

URZĄD PATENTOWY



C 226 45/00

2

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 22188.

Kl. 40 a, 48/01.

Österreichisch Amerikanische Magnesit Aktiengesellschaft 45/00
(Radenthein, Austrija).

Sposób otrzymywania czystego magnezu metalicznego z magnezu surowego względnie zasobnych w magnez materiałów wyjściowych lub odpadkowych oraz urządzenie służące do tego celu.

Zgłoszono 23 maja 1934 r.

Udzielono 25 września 1935 r.

Pierwszeństwo: 30 maja 1933 r. dla zastrz. 1 i 4; 21 grudnia 1933 r. dla zastrz. 2 i 3 (Austrija).

Wynalazek dotyczy otrzymywania czystego metalicznego magnezu z magnezu surowego względnie zasobnych w magnez materiałów wyjściowych lub odpadkowych.

Oddzielano już magnez od zanieczyszczeń nielotnych zapomocą destylacji w próżni w obecności obojętnego lub redukującego gazu, przyczem pary magnezu skraplano w postaci osadu ciekłego. Według wynalazku skropliny te spuszcza się kroplami do umieszczonego w odbieralniku oleju węglowodorowego. Destylacja, przeprowadzona w ten sposób, daje bezpośrednio magnez metaliczny w postaci czystych ziarn, gdyż zanieczyszczające go ciała obce

zostają wchłonięte i usunięte przez oleje węglowodorowe, które nie mieszają się z metalem stopionym. Magnez więc nie tylko że otrzymuje się bezpośrednio w postaci ziarnistej, nadającej się bardzo do wielu celów, lecz ponadto ulega on przy skraplaniu dalszemu oczyszczaniu, co posiada szczególne znaczenie, gdyż przy destylacji zanieczyszczenia w postaci pyłu są stale porywane wydzielającymi się parami metalu. Ponadto powstaje możliwość usunięcia z odbieralnika oczyszczonych ziarn magnezu razem z olejem zapomocą śluzu, co znacznie upraszcza usuwanie magnezu z aparatu destylacyjnego; okoliczność ta na-

biera szczególnej wagi wówczas, gdy destylacja przebiega pod ciśnieniem zmniejszonym. Zanieczyszczanie się wydzielających się par metalu uniesionym przez nie pyłem stanowi szczególnie uciążliwą niedogodność wówczas, gdy rozchodzi się o dalszą przeróbkę magnezu w postaci pyłu. Tego rodzaju pył tworzy się przy rafinacji zwartego magnezu metalicznego zapomocą destylacji, jako niepożądany produkt uboczny. Ponadto tego rodzaju pył otrzymuje się z konieczności podczas prowadzonego w dwóch stadiach sposobu wytwarzania magnezu metalicznego zapomocą redukcji zawierających tlen związków magnezowych. W pierwszym stadium tego sposobu, wskutek prowadzenia redukcji w temperaturach wyższych od punktu wrzenia magnezu metalicznego, magnez wydziela się ze związków tlenowych w postaci pary, którą, po ochłodzeniu do temperatury niższej od temperatury krzepnięcia magnezu, skrapla się w postaci pyłu. Przy stosowaniu jako środka redukującego węgla tworzący się przytem pył składa się z mieszaniny tlenku magnezowego i węgla, w której magnez metaliczny jest rozdzielony koidalnie. Przy przeprowadzaniu tego pyłu magnezowego w zwarty metal zapomocą destylacji, którą prowadzi się w drugim stadium, sposób niniejszy oddaje szczególne usługi, umożliwiając całkowite usunięcie resztek domieszek pyłowych, które nawet przy starannem odpylaniu par na drodze do strefy skraplania przedostają się do komory skraplania. Przez zbieranie skroplin pod warstwą oleju węglowodorowego z zanieczyszczonego pyłu otrzymuje się bezpośrednio granulowany czysty magnez w postaci srebrzystobiałych ziarn kulistych (o średnicy 10 — 20 mm), które zawierają tylko 0,019% zanieczyszczeń.

