



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪ CH 649 097 A5

⑤① Int. Cl.⁴: C 22 B 7/00
C 22 C 29/00
C 22 C 3/00

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑫① Gesuchsnummer: 5330/82

⑫② Anmeldungsdatum: 08.09.1982

⑫③ Priorität(en): 07.11.1981 DE 3144284

⑫④ Patent erteilt: 30.04.1985

⑫⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 30.04.1985

⑫⑥ Inhaber:
Leybold-Heraeus GmbH, Köln 51 (DE)

⑫⑦ Erfinder:
Wanetzky, Erwin, Gross Krotzenburg (DE)
Hugo, Franz, Aschaffenburg (DE)
Kuhlmann, Fernand, Seligenstadt (DE)

⑫⑧ Vertreter:
Kemény AG Patentanwaltbüro, Luzern

⑫⑨ **Verfahren, Vorrichtung und Regelanordnung zum Aufarbeiten von Hartmetallschrott durch Legieren.**

⑫⑩ Die Erfindung betrifft ein Verfahren, eine Vorrichtung sowie eine Regelanordnung zum Aufarbeiten von Hartmetallschrott durch Legieren. Dies geschieht durch Behandeln des Schrotts mit einem niedrigschmelzenden, die Hartmetallmatrix auflösenden Metall bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes der gebildeten Legierung. Die Behandlung erfolgt in einem Rezipienten in Anwesenheit von Inertgas, dessen Druck nach Beendigung des Legierungsvorgangs allmählich abgesenkt wird, wobei der entstehende Metaldampf kondensiert wird.

Zur Lösung der Aufgabe, in dem entstehenden Rückstand einen Anteil des niedrigschmelzenden Metalls von weniger als 100 ppm zu erzeugen und die Kondensation von Metaldämpfen auf dem Rezipienten zu verhindern, wird erfindungsgemäss vorgeschlagen, dass man den Hartmetallschrott und das niedrigschmelzende Metall in einer im Rezipienten angeordneten Innenkammer miteinander legiert. Aus dieser Innenkammer werden der Metaldampf und das Inertgas auf die Kondensationsflächen geleitet, und das von den Metaldämpfen befreite Inertgas wird im Kreislauf durch die Innenkammer geführt. Der Metaldampf dient dabei als Antriebsmittel für die Inertgasströmung.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum Aufarbeiten von Hartmetallschrott durch Behandeln des Schrotts mit einem niedrigschmelzenden, die Hartmetallmatrix auflösenden Metall bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes der gebildeten Legierung in einem Rezipienten in Anwesenheit von Inertgas, wobei zunächst der Legierungsvorgang bei Drücken oberhalb etwa des Doppelten des Partialdrucks des niedrigschmelzenden Metalls durchgeführt und danach das niedrigschmelzende Metall bei Drücken unterhalb 1 mbar verdampft und an Kondensationsflächen kondensiert wird, dadurch gekennzeichnet, dass man den Hartmetallschrott und das niedrigschmelzende Metall in einer im Rezipienten angeordneten Innenkammer miteinander legiert, aus der man den Metaldampf und das Inertgas auf die Kondensationsflächen leitet, und dass man das von den Metaldämpfen befreite Inertgas im Kreislauf durch die Innenkammer führt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Temperatur der Legierung über den Druck im Rezipienten regelt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 unter Verwendung von Zink als niedrigschmelzendem Metall, dadurch gekennzeichnet, dass man den Legierungsvorgang bei einem Druck zwischen 1200 und 2000 mbar, vorzugsweise zwischen 1400 und 1600 mbar, durchführt, und dass man den Druck nach beendeter Legierungsbildung bei im übrigen isothermer Verfahrensführung auf einen Wert unterhalb 1 mbar, vorzugsweise auf unterhalb 10^{-1} mbar absenkt und die Behandlung fortsetzt bis der Rückstand einen Zinkgehalt unterhalb 100 ppm aufweist.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man die Legierungsbildung bei etwa 850°C durchführt, danach die Legierung auf etwa 920°C aufheizt und bei dieser Temperatur das isotherme Verdampfen des Zinks durchführt bis ein Zinkgehalt unterhalb 50 ppm erreicht ist.

5. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Innenkammer aus stapelbaren Ringnutentiegeln (22) besteht, die unter Belassung von Kapillar- bzw. Diffusionsspalten (28) aufeinander gesetzt sind und zentrale miteinander fluchtende Dampfkanäle (26) aufweisen, die ausschliesslich in Richtung auf die Kondensationsflächen (8a) geöffnet sind, und dass unterhalb der Innenkammer (20) ein Rückströmungskanal (19) für das Inertgas vorhanden ist.

6. Regelanordnung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch einen der Innenkammer (20) zugeordneten Temperaturfühler (46) und einen dem Temperaturfühler nachgeschalteten Druckregler (48) der das Vakuum im Rezipienten in der Weise regelt, dass die Temperatur des Innenbehälters oberhalb einer vorgegebenen Solltemperatur gehalten wird.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufarbeiten von Hartmetallschrott durch Behandeln des Schrotts mit einem niedrigschmelzenden, die Hartmetallmatrix auflösenden Metall bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes der gebildeten Legierung in einem Rezipienten in Anwesenheit von Inertgas, wobei zunächst der Legierungsvorgang bei Drücken oberhalb etwa des Doppelten des Partialdrucks des niedrigschmelzenden Metalls durchgeführt und danach das niedrigschmelzende Metall bei Drücken unterhalb 1 mbar verdampft und an Kondensationsflächen kondensiert wird.

Hartmetallschrott fällt in erheblichen Mengen beispielsweise im Zusammenhang mit verschlissenen Werkzeugen für

die spanabhebende Metallbearbeitung an. Ein bekanntes Beispiel sind die sogenannten «Wendeplatten». Hierbei besteht ein Problem darin, den Hartmetallschrott so aufzubereiten, dass er in geeigneter Reinheit als Ausgangsmaterial bzw. Beimischung wieder verwendet werden kann. Hauptbestandteil des Hartmetalls ist dabei Kobalt.

Ein bekanntes Verfahren der eingangs beschriebenen Gattung beruht dabei auf der Löslichkeit der Hartmetall-Matrix in einem niedrigschmelzenden Metall wie beispielsweise Zink. Je nach dem Kobaltgehalt des Hartmetalls wird dem Schrott so viel Zink beigegeben, dass eine Legierung mit einer Solidustemperatur von ca. 820°C gebildet wird. Zink ist ein Metall mit einem sehr hohen Dampfdruck, so dass die Legierungsphase unter erhöhtem Schutzgasdruck, beispielsweise unter einem Druck von etwa 1500 mbar durchgeführt wird. Das Zink dringt durch Diffusion in die Hartmetallmatrix ein und sprengt das Gitter des Hartmetalls. Nach dem Abdestillieren des Zinks verbleibt in der Anlage ein «Kuchen», der in einem Zerkleinerungsprozess zu feinem Pulver zermahlen wird. Dieses Pulver wird der Wiederverwendung zugeführt. Als weiteres niedrigschmelzendes Metall kommt ausser Zink auch noch Kadmium in Frage.

Bei dem bekannten Verfahren wird das Partialdruckgefälle des Zinkdampfes zwischen der beheizten Legierungszone und den Kondensationsflächen sowie die Diffusionsgeschwindigkeit der Zinkmoleküle zwischen diesen Zonen ausgenutzt. Das Konzentrationsgefälle wird durch das Temperaturgefälle in der für das Verfahren benötigten Vorrichtung bestimmt, während die Abdampfrate durch die Diffusionsgeschwindigkeit der Zinkmoleküle in der Inertgasatmosphäre bestimmt wird.

Bei dem bekannten Verfahren wird der Hartmetallschrott zusammen mit Zinkgranulat in einem nach oben offenen Tiegel untergebracht. Um schädliche Reaktionen des Zinks mit dem Tiegelmateriale zu vermeiden, besteht der Tiegel aus gegenüber dem Zink resistenten Grafit. Diese Massnahme ist jedoch mit zwei wesentlichen Nachteilen verbunden:

Zunächst einmal ist es auch durch starke Druckabsenkung im Rezipienten im Anschluss an die Legierungsbildung nicht gelungen, den Zinkgehalt im Rückstand auf Werte nennenswert unterhalb 400 ppm abzusenken. Ein derart grosser Zinkgehalt ist aber für die Wiederverwendung des aufgearbeiteten Schrotts zu hoch, da mit einem derartigen Zinkanteil keine ausreichende Festigkeit und Standzeit der neuen Hartmetallwerkzeuge erreicht werden kann. Infolgedessen war man gezwungen, den versprödeten Rückstand mittels zusätzlicher komplizierter Verfahren in Richtung auf einen niedrigeren Zinkgehalt als 400 ppm weiter zu behandeln.

