

Warszawa, 24 sierpnia 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 21777.

Kl. 40 a, 48/01.

Oesterreichisch Amerikanische Magnesit Aktiengesellschaft
(Radenthein, Austrija).

Sposób oczyszczania magnezu i jego stopów oraz odzyskiwania magnezu z odpadków.

Zgłoszono 25 sierpnia 1933 r.

Udzielono 3 lipca 1935 r.

Pierwszeństwo: 30 marca 1933 r. (Austrija).

Na mechaniczne właściwości oraz odporność przeciw nadżeraniu magnezu i jego stopów wpływa niekorzystnie obecność zanieczyszczeń, zwłaszcza obcych tlenków i innych związków (azotków, węglików, krzemków i t. d.), a także innych ciał obcych, jak węgla, nawet jeśli te zanieczyszczenia znajdują się w bardzo małej ilości. Wynalazek niniejszy umożliwia w bardzo prosty sposób należyte oczyszczenie technicznego magnezu i jego stopów. Sposób według wynalazku niniejszego nadaje się także do jednoczesnego usuwania zanieczyszczeń przy odzyskiwaniu magnezu przez przetapianie odpadków (np. odpadków, powstających przy obróbce mechanicznej, jak cięciu, wierceniu, toczeniu i

t. d., lub przy odlewaniu magnezu lub jego stopów). Tak więc np. ze zeszkobków metalowych, które przy obróbce znanym sposobem dały zaledwie 30% zawartego w nich magnezu jako metalu czystego, zapomocą niniejszego sposobu odzyskano wolny od żużla magnez lub jego stopy w ilości, dochodzącej do 90% pierwotnej zawartości metalu.

Dotychczas w tym celu przetapia się zwykle odpadki, bogate w magnez, pod powłoką chlorków, zwłaszcza chlorku magnezowego; resztki chlorku magnezowego przylegają do metalu i trzeba je usuwać zapomocą specjalnej obróbki wtórnej. Aby uniknąć takiego oczyszczania wtórnego, próbowano metal zwilżać tylko taką ilością sto-

pionego chlorku magnezowego, żeby następowało jedynie zlepianie się ciał obcych bez przedostawania się jednak zbyt dużego chlorku magnezowego do stopu magnezowego. W tym celu odpadki metalowe stapia się w wyższej temperaturze, np. 800°C i wyżej, z małymi ilościami bezwodnego chlorku magnezowego (odpowiadającymi w przybliżeniu ilościom obecnych zanieczyszczeń; patrz patent niemiecki Nr 360818). Według niemieckiego patentu dodatkowego Nr 403802 stosuje się stopy soli, złożone z mieszanin chlorku magnezowego albo karnalitu ($KMgCl_3 + 6H_2O$) z zagęszczającymi działającymi dodatkami. Jako środki zagęszczające w patencie tym podano obok tlenków (np. magnezowego) fluorki (magnezu, wapnia, glinu lub innych metali). Później zamiast tego zalecano stosowanie chlorku wapnia z dodatkami fluspatu, przyczem sole, wydzielające się najpierw podczas ostygnięcia stopu, działają jako środki zagęszczające (patrz patent austriacki Nr 111837).

Do tej grupy sposobów należy również propozycja, aby metal w celu oczyszczania magnezu przez stapianie oczyszczające, traktować takimi chlorkami potasowców (zwłaszcza sodowym i potasowym) lub takimi mieszaninami chlorków potasowcowych, których punkt topienia przewyższa znacznie punkt topienia magnezu (patrz patent niemiecki Nr 237791). Warunkiem tym odpowiadają mieszaniny, w których przeważa chlorek sodowy lub potasowy. Po stopieniu razem pozwala się całości ostygnąć do temperatury, w której sól albo mieszanina soli krzepnie na skorupę, do której przechodzą zanieczyszczenia, podczas gdy metal jest jeszcze ciekły.

Inna grupa sposobów polega na stapianiu oczyszczającym z dodatkami, wywołującymi w umiarkowanym stopniu powstawanie stopów. Jako taki dodatek wymieniono np. w patencie amerykańskim Nr 1698647 cynk metaliczny, z uwagą, że metal ten, jako składnik stopu, wywiera bardzo niekorzyst-

ny wpływ na magnez (strona 1 wiersz 41 — 58). Wskutek tego też w powyższym patencie amerykańskim przy użyciu fluorku magnezowego, jako głównego środka oczyszczającego, zaleca się dodawać do magnezu małą ilość (0,05 — 0,3%) metalicznego wapnia.