Przy wykonywaniu niniejszego sposobu nie jest konieczne stosowanie olejów węglowodorowych o szczególnych właściwościach; można wprost stosować wysoko-

wrzące produkty destylacji olejów mineralnych o umiarkowanej viskoźności (lepkości) i stosunkowo wysokim punkcie zapłonu, jak np. olej transformatorowy lub lekki olej wrzecionowy.

Do przeprowadzania tego rodzaju destylacji służy komora destylacyjna, połączona zapomocą ogrzewanego przewodu z naczyniem, również ogrzewanem, zawierającym skraplacz. Według wynalazku część dolna tego naczynia tworzy nazewnątrę przestrzeni ogrzewanej odbieralnik, zaopatrzony w urządzenie opróżniające. Z odbieralnika przenośnik zabiera ciecz, aby ją po przepuszczeniu przez filtry lub urządzenie podobne zawrócić zpowrotem do obiegu kołowego.

Postać wykonania tego rodzaju urządzenia uwidoczniono schematycznie tytułem przykładu na rysunku. Fig. 1 przedstawia widok całego urządzenia częściowo w przekroju pionowym; fig. 2 — przekrój wzdłuż linii II — II na fig. 1 w skali powiększonej, a fig. 3 — szczegół w przekroju wzdłuż linii III — III na fig. 2.

W przykładzie, uwidocznionym na rysunku, komora destylacyjna 1 posiada kształt rury, która jest umieszczona w grzejniku, np. w elektrycznym piecu wypromieniowującym 2. Materiał, przeznaczony do destylacji, wsypuje się do leju załajającego 3, z którego przedostaje się poprzez komorę śluzową 4, zaopatrzoną w narządy zamykające 5 i 6, do zbiornika zapasowego 7, z którego zapomocą ślimaka 8 lub narządu podobnego doprowadza się go w sposób ciągły do komory destylacyjnej 1, w której ślimak 9 lub narząd podobny przesuwa go dalej. Pozostałość spada do zbiornika zbiorczego 10, z którego usuwa się ją poprzez komorę śluzową 11, zaopatrzoną w narządy zamykające 5a i 6a. Zbiornik 10 i komora 11, jak również komora 4 i zbiornik 7 są połączone oddzielnymi, dającymi się zamykać przewodami, z pompą próżniową.

Ze środka komory destylacyjnej odgałęzia się rura 12 (fig. 2), której wylot jest umieszczony stycznie w cylindrycznej, stożkowo zwężającej się komorze odpylającej 13. Koniec dolny komory jest połączony z komorą 14, w której gromadzi się pył. Do górnej części komory 13 wchodzi pośrodku niej pionowe ramię kolanka rurowego 15, stanowiącego połączenie między komorą i naczyniem cylindrycznym 16.

Pył, znajdujący się w parach, dopływających do komory odpylającej 13, osadza się przeważnie, dzięki działaniu siły odśrodkowej, na cylindrycznym płaszczu komory i opada do zbiornika zbiorczego 14, podczas gdy oczyszczone pary płyną rurą 15 do skraplacza. W górnej części naczynia 16 umieszczony jest skraplacz 17 w ten sposób, iż dopływające pary opłókują najniższą część powierzchni ochładzającej. Przewód 18 prowadzi do pompy próżniowej. Naczynie 16 dolną swą częścią przechodzi przez ogrzewaną komorę 2 i może być wskutek tego ochładzane zapomocą dodatkowych urządzeń, na rysunku niewidocznych. Dno naczynia zwęża się i jest połączone z urządzeniem opróżniającym, które umożliwia usuwanie destylatu bez wyłączania próżni. W przedstawionej postaci wykonania do tego celu służy zamknięta zaworami 20 i 21 komora 19, z której usuwa się materiał skrzepnięty. Zamiast tej komory można dołączyć do odbieralnika inne, znane urządzenie opróżniające, np. odbieralnik barometryczny do destylacji próżniowej lub odbieralnik podwójny, umożliwiający przełączanie. Dolna część naczynia 16 jest połączona przewodem 23 ze stroną ssącą pompy 22. W przewód 24, przyłączony do strony tłocznej pompy, włączony jest filtr 25, z którego wypływa ciecz oczyszczona i wlewa się do zbiornika zapasowego 26, skąd przewodem 27 płynie zpowrotem do odbieralnika.

