringbaren Stoffen unter Vakuum oder bevorzugt Schutzgas, insbesondere von Lithiummetall, das gegebenenfalls in der Schmelze feste Verunreinigungen enthält, mit zylindrischem Mittelstück sowie einem unteren und einem oberen, mit Mannloch versehenen Klöpperboden.

Zweck der Neuerung ist, einen solchen Behälter in einem großen Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 600° C warmhalten zu können, und zwar unter der Bedingung eines minimalen Temperaturunterschiedes zwischen dem Ort der Begleitheizquelle und den weiter entfernten Behälterflächen.

Bislang wurden z. B. schmelzflüssige Alkalimetalle, wie Natrium oder Lithium, hergestellt nach dem Schmelzflußelektrolyseverfahren, bis zur Abformung in feste Blöcke in Behältern flüssig gehalten, denen die erforderliche Heizenergie entweder mittels Wärmeträgeröl oder durch außen an der Behälterwand angebrachte Heizelemente zugeführt wurde.

Diese Art der Energiezufuhr hat einige Nachteile. Bei Verwendung von Öl als Wärmeträgermedium ist der verfahrenstechnische Aufwand zur Betreibung des Ölkreislaufs sehr hoch. Bei Änderung der Öltemperatur, insbesondere bei An- und Abstellen der Heiz- und Kühleinrichtung, verursachen Ausdehnungen an den Flanschen von Kühlmänteln und Leitungen Undichtigkeiten, aus denen Öl tropft. Die auftretenden Probleme, vor allem in bezug auf die Betriebssicherheit sind so erheblich, daß VDI- und DIN-Vorschriften erlassen werden mußten. Ferner ist die Temperierung nur bis zu einer bestimmten Grenztemperatur möglich. Die höchste Temperatur, mit der ein Behälter praktisch mit Öl beheizt werden kann, liegt bei ca. 350° C. Wegen der Vercrackung des Wärmeträgeröls ist eine ständige Reinigung der Heizkreisläufe erforderlich.

Die Verwendung von elektrischen Begleitheizungen, z.B. mittels außen am Behälter angebrachter Heizelemente, Heizmatten oder Heizmuffen ist bezüglich Installation und Wartung aufwendig. Wenn ein solcher Behälter innen und außen mit Wasser oder Lösungsmitteln gereinigt wird, muß die Begleitheizung demontiert und danach wieder anmontiert werden.

Der Neuerung liegt die Aufgabe zugrunde, einen temperierbaren Behälter zu entwickeln, der in einem Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 600° C betreibbar ist und bei dem die Temperaturdifferenz über die gesamte Heizfläche,

d. h. der Temperaturunterschied zwischen dem Ort der Heizquelle und den entfernteren Teilen der Heizfläche minimal ist.

Gegenstand der Neuerung ist demgemäß ein gasdicht verschließbarer Behälter für Lagerung, Transport und gegebenenfalls Sedimentierung von bei Raumtemperatur festen, in geschmolzenem Zustand ein- und ausbringbaren Stoffen unter Vakuum oder bevorzugt Schutzgas, insbesondere von Lithiummetall, das gegebenenfalls in der Schmelze feste Verunreinigungen enthält, mit zylindrischem Mittelstück sowie einem unteren und einem oberen, mit Mannloch versehenen Klöpperboden.

Der neue Behälter ist gekennzeichnet durch einen Raum (1) zur Aufnahme von Natrium als Wärmeübertragungsmittel begrenzenden Doppelmantel (2), (3), an dessen äußerem Mantel (3) ein Füll- und Entlüftungsstutzen (4) sowie ein Überlaufstutzen (5) für das Natrium angebracht sind, mehrere durch den äußeren Mantel des unteren Klöpperbodens in den Raum (1) eingeführte, sternförmig angeordnete Hülsen (7) mit elektrischen Heizstäben (8), seitlich jeweils in dem zylindrischen Mittelstück benachbart zu den Ansätzen der Klöpperböden durch den Doppelmantel geführte Ein- und Ausbringstutzen (9) bzw. (10) für das Lager- oder Transportgut, sowie einen an der tiefsten Stelle des unteren Klöpperbodens angeordneten Ablassstutzen (12) für das Natrium, wobei der unterhalb des Stutzens (10) liegende Abschnitt (11) gegebenenfalls Sediment aufnimmt.