Ein weiterer erheblicher Nachteil der bekannten Verfahrensführung beruht auf der Sichtverbindung zwischen dem Tiegelinhalt und den Innenflächen bzw. Einbauten des Rezipienten. Infolgedessen konnte nicht verhindert werden, dass das zu verdampfende Zink teilweise auf den Einbauten bzw. Innenflächen des Rezipienten kondensiert. Diese Kondensatmengen gingen nicht nur im Hinblick auf die im eigentlichen Kondensator abgeschiedenen Stoffmengen verloren, sie stellten auch eine unerwünschte Verunreinigung des Rezipienten und seiner Einbauteile dar. Von ganz besonderer Bedeutung ist hierbei jedoch die Neigung des Zinks, mit den Kondensationsflächen unerwünschte Reaktionen einzugehen und Legierungen zu bilden, die letztendlich bis zur Zerstörung der betreffenden Bauteile führen.

Von der Eigenschaft des Zinks, mit seiner Berührungsfläche eine regelrechte Verzahnung einzugehen, wird beim sogenannten Feuerverzinken Gebrauch gemacht. Während die extreme Haftfestigkeit der Zinkschicht bei den dieserart hergestellten Endprodukten ausserordentlich erwünscht ist, stellt die nahezu unlösbare Verbindung zwischen dem Zink

und der Kondensationsfläche dann ein unerwünschtes Nebenergebnis dar, wenn beispielsweise die Rezipientenwandung in bestimmten Abständen von dem kondensierten Zink gereinigt werden muss. Dies ist ein praktisch unlösbares Problem.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs beschriebenen Art anzugeben, durch das der Restanteil des niedrigschmelzenden Metalls im Rückstand in einem Arbeitsgang auf weniger als 100 ppm, vorzugsweise auf weniger als 50 ppm, abgesenkt werden kann und bei dem keine Metaldämpfe auf den Innenflächen oder Einbauten des Rezipienten niedergeschlagen werden.

Die Lösung der gestellten Aufgabe erfolgt bei dem eingangs beschriebenen Verfahren erfindungsgemäss dadurch, dass man den Hartmetallschrott und das niedrigschmelzende Metall in einer im Rezipienten angeordneten Innenkammer miteinander legiert, aus der man den Metaldampf und das Inertgas auf die Kondensationsflächen leitet, und dass man das von den Metaldämpfen befreite Inertgas im Kreislauf durch die Innenkammer führt.

Die genannte Innenkammer ist die vorrichtungsseitige Voraussetzung für die Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens. Hierunter wird ein Einbauteil des Rezipienten verstanden, das den Metaldämpfen keinen anderen Weg freilässt als denjenigen zu den Kondensationsflächen. Es handelt sich um eine im Hinblick auf die Metaldämpfe im wesentlichen allseitig geschlossene Innenkammer, die für die Metaldämpfe ausschliesslich eine Austrittsöffnung aufweist, durch die die Metaldämpfe unmittelbar auf die Kondensationsflächen geleitet werden. Dabei soll jedoch die Innenkammer im Hinblick auf das im Rezipienten vorhandene Inertgas eine ausreichende Durchlässigkeit aufweisen, derart, dass das Inertgas im Kreislauf durch die Innenkammer geführt wird. Hierfür können in der Innenkammer ausserordentlich kleine Öffnungen oder Spalte vorgesehen werden, welche eine Sichtverbindung des Inhalts der Innenkammer mit den Innenflächen des Rezipienten oder dessen Einbauten ausschliesst. Gleichzeitig sind die Strömungswege für das Inertgas in den Wänden der Innenkammer so eng bemessen, dass eine entgegengesetzte Richtung eines Metaldampfstroms ausgeschlossen ist.