Według wynalazku niniejszego przeznaczony do oczyszczenia magnez lub materiał, zawierający magnez, stapia się z małymi dodatkami soli metali ciężkich, np. halogenków albo siarczków. W porównaniu z pierwszą grupą omówionych powyżej znanych sposobów różnica dotyczy kationu: efekty oczyszczania, osiągalne zgodnie z wynalazkiem, można otrzymywać jedynie za pomocą metali ciężkich. Od drugiej grupy znanych sposobów sposób według wynalazku różni się tem, że metal ciężki, w celu otrzymania wyników, osiągalnych według wynalazku, trzeba wprowadzać w postaci soli.

Zgodnie z wynalazkiem stosuje się te sole, których kationy nie tworzą wcale lub tworzą zaledwie w bardzo słabym stopniu stopy ze stopionym magnezem, albo też te sole, których kationy, jako składniki stopu, wpływają korzystnie na właściwości magnezu lub jego stopów, a w każdym razie nie wpływają ujemnie. Do pierwszej grupy należą sole żelaza i manganu, np. chlorek żelazowy ($FeCl_3$), chlorek manganu ($MnCl_2$). Można np. stosować tylko chlorek żelaza, mieszaninę obu soli w równych częściach albo również mieszaninę soli z równymi ilościami chlorku magnezowego. Jako sole drugiej grupy można wymienić np. następujące: trójsiarczek antymonu, trójsiarczek antymonu, chlorek kadmu, chlorek miedzi ($CuCl_2$) i chlorek cynku. Ilość tych dodatków zależy od rodzaju i ilości zanieczyszczeń; naogół wystarcza 1 — 3% wagowych (w stosunku do całkowitej ilości obrabianego materiału).

Punkt topienia wybranych soli lub mieszaniny soli powinien być niższy od punktu topienia magnezu, ich zaś ciężar właściwy powinien przewyższać ciężar właściwy sto-

pionego magnezu. Jeśli solami takimi posypać podczas stapiania metal, przeznaczony do oczyszczenia, to topią się one wcześniej, niż metal i pokrywają ten ostatni już przed stopieniem go, dzięki czemu jest on zabezpieczony od utlenienia. Szczególnie korzystnie ujawnia się to działanie przy oczyszczaniu stopów magnezu, ponieważ punkt topienia takich stopów leży z reguły niżej od punktu topnienia magnezu. Jeśli metal po stopieniu dobrze mieszać, dodając soli w dalszym ciągu, to stopiona sól po połączeniu się z zanieczyszczeniami opada szybko na dno, dzięki swemu ciężarowi właściwemu, tak iż po skończonem osadzaniu się oczyszczony metal można zlać, przyczem stopiony metal zostaje zabezpieczony od utleniania się cienką błonką stopionej soli.

Dobrze jest sole lub mieszaniny soli, w celu osiągnięcia dokładniejszego zmieszania, stopić przed użyciem oraz stop ten stosować następnie w postaci rozdrobnionej.

Przykład I. Magnez, oczyszczony przez destylację i zawierający 99,858% magnezu, potraktowano za pierwszym razem 1% chlorku cynkowego, za drugim razem — 1% chlorku żelaza. Zawartość magnezu wzrosła do 99,940%. Zawartość węgla z 0,031% spadła do zera, zawartość żelaza z 0,061 spadła na 0,026% (0,028%). Tę samą próbkę stopiono z mieszaniną równych części chlorku magnezowego, chlorku cynkowego i chlorku żelaza. Przy użyciu 1% tej mieszaniny zawartość żelaza spadła na 0,016% przy dodaniu zaś 3% mieszaniny zawartość żelaza spadła na 0,003%; zawartość węgla w obu przypadkach spadła do zera.

Przykład II. Zanieczyszczony śrut magnezowy, a także zeskrobki i wiórki stopiono z 3% mieszaniny soli, złożonej z 30% chlorku żelazowego, 30% chlorku cynkowego, 30% chlorku magnezu i 10% fluorku magnezu. Otrzymano leżną zupełnie wolną od żużla. Zawartość żelaza w metalu pozostała bez zmiany, natomiast zawartość cynku po obróbce wynosiła zaledwie 0,04%.