Die Temperiereinrichtung des neuerungsgemäßen Behälters besteht also aus einem im Abstand um die Behälterwand gelegten Mantel. Im unteren Bereich des Doppelmantels befinden sich Heizquellen in Form austauschbarer, mit Schutzrohren umgebener Heizstäbe.

Der Hohlraum des Doppelmantels ist zu etwa 90 Prozent mit einem Alkalimetall, vorzugsweise Natrium, als Wärmeleiter bzw. -verteiler gefüllt. Der oben im Behälter noch verbleibende Hohlraum wird evakuiert, so daß eine Volumenausdehnung des Natriums keine Druckerhöhung im Gasraum verursachen kann. Der genannte Hohlraum ist bis zum Blockflansch des Mannloches, das sich in der Mitte des oberen Klöpperbodens befindet, gezogen. Der Hohlraum weist einen Füll-, Entlüftungs-, Überlauf- und Entleerungsstutzen auf. Der Füll- und Entlüftungsstutzen sind kombiniert. Füll-, Entlüftungs- und Überlaufstutzen befinden sich im oberen Bereich des Hohlraumes, während der Entleerungsstutzen an der tiefsten Stelle des Mantelraumes angebracht ist. Alle Stutzen werden nach Einbringung des Natriums gasdicht verschweißt. Vorzugsweise umgibt der Doppelmantelhohlraum alle Stutzen dieses Be-

hälters wenigstens zum Teil.

Die Heizquelle des neuen Wärmehaltesystems besteht aus 6 sternförmig im unteren doppelten Klöpperboden angeordneten Heizstäben. Diese Heizstäbe sind in spannungsfrei eingeschweißte Schutzrohre eingesteckt, so daß bei Bedarf einzelne Stäbe während des Betriebs zur Reinigung ausgetauscht bzw. herausgenommen werden können. Die Temperatur des Wärmeleitmediums, vorzugsweise Natrium, wird sowohl im Bereich des Klöpperbodens als auch im zylindrischen Teil des Doppelmantelhohlraumes kontrolliert.

In Verbindung mit der beiliegenden Zeichnungsfigur wird im folgenden eine beispielhafte Funktionsbeschreibung des im Schutzanspruch gekennzeichneten Gegenstands der Neuerung gegeben:

Zur Füllung des Lagerungs- oder Transportbehälters mit dem bestimmungsgemäßen Produkt Lithium wird das Temperierungssystem auf die gewünschte Temperatur (diese beträgt zur Lagerung des Lithiums unter Inertgas 220° C) eingestellt und der Doppelmantel 2, 3 mittels der Heizstäbe 8 entsprechend erwärmt. Nach visueller Kontrolle des Behälterinneren auf Sauberkeit wird der Behälter gasdicht über einen auf der Behälteroberseite angeordneten Stutzen (nicht gezeigt) evakuiert und mit Inertgas gefüllt. Der Vorgang des Evakuierens und Füllens mit Inertgas wird solange wiederholt, bis die Atmosphäre im Behälter frei von Stickstoff, Sauerstoff und Wasserdampf ist.

Nach Erreichen der gewünschten Temperatur (220° C) im Raum 1 bzw. im Produkt kann das flüssig zu lagernde Lithiumprodukt entweder durch den Einbringstutzen 9 eingesaugt oder bei geeigneter Abführung des durch das Lithiumvolumen verdrängten Inertgasvolumens drucklos in freiem Zulauf auf demselben Wege in den Behälter eingebracht werden.

Die Temperatur des Lagergutes wird über eine bis in den Raum 11 im unteren Klöpperboden reichende Temperatursonde gemessen.