Durch die erfindungsgemässe Massnahme werden die verdampften Metallmoleküle in einer Vorzugsrichtung bewegt, nämlich in Richtung der Kondensationsflächen. Dadurch kommt ein Transportmechanismus in Gang, der das Inertgas innerhalb der Vorrichtung zwischen der Innenkammer und den Kondensationsflächen im Kreislauf umwälzt.

Dieser Effekt lässt sich mit dem Wirkungsmechanismus einer Diffusionspumpe vergleichen. Da das Inertgas aus dem Kondensator wieder entweicht und durch die bereits beschriebenen Strömungskanäle in die Innenkammer eintritt, wird das Inertgas auch ohne Anwendung mechanischer Einrichtungen wie beispielsweise Umwälzpumpen nur durch die Wirkung des Metaldampfstroms im Kreislauf umgewälzt. Diese Inertgasströmung verhindert gleichzeitig das Strömen von Metaldämpfen in entgegengesetzter Richtung.

Dass es durch zweckentsprechende Ausbildung der Kondensationsflächen ohne weiteres möglich ist, die Metaldämpfe in einem solchen Umfange zu kondensieren, dass das Inertgas bei seinem Eintritt in den Rezipienten völlig frei von Metaldämpfen ist, wird auf diese Weise wirksam das Eindringen von Metaldämpfen in Richtung auf die Innenflächen und Einbauten des Rezipienten verhindert. Das Inertgas wirkt gewissermassen als Spülgas für den Zwischenraum zwischen der Innenkammer und der Rezipientenwandung und führt zu ausserordentlich langen Standzeiten der Vorrichtung.

Ausserdem wird durch den beschriebenen Transportme-

chanismus erreicht, dass in einem einzigen Arbeitsgang der Restgehalt an niedrigschmelzendem Metall im Rückstand («Kuchen») auf weniger als 100 ppm, vorzugsweise auf weniger als 50 ppm, abgesenkt werden kann.

Die Inertgasumwälzung stört im positiven Sinn das der Temperaturdifferenz entsprechende Partialdruckgefälle des Metaldampfes. Innerhalb der Innenkammer bildet sich eine Zone geringer Inertgaskonzentration aus, so dass eine praktisch unbehinderte Metallverdampfung möglich ist. Ausserhalb der Innenkammer herrscht eine höhere Inertgasdichte und damit ein erhöhter Schutz der Rezipientenwandung vor einem Angriff des Metaldampfes. Der bereits beschriebene Transportmechanismus verstärkt sich, wenn der Gesamtdruck im Kondensator dem Partialdruck des Metaldampfes in der Innenkammer entspricht.

Bei dem bekannten Verfahren besteht ausserdem bei zu rascher Druckabsenkung, bedingt durch den damit zu grossen Entzug von Verdampfungswärme, die Gefahr einer Unterschreitung der Soliduslinie der gebildeten Legierung und damit einer Sprengung der Innenkammer bzw. des Tiegels oder der Behälter, aus denen die Innenkammer aufgebaut ist.

Um dies wirksam zu verhindern, wird gemäss der weiteren Erfindung vorgeschlagen, dass man die Temperatur der Legierung über den Druck im Rezipienten regelt. Dies geschieht auf bevorzugte Weise dadurch, dass man die Temperatur der Legierung unmittelbar oder mittelbar (beispielsweise durch die Temperatur der Wandung der Innenkammer) erfasst und dadurch bei vorgegebener Heizleistung die Saugleistung der Vakuumpumpen in der Weise regelt, dass die Temperatur des Innenbehälters oberhalb einer vorgegebenen Solltemperatur gehalten wird. Die Regelung der Saugleistung der Pumpen, die in Bezug auf den Rezipienten zu verstehen ist, kann auch dadurch beeinflusst werden, dass über ein Regelventil in die Saugleitung Fremdgas eingelassen wird.

Die Temperatur der Innenkammer bleibt daher weitgehend konstant, da kleine Änderungen der Temperatur grosse Änderungen des Dampfdruckes bewirken, während die Abdampftrate proportional der zugeführten Wärmemenge ist. Die Gefahr eines Einfrierens der Legierungsschmelze ist auf diese Weise weitgehend ausgeschlossen.

