



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 671 350 A5

⑤ Int. Cl.4: B 22 D 1/00
C 22 B 5/16
C 22 B 9/04

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

<p>⑳ Gesuchsnummer: 2584/86</p> <p>㉒ Anmeldungsdatum: 26.06.1986</p> <p>㉓ Priorität(en): 19.07.1985 DE 3525747</p> <p>㉔ Patent erteilt: 31.08.1989</p> <p>㉕ Patentschrift veröffentlicht: 31.08.1989</p>	<p>㉖ Inhaber: Arthur Pfeiffer, Vakuumtechnik Wetzlar GmbH, Asslar (DE)</p> <p>㉗ Erfinder: Hack, Robert, Dr., Lahnau (DE) Strzala, Helmut, Braunfels (DE)</p> <p>㉘ Vertreter: Balzers Hochvakuum AG, Zürich</p>
--	--

⑤④ Anlage und Verfahren zum Behandeln von Metallen im Vakuum.

⑤⑦ Der Erfindung beschreibt eine Anlage zum Behandeln von Metallen unter Vakuum, insbesondere zum Destillieren von Metallen und/oder Metalloxyden. In dieser Anlage können die Verfahrensschritte Destillation, Kondensation, Erstarren, Schmelzen und Abgiessen nacheinander ohne Prozessunterbrechung durchgeführt werden. Die gesamte Schmelze kann am Schluss in einem Guss abgegossen werden, so dass die Anlage sofort wieder für den nächsten Arbeitsgang zur Verfügung steht.

PATENTANSPRÜCHE

1. Anlage zum Behandeln von Metallen unter Vakuum, insbesondere zum Destillieren von Metallen und/oder von Metallverbindungen, dadurch gekennzeichnet, dass sich unter dem Reaktionsgefäß (1) ein Kondensator (3) befindet, der mit einer Mehrzonenheizung (4) ausgerüstet ist, und am unteren Ende des Kondensators sich eine Öffnung (5) befindet, durch die einmal die gesamte Anlage evakuiert wird und die zum anderen als Auslass für die Schmelze dient und dass unterhalb des Kondensators eine Kokille zum Auffangen der Schmelze angebracht ist.

2. Anlage nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass am unteren Teil des Kondensators eine Kühleinrichtung (7) angebracht ist, welche durch einen Wärmetauscher (8) und eine Umwälzpumpe (9) ergänzt wird.

3. Verfahren zum Behandeln von Metallen unter Vakuum, insbesondere zum Destillieren von Metallen und/oder von Metallverbindungen mit einer Anlage nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass folgende Verfahrensschritte nacheinander ohne Prozessunterbrechung in einer Anlage durchgeführt werden: Destillation, Kondensation, Erstarren, Schmelzen und Abgiessen, wobei der Schmelzvorgang so abläuft, dass in dem Kondensator (3) zunächst die Öffnung (5) durch die erstarrte Schmelze verschlossen wird und durch eine Mehrstufenheizung, deren Stufen nacheinander von oben nach unten eingeschaltet werden, das Kondensat von oben nach unten schmilzt und so nach Aufschmelzen der Öffnung (5) die gesamte Schmelze in einem Guss in eine unter dem Kondensator sich befindende Kokille abfließen kann.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass als weiterer Verfahrensschritt vor der Destillation zunächst eine Reduktion einer Metallverbindung stattfindet.

BESCHREIBUNG

Die Erfindung betrifft eine Anlage zum Behandeln von Metallen unter Vakuum, insbesondere zum Destillieren von Metallen und/oder von Metallverbindungen. Dabei wird z. B. eine zu reduzierende Metallverbindung mit einem unedleren Metall in Kontakt gebracht. Nach Aufheizen bis zur Reaktionstemperatur läuft die Reduktion unter Vakuum ab. Die Temperatur liegt über dem Siedepunkt des entstehenden Metalls, daher liegt dieses nach dem Prozess in Dampfform vor und muss dann kondensiert werden.

