

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

C22.c 1/02

Nr 31236

Kl. 40 b, 1

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

Sposób wytwarzania stopów

Zgłoszono 21 lutego 1939

Udzielono 4 grudnia 1942

Pierwszeństwo: 2 marca 1938 (Niemcy)

Przy wytwarzaniu stopów otrzymywanie jednego lub większej liczby metali stopowych przez redukcję ich związków łączy się często z samym otrzymywaniem stopu tak, że redukcję tych związków za pomocą środka redukującego przeprowadza się w obecności innego składnika stopu. Można przy tym postępować tak, że albo mieszaniny, składającej się z podlegającego redukcji związku metali i ze środka redukującego, dodaje się do stopu, utworzonego z drugiego metalu, tworzącego następnie składnik stopu, albo też związek podlegający redukcji wprowadza się do stopu tego drugiego metalu ze środkiem redukującym. W przypadku stosowania dających się redukować związków, które stają się lotne już w temperaturach kilku-

set stopni, np. związków chlorowcowych berylu lub cyrkonu, nie można w stałej, lecz wysokiej temperaturze pieca, niezbędnej do otrzymywania stopów trudno topliwych (np. posiadających jako składnik podstawowy żelazo, miedź, nikiel), uniknąć znacznego ulatniania się tych związków podczas procesu redukcji. Sposoby, w których środek redukujący znajduje się już jako składnik stopu, posiadają również i tę wadę, że redukujące działanie tego środka zostaje w znacznym stopniu osłabione wskutek ewentualnego znacznego rozcieńczenia go metalem podstawowym stopu, nie posiadającym właściwości redukujących. Wada ta powoduje co najmniej przedłużenie okresu redukcji, a tym

samym stwarza niebezpieczeństwo ulatniania się większej ilości tego związku.

Dalsza wada znanych sposobów polega na tym, że w stosowanych temperaturach, gdy redukcja przebiega nadzwyczaj żywo, tworzywo tygla (np. żelazo, grafit) styka się z mieszaniną reagującą, przy czym nie można zapobiec dość znacznemu nagryzaniu ścian tygla względnie pobieraniu składników tworzywa tygla (zwłaszcza węgla) przez bardzo czynny chemicznie metal powstały z mieszaniny redukcyjnej. Stwierdzono, że właśnie tworzenie się węglików wpływa ujemnie na szybkość powstawania stopu.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania stopów za pomocą dających się redukować lotnych związków metali; nie posiada on wad znanych sposobów i daje się przy tym przeprowadzać bardzo prosto. Wynalazek jest oparty na stwierdzeniu, że związek metalu podlegający redukcji ulatnia się najmniej wówczas, gdy ogrzewanie ładunku materiału do temperatury niezbędnej do wytworzeniażądanego stopu przeprowadza się tak wolno, aby redukcja lotnego związku zasadniczo została już zakończona w zakresie niższych temperatur, w których prężność jego pary jest jeszcze odpowiednio mała. Jeżeli niewielkie resztki mieszaniny redukcyjnej pozostają potem jeszcze nieprzemienione, wówczas przy dalszym wzroście temperatury aż do temperatury niezbędnej do wytworzenia stopu oczekiwanemu spotęgowaniu się parowania związku przeciwdziała obecność związków utworzonych już w czasie przemiany głównej ilości mieszaniny redukcyjnej.

To zmniejszenie szybkości ogrzewania ładunku materiału uzyskuje się według wynalazku przez umieszczenie go w naczyniu z metalu innego, najkorzystniej tworzącego składnik podstawowy wytwarzanego stopu. Do tego celu stosuje się specjalne naczynie, np. cylindryczną puszkę,

a ogrzewanie przeprowadza się najkorzystniej przez umieszczanie go w stopionej kąpieli solnej, którą ogrzewa się w tyglu do temperatury niezbędnej do wytworzenia stopu względnie utrzymuje się ją w tej temperaturze. Pobierając ciepło z otaczającej stopionej kąpieli naczynie, a tym samym i mieszanina redukcyjna, ogrzewa się najpierw do temperatury reakcyjnej, po czym wskutek dalszego ogrzewania oraz wydzielania się ciepła reakcji naczynie zaczyna się topić, tak iż metal zredukowany z mieszaniny redukcyjnej styka się bezpośrednio po otrzymaniu go z topniejącym metalem naczynia tworząc z nich odpowiedni stop.

Tworzenie się stopu zostaje zakończone po upływie krótkiego okresu czasu, przeważnie krótszego od pięciu minut, licząc od chwili umieszczenia naczynia w stopionej kąpieli solnej.

Gdy otrzymany stop osiadzie pod ochroną powłoki solnej na dnie tygla do topienia z kąpielą solną, wówczas można go usunąć stamtąd przez zlanie lub spuszczenie, po czym można natychmiast wytwarzać nowy stop przez umieszczenie w kąpieli solnej drugiego naczynia wypełnionego częściowo mieszaniną redukcyjną.

Sposób według wynalazku daje między innymi następujące korzyści:

1. Unika się nagłego skoku w górę temperatury mieszaniny redukcyjnej i w związku z tym wyparowania podlegającego redukcji związku metalu przy wprowadzaniu go do stopionej kąpieli solnej.

2. Zapobiega się wszelkim reakcjom mieszaniny redukcyjnej względnie metalu, otrzymanego przez redukcję, z tworzywem tygla, ponieważ styka się z nim w ciągu krótkiego czasu tylko gotowy, wytworzony już stop.