Die Erfindung bezieht sich auch auf eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens, die gemäss der weiteren Erfindung dadurch gekennzeichnet ist, dass die Innenkammer aus stapelbaren Ringnutentiegeln besteht, die unter Belassung von Kapillar- bzw. Diffusionsspalten aufeinander gesetzt sind und zentrale, miteinander fluchtende Dampfkanäle aufweisen, die ausschliesslich in Richtung auf die Kondensationsflächen geöffnet sind, und dass ausserhalb der Innenkammer ein Rückströmungskanal für das Inertgas vorhanden ist.

Schliesslich betrifft die Erfindung auch eine Regelanordnung zur Durchführung des Verfahrens, die gemäss der weiteren Erfindung gekennzeichnet ist durch einen der Innenkammer zugeordneten Temperaturfühler und einen dem Temperaturfühler nachgeschalteten Druckregler, der das Vakuum im Rezipienten in der Weise regelt, dass die Temperatur des Innenbehälters oberhalb einer vorgegebenen Solltemperatur gehalten wird.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen des Erfindungsgegenstandes sind in den übrigen Unteransprüchen genannt.

Ein Ausführungsbeispiel des Erfindungsgegenstandes wird nachfolgend anhand der einzigen Figur näher erläutert, die einen Vertikalschnitt durch eine vollständige Vorrichtung mit den erforderlichen Peripheriegeräten einschliesslich eines Regelsystems zeigt.

In der Figur ist eine Basisplatte 1 gezeigt, auf der unter Zwischenschaltung einer Dichtung 2 ein Rezipient 3 ruht, der

als nach unten offener Hohlzylinder ausgebildet ist. Die Basisplatte 1 besitzt eine zum Rezipienten koaxiale Öffnung 4, an die sich nach unten hin ein Stutzen 5 mit einem Flansch 6 anschliesst.

Mit dem Flansch 6 ist über eine Dichtung 7 ein Kondensator 8 mit einer Kondensationsfläche 8a verbunden, der aus einem hohlzylindrischen Topf mit einer aussen aufgetragenen Kühlschlange 9 besteht. Die Innenquerschnitte von Stutzen 5 und Kondensator 8 sind etwa gleich.

Der Rezipient 3 umschliesst einen Heizraum 10, während der Kondensator 8 einen Kondensationsraum 11 umschliesst. Die beiden genannten Räume stehen miteinander in Verbindung, bilden aber eine nach aussen hin abgeschlossene Einheit.

Der Rezipient 3 ist von einer koaxialen Heizhaube 12 umgeben, die sich an ihrem unteren Ende unter Zwischenschaltung einer Dichtung 13 auf dem nicht näher bezeichneten Ringflansch des Rezipienten 3 abstützt und gegenüber diesem einen gasdichten Raum 14 einschliesst. Die Heizhaube 12 ist auf ihrer Innenseite mit einer Wärmedämmung 15 ausgekleidet, innerhalb welcher eine Heizeinrichtung angeordnet ist, die durch das Heizelement 16 symbolisiert ist. Die Heizleistung ist durch einen Leistungssteller 17 veränderbar.

Im unteren Teil des Rezipienten 3 befindet sich ein im wesentlichen als Rotationskörper ausgebildeter Stützkörper 18, der sich in der Weise auf der Basisplatte 1 abstützt, dass der Querschnitt der Öffnung 4 nicht vollständig verschlossen ist. Dies geschieht mittels mehrerer, im Bereich der äusseren Unterkante des Stützkörpers 18 vorhandener Öffnungen, die radiale Ausnehmung bilden und ausreichende Querschnitte für die Ausbildung eines Inertgaskreislaufes freilassen. Die Öffnungen bilden zusammen einen Rückströmungskanal 19. Der Stützkörper 18 besitzt in seinem Innern einen etwa trichterförmigen Hohlraum 18a, an dem sich nach unten hin eine koaxiale Dampfleiteneinrichtung 21 anschliesst.