Pary magnezu, dopływające do naczynia 16, skraplają się na powierzchni ochładzającej skraplacza 17 i ściekają kroplami do umieszczonego w odbieralniku oleju węglowodorowego. Przez zawory 20, 21 ziarna metalu są wydalone wraz z olejem. Dzięki obiegowi cieczy, znajdującej się w odbieralniku, przez filtr 25 usuwa się stale z oleju pochłonięte przezeń zanieczyszczenia i zapobiega niepożądanemu nagrzewaniu się oleju.

Sposób niniejszy nadaje się również do bezpośredniego otrzymywania zwartego metalu przy wytwarzaniu magnezu zapomocą redukcji tlenowych materiałów wyjściowych w temperaturze powyżej punktu wrzenia magnezu metalicznego. W tym celu pary magnezu, wydzielone ze związków tlenowych, skrapla się w warunkach, w których tworzy się ciekły osad, przyczem skropliny te spuszcza się kroplami do umieszczonego w odbieralniku oleju węglowodorowego w sposób, opisany powyżej przy destylacji magnezu lub pyłu magnezowego.

Redukcję można prowadzić pod ciśnieniem zmniejszonym lub też pod ciśnieniem podwyższonym.

Jako materiał wyjściowy w sposobie tym wchodzi w grę zwłaszcza magnezja prażona lub mieszanina MgO i CaO , jaką otrzymuje się przy prażeniu dolomitów. Materiał ten redukuje się najkorzystniej zapomocą środków redukujących, które (jak np. glin, krzem lub mieszanina obu tych ciał) nie dają przy redukcji gazowych produktów reakcji. W celu przeprowadzenia redukcji mieszaninę tlenowego materiału wyjściowego ze środkiem redukującym przepuszcza się w strumieniu obojętnego lub redukującego gazu, najkorzystniej w sposób ciągły, przez komorę, w której ogrzewa się ją do temperatury powyżej punktu wrzenia metalicznego magnezu, poczem wydzielone pary magnezu prowadzi przez gaz obojętny lub redukujący, unikając ochłodzenia do punktu krzepnięcia

magnezu, przez pomocnicze urządzenie odpylające do skraplacza i w skraplaczu tym ochładza do stanu ciekłego. Ciekły osad ścieka kroplami do umieszczonego w odbieralniku oleju węglowodorowego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania czystego metalicznego magnezu z magnezu surowego względnie zasobnych w magnez materiałów wyjściowych lub odpadkowych zapomocą destylacji, zwłaszcza destylacji w próżni, w obecności gazu obojętnego lub redukującego oraz przez skraplanie par w postaci ciekłego osadu, znamienny tem, że skropliny spuszcza się kroplami do umieszczonego w odbieralniku oleju węglowodorowego, przyczem tak utworzone, oczyszczone ziarna magnezu usuwa się (najkorzystniej) wraz z olejem.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że mieszaninę tlenowych związków magnezowych ogrzewa się za środkiem redukującym do temperatury, w której magnez wydziela się w postaci par, poczem pary te skrapla się na osad ciekły, który

spuszcza się kroplami do umieszczonego w odbieralniku oleju węglowodorowego.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tem, że obróbce tej poddaje się tlenowe, zawierające magnez, materiały wyjściowe, zmieszane z takimi środkami redukującymi, które (jak np. glin, krzem lub mieszanina obu tych ciał) nie dają gazowych produktów reakcji.