Przykład III. Zanieczyszczony śrut ze stopu magnezowego o przybliżonym składzie: 4% glinu, 1% cynku, 0,3% antymonu, resztę stanowił magnez, potraktowano 3% mieszaniny, złożonej z 40% trójsiarczku antymonu, 20% chlorku żelaza, 10% chlorku cynku i 30% chlorku magnezu. Również i w tym przypadku otrzymano leżną zupełnie wolną od żużla. Zawartość żelaza w oczyszczonym stopie pozostała bez zmiany, zawartość zaś antymonu wzrosła o 0,1%.

W patencie austriackim Nr 119266 opisano sposób oczyszczania stopów magnezu i żelaza, który jest dalszem rozwinięciem sposobu, opisanego w omówionym we wstępie patencie niemieckim Nr 403802. Zamiast stosować do oczyszczania stopu mieszaninę chlorku magnezowego albo karnalitu z materiałami dodatkowymi, działającymi, jako środki zagęszczające, jak to wspomniano w powyższym patencie niemieckim, według wymienionego patentu austriackiego oczyszczanie wzmagają się przez jednoczesne działanie wapnia i manganu. W tym celu do stopionego metalu, pokrytego zagęszczonym stopem soli, wprowadza się najpierw metaliczny wapń dopóty, aż stop wchłonie 0,5% Ca, poczem kapiel metalową przemywa się stopioną solą tak długo, aż kapiel ta odda zpowrotem przeważną ilość wapnia; następnie dodaje się nową ilość stopionej soli, zawierającej chlorek manganu w ilości, wystarczającej w przybliżeniu do wytworzenia stopu z zawartością około 1% manganu, i miesza się znowu, ogrzewając do temperatur około 900°, aby część dodanego chlorku manganowego zredukować do metalu i stopić z magnezem. Zawartość wapnia powinna zmniejszyć się do maksymalnej zawartości 0,1%, zawartość zaś manganu — powiększyć do maksymalnej zawartości 0,4%. Sposób ten pokrywa się z wyżej opisanym o tyle, że metal ciężki w postaci soli, a mianowicie chlorku manganu, współdziała jako środek oczyszczający. Jednakże w tym patencie austriackim opisane jest wyzyskanie rafinują-

cego działania wapnia i manganu jedynie łącznie ze sposobem oczyszczania według patentu niemieckiego Nr 403802, a prócz tego wyraźnie zaznaczono, że wapń i mangan przy łącznym użyciu, działają oczyszczająco, czego nie można w tym samym stopniu osiągnąć zapomocą każdego z tych metali osobna. W przeciwieństwie do tego, sposób według niniejszego wynalazku polega na stosowaniu soli metali ciężkich jako głównych środków oczyszczających, przyczem właściwe użycie samego tylko chlorku manganowego, nie prowadzi do celu, natomiast, jak to podaje przykład I, efekt oczyszczania osiąga się przez traktowanie chlorkiem cynku lub chlorkiem żelaza, bez jakiegokolwiek innego dodatku. W każdym razie w myśl wynalazku wyłączone jest wprowadzanie do magnezu wapnia metalicznego, jako składnika stopu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oczyszczania magnezu i jego stopów oraz odzyskiwania magnezu z odpadków przez stapianie z solami, znamienny tem, że do materiału, przeznaczonego

do oczyszczenia, dodaje się metali ciężkich w postaci ich soli, np. halogenków lub siarczków, z dodatkiem halogenków magnezu lub bez tego dodatku, przyczem dobiera się te sole metali ciężkich, których katjony nie tworzą stopów ze stopionym magnezem, lub tworzą je tylko w bardzo małym stopniu, albo te sole, których katjony tworzą stopy ze stopionym magnezem, nie wpływając jednak ujemnie na jego właściwości.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że się dobiera te sole albo mieszaniny soli, których punkt topienia leży poniżej punktu topienia magnezu, natomiast ciężar właściwy przewyższa ciężar właściwy stopionego magnezu.

3. Sposób według zastrz. 1 — 2, znamienny tem, że sole albo mieszaniny soli stapia się przed użyciem i otrzymany stop soli stosuje się następnie w postaci rozdrobnionej.

Oesterreichisch
Amerikanische Magnesit
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.