Auf dem Stützkörper 18, der zu diesem Zweck einen kreisringförmigen Rand aufweist, ruht eine Innenkammer 20, die aus mehreren stapelbaren Ringnutentiegeln 22 zusammengesetzt ist, die sämtlich den gleichen Aussendurchmesser aufweisen wie der Stützkörper 8. Die Ringnutentiegel besitzen einen Boden 23, eine Aussenzarge 24 konstanter Höhe und eine Innenzarge 25, die einen Dampfkanal 26 umschliesst. Die Innenzarge 25 ist – bei ebenem Boden 23 – in der Höhe geringer gehalten als die Aussenzarge 24, so dass ein radialer Spalt ausreichender Höhenabmessungen für die sich ausbildende Dampfströmung gegeben ist. Sämtliche Ringnutentiegel sind als Rotationskörper ausgebildet, so dass auch sämtliche Dampfkanäle 26 miteinander und mit der Dampfleiteneinrichtung 21 fluchten. Der oberste Ringnutentiegel 22 ist durch einen Deckel 27 verschlossen, der auch den Dampfkanal überdeckt.

Stützkörper 18, Ringnutentiegel 22 und Deckel 27 bestehen aus einem gegen die verarbeitenden Materialien resistenten Werkstoff, beispielsweise aus Grafit. Durch die beschriebene gestapelte Anordnung der Ringnutentiegel 22 werden zwischen den Berührungsflächen, die Kreisringflächen sind, sogenannte Kapillarspalte 28 gebildet, die zwar eine Inertgasströmung durch die zylindrische Hüllfläche aller Ringnutentiegel von aussen nach innen zulassen, nicht aber eine Dampfströmung in umgekehrter Richtung.

Es ist erkennbar, dass die Dampfleiteneinrichtung 21 in den Kondensator 8 mündet. Mittels der gestrichelten Linie 29 ist die Oberfläche des im Kondensator niedergeschlagenen Kondensats gekennzeichnet, wobei die Oberfläche die jeweilige Kondensationsfläche ist. Das Gemisch aus Hartmetallschrott und niedrigschmelzendem Metall befindet sich während des Betriebs der Vorrichtung in zumindest teilweise

geschmolzenem Zustand in den Ringräumen zwischen den Aussenzargen 24 und den Innenzargen 25. Aufgrund des sich ausbildenden Dampfstroms innerhalb der Dampfkanäle 26 und der Dampfleiteneinrichtung 21 sowie aufgrund des Partialdruckgefälles des Dampfes in Richtung auf die Kondensationsflächen im Kondensator 8 entsteht eine wirksame Kreislaufströmung des nicht kondensationsfähigen Inertgases, das den Metaldampf bis in den Kondensator begleitet, diesen jedoch über den Rückströmungskanal 19 wieder frei von Metaldampfanteilen verlässt und in den Ringspalt zwischen dem Rezipienten 3 und der Innenkammer 20 eintritt. Von hier dringt das Inertgas wieder durch die bereits beschriebenen Kapillarspalte in die Innenkammer 20 ein, so dass sich der Kreislauf wiederholt.

Der erforderliche Betriebsdruck im Rezipienten 3 wird im Vakuumbereich durch einen Saugstutzen 30 erzeugt, der über eine Leitung 31 mit einem Manometer 32 und über eine Leitung 33, ein Filter 34, ein Ventil 35 mit einer Vakuumpumpe 36 in Verbindung steht.

Im Heizraum 11 sowie im gasdichten Raum 12 lassen sich zur Druckentlastung des Rezipienten 3 etwa gleichgrosse Drücke erzeugen. Dies geschieht dadurch, dass die Heizhaube 12 mit einem Anschlussstutzen 37 versehen ist, von dem eine Rohrleitung 38 über ein Ventil 39 zu einer zweiten Vakuumpumpe 40 führt. Die Saugseiten der Vakuumpumpen 36 und 40 sind über eine Leitung 41 miteinander verbunden, in der sich ein Rückschlagventil 42 befindet.

In dem gasdichten Raum 14 befindet sich ein Temperaturfühler 43, der über einen Temperaturbegrenzer 44 und eine Steuerleitung 45 auf das Stellglied 17 im Sinne einer Temperaturbegrenzung einwirkt.