4. Urządzenie do przeprowadzania sposobu według zastrz. 1 — 3, posiadające postać komory destylacyjnej, połączonej ogrzewanym przewodem z również ogrzewaniem naczyniem, otaczającym skraplacz znamienne tem, że dolna część tego naczynia jest zbudowana nazewnątrz przestrzeni ogrzewanej jako odbieralnik z urządzeniem opróżniającym, przyczem przenośnik odprowadza ciecz z odbieralnika poprzez filtr lub urządzenie podobne zpowrotem do obiegu kołowego.

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

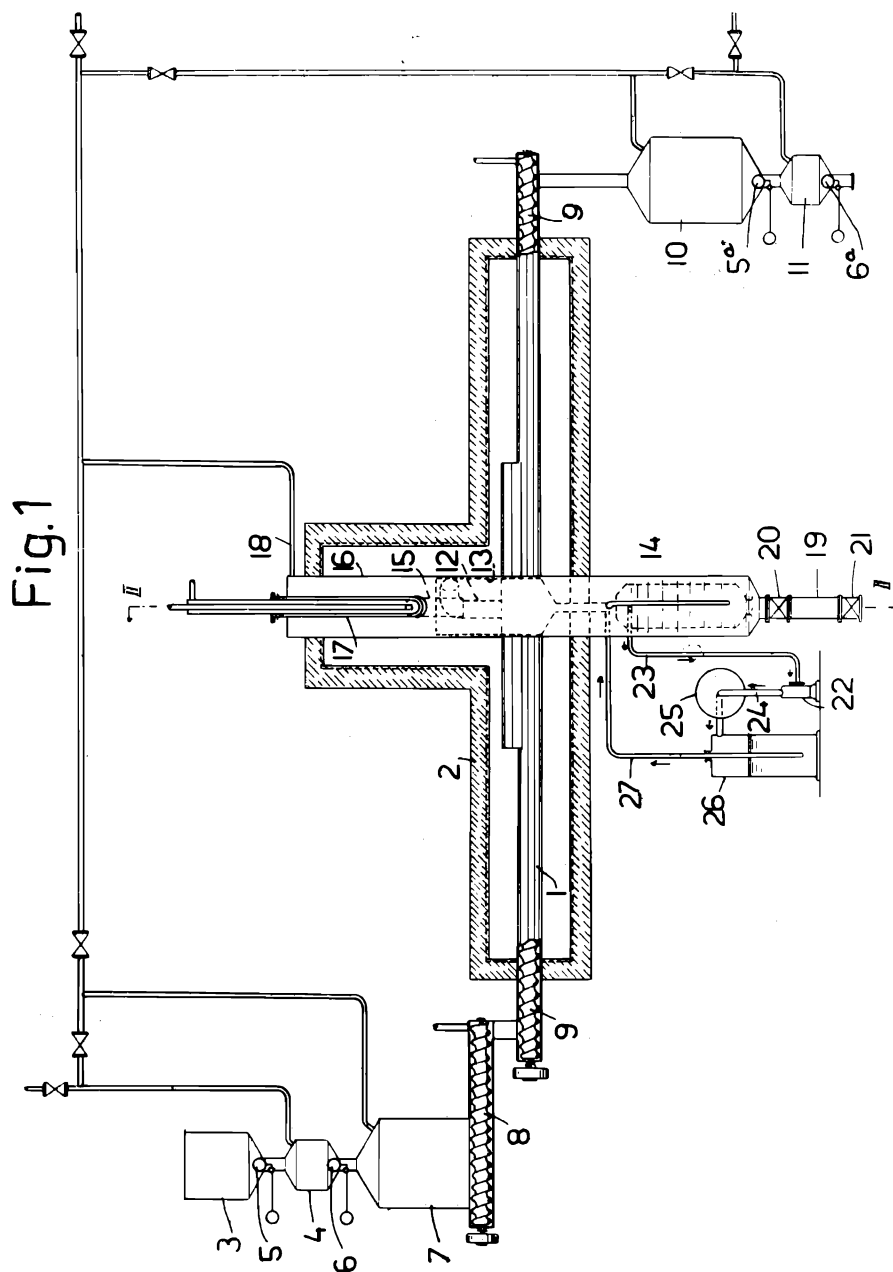


Fig.2

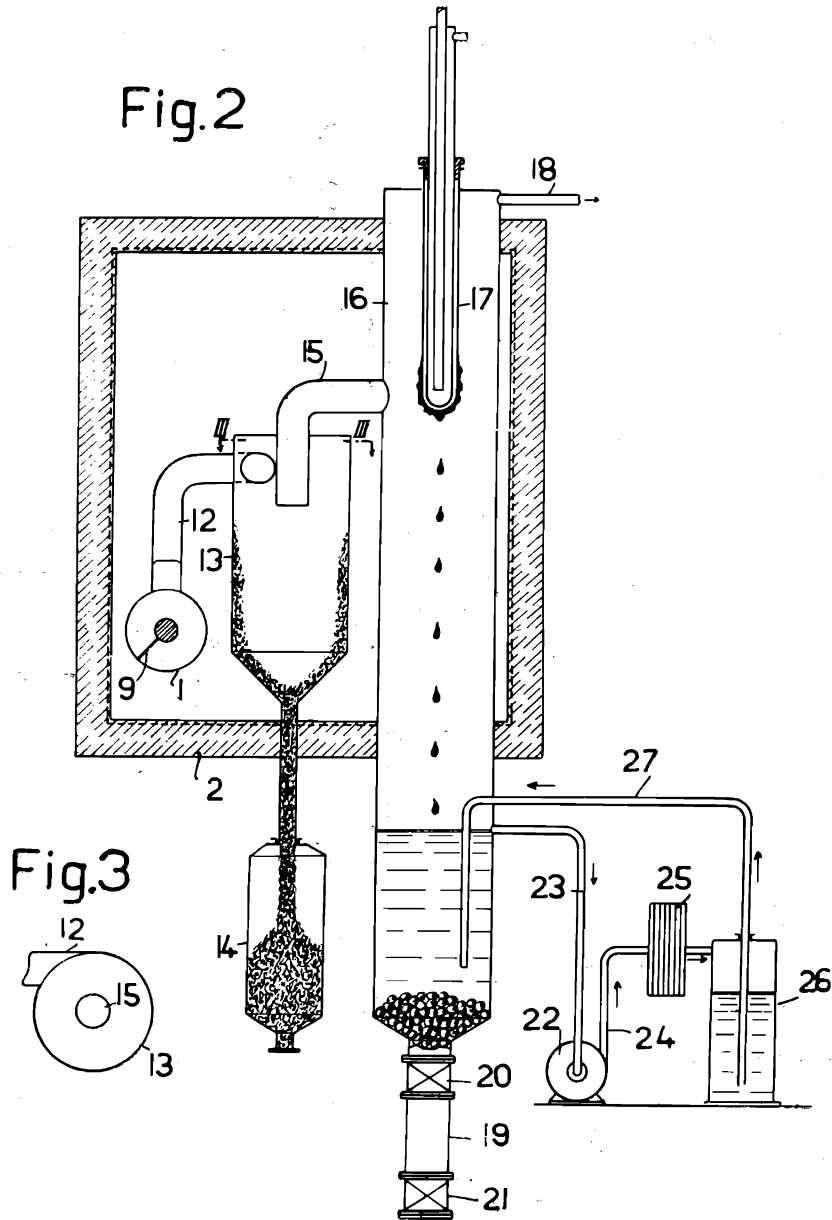


Fig.3