

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 29250.

Kl. 40c, 7/02

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

C 22d, 7/02

Sposób redukcji w piecu elektrycznym materiałów zawierających magnezję.

Zgłoszono 21 października 1936 r.

Udzielono 4 września 1940 r.

Pierwszeństwo: 11 grudnia 1935 r. (Niemcy).

Do wytwarzania magnezu drogą redukcji materiałów, zawierających magnezję, proponowano już między innymi stosowanie elektrycznego pieca łukowego. W powyższym przypadku przewidywano stosowanie elektrod, wykonanych z mieszaniny tlenku lub węglanu magnezu i węgla, ewentualnie z dodatkiem smoły jako lepiszcza. Proces przeprowadzano w atmosferze wodoru lub węglowodoru, przy czym wytwarzane pary magnezu i jednocześnie tworząca się para wodna powinny być usuwane z pieca za pomocą wodoru, doprowadzanego w nadmiarze. Skraplanie par magnezu powinno było się odbywać w temperaturze poniżej 1200°C i w ten sposób metaliczny magnez miał być od-

dzielany od pozostałych gazów względnie pary wodnej.

Sposób ten już w samym założeniu swym był technicznie niewykonalny, ponieważ magnez, jak wiadomo, od razu zostaje utleniony powtórnie parą wodną, jak również tlenkiem węgla, wytwarzającym się podczas reakcji przy stosowaniu elektrody zawierającej węgiel.

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest sposób redukcji w piecu elektrycznym materiałów, zawierających magnezję, za pomocą krzemu (żelazo-krzemu) i aluminium lub samego tylko krzemu względnie aluminium albo też innych środków redukcyjnych, nie wydzielających żadnych utleniających produktów gazowych. Wpro-

wadzenie do pieca mieszaniny reakcyjnej odbywa się przez wydrążoną elektrodę metalową.

Przerabianie magnezji względnie materiałów, zawierających magnezję, przy użyciu krzemu (żelazo-krzemu) i aluminium lub samego tylko krzemu względnie aluminium jest znane. Przeprowadzano je z zastosowaniem temperatur wyższych od temperatury topnienia pozostałości reakcyjnych, a więc pod ciekłym żużlem, w elektrycznym piecu szybowym, w którym mieszanina reakcyjna była doprowadzana do stanu ciekłego względnie ogrzewana do temperatury reakcji przez oporowe ogrzewanie mieszaniny reakcyjnej między dolną elektrodą stalową, umieszczoną w dnie pieca, a głowicową elektrodą węglową o kształcie pręta. Mieszanina reakcyjna była wprowadzana do pieca przez boczny otwór, znajdujący się poniżej powierzchni żużla, za pomocą ruchomego tłoka.

Stwierdzono, że mieszaninę reakcyjną w sposób ciągły można wprowadzać do pieca przez wydrążoną elektrodę metalową, zwłaszcza stalową, umieszczoną na osi pieca prostopadle do powierzchni żużla. Przy takim doprowadzaniu mieszaniny reakcja rozpoczyna się w najniższej części elektrody, czyli tuż powyżej miejsca, w którym prąd elektryczny przechodzi do ciekłego żużla, względnie powyżej miejsca podstawy łuku elektrycznego, z wytwarzaniem bryły, zamykającej elektrodę i utworzonej ze spieczonych względnie stopionych pozostałości reakcyjnych. Bryła ta zapobiega opadaniu mieszaniny reakcyjnej z elektrody do ciekłego żużla bez zastosowania specjalnych środków wiążących. Wskutek stosunkowo dobrego przewodnictwa elektrycznego mieszaniny ta spieczona bryła zapewnia przepływ prądu względnie rozmieszczenie łuku elektrycznego na całej powierzchni przekroju elektrody. Zaletę sposobu według wynalazku niniejszego w przeciwstawieniu do

sposobu znanego stanowi ta okoliczność, że strefa reakcji znajduje się ponad roztopionym żużlem, wskutek czego powstające pary magnezu szybko i bez przeszkody uchodzą z pieca względnie mogą być w znany sposób odprowadzane z pieca do komory skraplania za pomocą strumienia wodoru. Następnie urządzenie, w którym odbywa się reakcja, nie posiada części, zawierających węgiel, np. elektrod grafitowych, wskutek czego w zupełności odpada możliwość powtórnego utleniania wytwarzanych par magnezu tlenkiem węgla. Wreszcie doprowadzanie mieszaniny reakcyjnej do pieca następuje samorzutnie w miarę przesuwania się elektrody, bez pomocy uszczelniających urządzeń, gdyż mieszanina reakcyjna w wydrążonej elektrodzie sama przez się działa uszczelniająco. Doświadczenia wykazały, że proces odbywa się całkowicie spokojnie i równomiernie.

Zmieloną i dobrze zmieszaną mieszaninę reakcyjną można wprowadzać do wydrążonej elektrody w stanie luźnym. Ubijanie jej albo dodawanie do niej specjalnych środków wiążących w ogóle nie jest potrzebne. Jednakże jako środki wiążące mogą ewentualnie znaleźć zastosowanie w niewielkich ilościach bezwodne sole nieorganiczne, zwłaszcza chlorki, np. chlorek magnezu. W celu łatwiejszego odprowadzania z pieca utlenionych produktów reakcji okazało się korzystnym wytwarzanie bardzo ciekłego żużla co najłatwiej osiąga się w ten sposób, że do mieszaniny reakcyjnej dodaje się krzemionki (piasku), glinki względnie gliny lub też fluorytu, bez zmiany najkorzystniejszego stosunku: 4 moli zasady (MgO względnie $MgO + CaO$) na 1 mol krzemionki. Przez to jednocześnie polepszone zostają warunki wytwarzania się spieczonej bryły, zamykającej dolny koniec elektrody. W celu zapobieżenia powstawaniu tlenku węgla unika się wiązania mieszaniny reakcyjnej