Es sind Anlagen zum Destillieren von Metallen und/oder Metallverbindungen bekannt, bei denen sich über dem Reaktionsgefäß ein Kondensator befindet. Das in diesem kondensierte Metall muss dann mechanisch abgebaut werden. Dieser Vorgang ist mühselig, und ausserdem stellt er einen separaten Arbeitsgang dar, während dessen der gesamte Prozess unterbrochen ist.

Die Aufgabe der Erfindung ist es, die gesamte Anlage so auszubilden, dass alle für den Prozess nötigen Schritte, näm-

lich Destillation, Kondensation, Erstarren, Schmelzen und Abgiessen in einer Anlage ohne Prozessunterbrechung ausgeführt werden können, dass nach der Kondensation des gewonnenen Metalls oder der Metallverbindungen im festen Zustand ein Ausschmelzen möglich ist und dass die Schmelze dann in einer separaten Kokille aufgefangen werden kann, so dass die gesamte Anlage sofort wieder für den nächsten Arbeitsgang zur Verfügung steht.

Die Aufgabe wird durch die kennzeichnenden Teile des 1. und 3. Anspruches gelöst. Um die Kondensationswärme im Kondensator abzuführen, wird eine Kühleinrichtung angebracht, die mit einem Wärmetauscher und einer Umwälzpumpe verbunden ist.

Die Vorteile bestehen darin, dass nach Ende des Prozesses ein Kompaktguss gewonnen wird, der Kondensator geleert ist und nach Auswechseln der Kokille die Anlage für die nächste Charge sofort wieder zur Verfügung steht.

Anhand der folgenden Abbildung soll die Erfindung näher erläutert werden.

In der Abbildung ist mit 1 das Reaktionsgefäß bezeichnet und mit 2 die zugehörige Heizungsanordnung. Darunter befindet sich ein Kondensator 3, welcher von einer Mehrzonenheizung 4, die im vorliegenden Beispiel aus 3 Zonen besteht, umgeben ist. Das untere Ende des Kondensators wird durch die Ausgussöffnung 5 gebildet. In der Kokille 6 wird die Schmelze aufgefangen. Eine Kühleinrichtung 7 am unteren Ende des Kondensators ist mit einem Wärmetauscher 8 und mit einer Umwälzpumpe 9 verbunden. Das Reaktionsgefäß 1 wird über den Vakuumanschluss 11 und den Kondensator 3 evakuiert. Der Vakuumanschluss 12 dient dazu, einen Druckausgleich zwischen äusserer Ofenkammer und Reaktionsgefäß 1 herzustellen.

Im folgenden wird an einem Beispiel der Ablauf des Verfahrens beschrieben:

Die untereinander reagierenden Stoffe, z. B. ein Oxyd eines ersten Metalles und ein zweites, unedleres Metall, befinden sich als Charge 10 im Reaktionsgefäß 1. Unter Vakuum bei einem Druck von ca. 10^{-2} mbar erfolgt die Aufheizung, bis die Reduktion eintritt. Da es sich um eine exotherme Reaktion handelt, steigt die Temperatur infolge der freiwerdenden Energie noch weiter bis über die Verdampfungstemperatur des ersten Metalles an, so dass dieses sich jetzt in dampfförmigem Zustand befindet. Dieser Metaldampf wird aufgrund des Dampfdruckgefälles in den Kondensator 3 befördert. Bei der Mehrzonenheizung 4 ist zunächst nur die obere Zone in Betrieb. Die Temperatur in diesem Bereich liegt unterhalb der Verdampfungstemperatur des Metalles. Im unteren Bereich liegt die Temperatur unterhalb des Schmelzpunktes. Daher kondensiert der Metaldampf im oberen Bereich des Kondensators und erstarrt im unteren Bereich. Die Öffnung 5 wird dabei verschlossen. Danach werden die anderen Zonen der Heizung von oben nach unten in Betrieb gesetzt, und das Metall schmilzt von oben nach unten, bis die Öffnung 5 aufgeschmolzen ist. Jetzt kann das Metall in einem Guss in die Kokille 6 fließen.