Die Flüssiglagerung des jeweils vorgesehenen Produkts, insbesondere aber von Lithium, kann mittels der neuerungsgemäß ermöglichten gleichmäßigen Beheizung des Behälters auf Temperaturen oberhalb des Produktschmelzpunkts absolut sicher stattfinden. Lagertemperaturen bis zu 600° C sind möglich. Falls ein Umkristallisieren des Produkts durch Erstarrenlassen und Aufschmelzen stattfinden soll, läßt sich dies mittels des wärmeleitenden Mediums Natrium ohne Auftreten von Temperaturunterschieden an allen beheizten Wandflächen durchführen, im Gegensatz zu den örtlichen punktuellen Aufheiz- oder Überhitzungserscheinungen im Falle der Verwendung einer an der Wand des Behälters angebrachten elektrischen Begleitheizung.

Gerade die mit den bisherigen Begleitheizungen unvermeidbaren lokalen Überhitzungen an der Behälterinnenwand können nämlich insbesondere bei Lithium zur Reaktion zwischen diesem aggressiven Element und einzelnen Komponenten des Behälterwerkstoffs führen. Ein hierbei auftretender Entzug von Kohlenstoff und gegebenenfalls anderen Legierungsbestandteilen kann eine gefährliche Spannungsrißkorrosion zur Folge haben.

Zur routinemäßigen Entleerung im Normalbetrieb wird das Lithium mit der üblichen Technik (Saugen, Drücken oder Ablaufenlassen über Stutzen 10) aus dem Behälter gefördert. Zur restlosen Entleerung des Behälters zwecks Reinigung können im unteren Klöpperboden befindliche flüssige und/oder feste Reste des Produkts unter Beaufschlagung mit Argon-Schutzgas von oben durch das Mannloch, leicht ausgeschöpft oder ausgekratzt werden.

Die gleichmäßige Beheizung der gesamten Behälterwand gestattet die Einstellung einer Temperatur im Lithium kurz oberhalb seines Schmelzpunkts, bei der die Reaktivität dieses Elementes gegenüber Sauerstoff, Stickstoff und dem Wasserdampf der Luft so weit herabgesetzt ist, daß das Metall an Luft in ein Auffanggefäß überführt werden kann, ohne daß die sonst beobachtete Selbstzündung auftritt. Die Neuerung stellt somit einen entscheidenden Beitrag zur Verbesserung der Sicherheit bei der Handhabung von Lithium dar.

Ansprüche

Gasdicht verließbarer Behälter für Lagerung, Transport und gegebenenfalls Sedimentierung von bei Raumtemperatur festen, in geschmolzenem Zustand ein- und ausbringbaren Stoffen unter Vakuum oder bevorzugt Schutzgas, insbesondere von Lithiummetall, das gegebenenfalls in der Schmelze feste Verunreinigungen enthält, mit zylindrischem Mittelstück sowie einem unteren und einem oberen, mit Mannloch versehenen Klöpperboden,

gekennzeichnet,

durch einen einen Raum (1) zur Aufnahme von Natrium als Wärmeübertragungsmittel begrenzenden Doppelmantel (2), (3), an dessen äußerem Mantel (3) ein Füll- und Entlüftungsstutzen (4) sowie ein Überlaufstutzen (5) für das Natrium angebracht sind, mehrere durch den äußeren Mantel des unteren Klöpperbodens in den Raum (1) eingeführte, sternförmig angeordnete Hülsen (7) mit elektrischen Heizstäben (8), seitlich jeweils in dem zylindrischen Mittelstück benachbart zu den Ansätzen der Klöpperböden durch den Doppelmantel geführte Ein- und Ausbringstutzen (9) bzw. (10) für das Lager- oder Transportgut, sowie einen an der tiefsten Stelle des unteren Klöpperbodens angeord-

neten Abfaßstutzen (12) für das Natrium, wobei der unterhalb des Stutzens (10) liegende Abschnitt (11) gegebenenfalls Sediment aufnimmt.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

4