za pomocą zwykle stosowanych materiałów, zawierających węgiel, np. smoły, paku lub innych podobnych materiałów. Podczas gdy bryła zamykająca, tworząca się podczas reakcji przy wydrążonych elektrodach o niewielkim przekroju, może udźwignąć ciężar znajdującego się nad nią i nieprzemienionego jeszcze luźnego ładunku, to przy stosowaniu elektrod o większych przekrojach, w celu powiększenia zwężłości bryły zamykającej i uzyskania równomiernego stapiania się płaszcza elektrody oraz równomiernego stapiania się i reagowania spieczonej mieszaniny reakcyjnej, jest rzeczą korzystną dodawanie do ładunku substancji względnie wkładki metalowych (magnezowych, stalowych lub aluminiowych wiórów albo pasków blachy).

Wydrążona elektroda jest wykonana ze stali lub aluminium i w miarę stapiania się dolnego jej końca jest ona wsuwana do pieca, przy czym elektrodę przedłuża się podczas biegu pieca przez przyłączanie do jej końca górnego przez spawanie części uzupełniających. W piecu może być przy tym wytworzona próżnia lub też atmosfera obojętna pod zmniejszonym ciśnieniem np. za pomocą wodoru. Żużle, zbierające się na dnie pieca, oraz metal, spadający kroplami z elektrod, są od czasu do czasu spuszczone.

Przykład. Zamknięty szybowy piec elektryczny, zaopatrzony w dolną elektrodę, umieszczoną w dnie pieca, przed puszczaniem go w ruch rozgrzewa się do 1200°C za pomocą elektrody węglowej, umieszczonej w pokrywie pieca. Następnie elektrodę węglową zamienia się rurą z blachy stalowej, wypełnioną mieszaniną reakcyjną. Rura ta na dolnym końcu jest zamknięta tarczą blaszaną i połączona z przewodami prądu elektrycznego. Dobrze zmielona mieszanina reakcyjna składa się z 25 części 90%-owego żelazo-krzemu, 100 części palonego dolomitu, zawierającego

38% MgO , i 10 części krzemionki (piasku). Po włączeniu prądu o napięciu 50 V rozpoczyna się ciągłe stapianie elektrody przy równomiernym wytwarzaniu się par magnezu. Wydrążona elektroda w miarę zużycia jest wsuwana głębiej do pieca tak, aby natężenie prądu pozostawało możliwie jednakowe. Jednocześnie do pieca doprowadza się wodór przez boczny przewód. Wytwarzające się zaś pary magnezu są za pomocą wodoru odprowadzane do komory skraplania, w której są w znany sposób skraplane na magnez metaliczny. Na 100 części użytego dolomitu otrzymuje się 16 części metalicznego magnezu. Zużycie prądu wynosi około 12,5 kw/godz. na 1 kg wytwarzanego magnezu. Otrzymane żużle składają się głównie z krzemionów wapnia i zawierają jedynie nieznaczny procent tlenku magnezu.

Wprowadzanie ładunku do pieca elektrycznego przez wydrążoną elektrodę węglową jest znane. Według znanych sposobów ładunek wprowadza się do pieca przez elektrody ciągłym strumieniem w postaci luźnej mieszaniny, redukcja zaś na magnez następuje w palenisku pieca. Wydrążona elektroda w danym przypadku służy jedynie jako przewodnik prądu elektrycznego, służącego do wytworzenia ogrzewczego łuku elektrycznego, i tylko jako taka jest uzupełniana odpowiednio w miarę zużycia. Sposób zaś według wynalazku niniejszego polega na tym, że stosuje się elektrodę metalową, która wraz z ładunkiem, przynajmniej w miejscu podstawy łuku elektrycznego, tworzy jednolitą całość. Reakcja: $2(\text{CaO} \cdot \text{MgO}) + \text{Si} = 2 \text{Mg}$ (pary) + $2 \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (ciecz) przebiega przy dolnym końcu elektrody, skąd roztopione pozostałości reakcyjne w postaci żużli spływają do paleniska pieca. Uzupełnianie zaś względnie przesuwanie elektrody musi następować w miarę zużycia mieszaniny reakcyjnej i elektrody.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób redukcji w piecu elektrycznym materiałów, zawierających magnezję, za pomocą krzemu (żelazo-krzemu) i aluminium lub tylko krzemu względnie tylko aluminium albo podobnych środków redukcyjnych, nie wydzielających żadnych gazowych produktów utleniających, znamienny tym, że wprowadzanie do pieca mieszaniny reakcyjnej skutecznia się przez wydrążoną elektrodę metalową.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do mieszaniny reakcyjnej dodaje się substancji, powiększających zawartość masy, wypełniające elektrodę, np.

solii nieorganicznych, zwłaszcza chlorków, i mieszanin metalicznych, np. wiórów magnezowych, aluminiowych, stalowych lub podobnych materiałów, względnie tylko soli nieorganicznych lub mieszanin metalicznych.

3. Sposób według zastrz. 1 — 2, znamienny tym, że do mieszaniny reakcyjnej dodaje się substancji, obniżających jej temperaturę topnienia, np. krzemionki (piasku), glinki (gliny) albo fluorytu.

I. G. F a r b e n i n d u s t r i e
A k t i e n g e s e l l s c h a f t.
Zastępca: inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.