3. Mieszaninę redukcyjną razem z podstawowym składnikiem stopu można wprowadzić natychmiast do kąpieli (np. stopu solnego) ogrzanej do temperatury

topnienia stopu, który ma być wytworzony, a bezpośrednio po zlaniu lub spuszczeniu wytworzonego stopu można wprowadzić znowu nowy materiał wyjściowy.

Nic nie stoi na przeszkodzie, aby sposób ten stosować i w tych przypadkach, w których chodzi o otrzymywanie stopu metalu, podlegającego redukcji, z metalem służącym jako środek redukujący. W tym przypadku mieszanina redukcyjna składa się z dokładnej mieszaniny lotnego związku metalu z odpowiednią ilością drugiego metalu służącego tylko jako środek redukujący, podczas gdy naczynie, zawierające mieszaninę redukcyjną jest wykonane z tego samego metalu. Stosunek wagowy metalu podstawowego, tworzącego naczynie, i składnika stopowego, otrzymywanego przez redukcję, musi odpowiadać żadanemu stosunkowi tych metali w wytwarzanym stopie.

Sposobem według wynalazku można otrzymywać np. stopy niklu lub żelaza z berylem, przy czym mieszaninę składającą się z fluorku berylu i środka redukującego stapia się z naczyniem, w którym umieszcza się tę mieszaninę, a które jest utworzone z metalu stopowego. W podobny sposób można otrzymywać np. za pomocą łatwo lotnych chlorowcowych związków metali 5-ej i 6-ej grupy układu okresowego, jak również i ceru, stopy, zwłaszcza z lekkimi metalami, o niskiej temperaturze topnienia, przy których otrzymywaniu redukcja odpowiednich tlenków w związku z tworzeniem się stopu nastęczała pewne trudności.

Przykład I. W cylindrycznej puszcze o ciężarze 228 g wykonanej z blachy miedzianej, ubija się 325 g mieszaniny otrzymanej z 2400 części wagowych chlorku berylu (11,2% Be), 150 części wagowych chlorku sodu i 735 części wagowych kaszki magnezowej, po czym na te 325 g mieszaniny nakłada się jeszcze 0,5 g kaszki magnezowej. Wypełnioną puszkę wpro-

wadza się powoli do ogrzanego do temperatury 1050° stopu chlorku sodu znajdującego się w tyglu grafitowym. Część puszeki, która najpierw styka się z gorącym stopem, przewodzi ciepło do wnętrza, przy czym zawartość puszeki niebawem zaczyna reagować (w temperaturze 400 — 700°). Przemiana, podtrzymywana wskutek wydzielającego się ciepła, obejmuje szybko całą mieszaninę reakcyjną przy jednoczesnym upłynięciu masy reakcyjnej. Po skończonej reakcji blacha miedziana zbiorniczka zaczyna się również stapiać tworząc żądany stop z berylem otrzymanym wskutek redukcji. Przemiana mieszaniny redukcyjnej w miedzianej puszcze oraz następujące po tej przemianie wytwarzanie się stopu trwa około 2 minut. Po uspokojeniu się zawartości tygla i po krótkotrwałym przemieszaniu oddziela się ciekły stop od stopu solnego przez zlanie lub spuszczenie, po czym można wprowadzić natychmiast nowy ładunek materiału wyjściowego w celu wytworzenia następnej ilości stopu. Otrzymuje się 249,5 g stopu miedziowo-berylowego o zawartości 9,7% berylu i 90,3% miedzi. A więc do stopu przeszło 91% berylu, dodanego w postaci chlorku berylu, i 98,8% wprowadzonej miedzi.

Przykład II. Mieszaninę 38 części wagowych chlorku cyrkonu ($ZrCl_4$), 18 części wagowych mieszaniny, składającej się z równych ilości chlorku sodu i chlorku magnezu, i 15 części wagowych magnezu ubija się w cylindrycznej puszcze z czystego magnezu o wadze wystarczającej do utworzenia stopu magnezowo-cyrkonowego o zawartości około 1% cyrkonu. Puskę, luźno przykrytą, wprowadza się do stopionej kąpieli solnej, ogrzanej do temperatury 850°C. Skoro mieszanina redukcyjna wewnątrz puszeki ulegnie przemianie bez widocznego ułatwiania się z niej materiału redukcyjnego następuje po upływie około 2 minut również stopienie się puszeki.

ki, która przy tym otacza otrzymaną mieszaninę reakcyjną, która stapia się natychmiast z otrzymanym cyrkonem. W celu równomiernego rozdzielania składników stopu miesza się go jeszcze w ciągu krótkiego czasu, po czym ciekły stop usuwa się z tygla przez zlanie lub spuszczenie i stosuje natychmiast do odlewania.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania stopów za pomocą dających się redukować lotnych związków jednego lub większej liczby składników stopowych, znamieny tym, że lotny ten związek poddaje się reakcji

ze środkiem redukującym, którym może być ewentualnie też składnik wytwarzanego stopu, celowo w zamkniętym naczyniu z innego metalu, najkorzystniej tworzącego składnik podstawowy stopu, podczas ogrzewania naczynia aż do stopienia go.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że naczynie ogrzewa się w stopionej kąpieli solnej, znajdującej się w tyglu ogrzewanym od zewnątrz.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Zastępca: inż. J. Wyganowski
rzecznik patentowy