Innerhalb des Rezipienten 3 befindet sich in unmittelbarer Nachbarschaft der Innenkammer 20 ein weiterer Temperaturfühler 46, der über einen Umschalter 47 wahlweise entweder auf das Stellglied 14 oder auf einen Druckregler 48 einwirkt. Auf diese Weise hat man es in der Hand, die Temperatur der Schmelze druckabhängig zu regeln, da kleine Änderungen der Temperatur grosse Änderungen des Dampfdrucks bewirken. Die Verdampfungsrate ist hierbei proportional der zugeführten Wärmemenge. Wenn man nunmehr die Temperatur der Schmelze bzw. der Ringnutentiegel mittels des Temperaturfühlers 46 erfasst, lässt es sich durch eine Druckregelung erreichen, dass der Druck nicht soweit abgesenkt wird, dass die Schmelze in den Ringnutentiegeln 22 einfriert. Vielmehr kann die Temperatur in den Ringnutentiegeln weitgehend konstant gehalten werden.

Beispiel

Ringnutentiegel werden mit je zur Hälfte Gewichtsanteilen Hartmetall und Zink-Granulat beschickt und in der Weise aufeinander gestapelt, wie dies in der Figur dargestellt ist. Nach dem Aufsetzen des Rezipienten 3, der Heizhaube 12 und nach dem Anbringen des Kondensators 8 wird die Vorrichtung auf einen möglichst niedrigen Sauerstoffpartialdruck evakuiert.

Als dann wird über das Regelventil 49 Argon durch den Saugstutzen 30 eingelassen, bis in dem Rezipienten ein Druck von 1500 mbar herrscht (das Ventil 35 ist hierbei geschlossen, und das Rückschlagventil 42 wirkt in dieser Richtung der Druckbeaufschlagung als Sperre). Die Heizung wird nunmehr eingeschaltet und über einen Programmgeber auf 850°C hochgefahren. Die Temperatursteigerung geschieht nach einer Rampenfunktion. An das Erreichen der Maximaltemperatur schliesst sich eine isotherme Diffusionszeit an, die je nach der Grösse der zu versprödhenden Schrottteile Stunden betragen kann. Nach völliger Durchdringung der Schrottteile mit Zink wird die Temperatur der Legierung auf 920°C gesteigert, und gleichzeitig wird der Argondruck abgesenkt.

Entspricht der Argondruck im Rezipienten dem Dampfdruck des Zinks bei dieser Temperatur, so setzt ein Zink-Transport von den Ringnutentiegeln in den Kondensator über die Dampfleiteneinrichtung 21 ein. Diese Phase lässt sich messtechnisch über die Wärmebelastung des Kondensators 8 feststellen.

Von diesem Augenblick an wird die Heizung mit konstanter Leistung betrieben, während die Temperatur über den Argondruck geregelt wird. Eine konstante Temperatur hat eine konstante Absenkung des Drucks zur Voraussetzung. Eine sinkende Temperatur bewirkt einen konstanten Druck bzw. ein Ansteigen des Drucks um einen bestimmten Betrag mit definierter Haltezeit. Eine Korrektur der Leistung, die durch die Veränderung des Wärmeübergangs zwischen Ringnutentiegel und Legierung erforderlich ist, wird über einen Programmgeber vorgenommen. Der Druck wird auf diese Weise kontrolliert bis in das Feinvakuumgebiet von etwa 5×10^{-2} mbar abgesenkt.

Am Ende des Verfahrens befanden sich in den Ringnuten-

tiegeln sogenannte «Kuchen» aus einer krümeligen Masse, in der ein Restgehalt an Zink von etwa 45 ppm festgestellt werden konnte. Aus dem betreffenden Pulver konnten mittels der üblichen Wiederaufbereitungsprozesse neue Hartmetallwerkzeuge von einwandfreier Qualität hergestellt werden.

Unter dem Ausdruck Kapillarspalt ist ein spaltförmiger Zwischenraum zwischen Aussenzarge und Deckelrand zu verstehen, wie er beispielsweise durch zwei ebene Kreisringflächen am Ringnutentiegel und am Deckel begrenzt wird, wenn der Deckel mittels der üblichen Oberflächenunregelmässigkeiten (Bearbeitungsriefen) auf dem Tiegelrand aufliegt. Gleiches gilt für den Kapillarspalt, wenn er zwischen zwei Ringnutentiegeln gebildet wird. Der Kapillarspalt kann auch durch ein Gewinde, ein Labyrinth oder dergleichen verlängert werden. Die Spaltweite sollte nicht mehr als etwa 0,1 mm betragen. Der Grenzwert kann durch Versuche bestimmt werden; er ist dann erreicht, wenn Metall auf den Rezipientenwänden kondensiert.

