



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

214741

(11)

(B2)

(51) Int. Cl.³
F 27 B 7/06

(22) Přihlášeno 10 03 77

(21) [PV 1619-77]

(32) (31) (33) Právo přednosti od 10 04 76
[P 26 15 767.5]

Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 10 09 81

(45) Vydáno 15 09 84

(72)

Autor vynálezu

DOMAZER HANS-GÜNTER dr. dipl.-ing., EGGERT HORST, ESSEN (NSR)

(73)

Majitel patentu

TH. GOLDSCHMIDT AG, ESSEN (NSR)

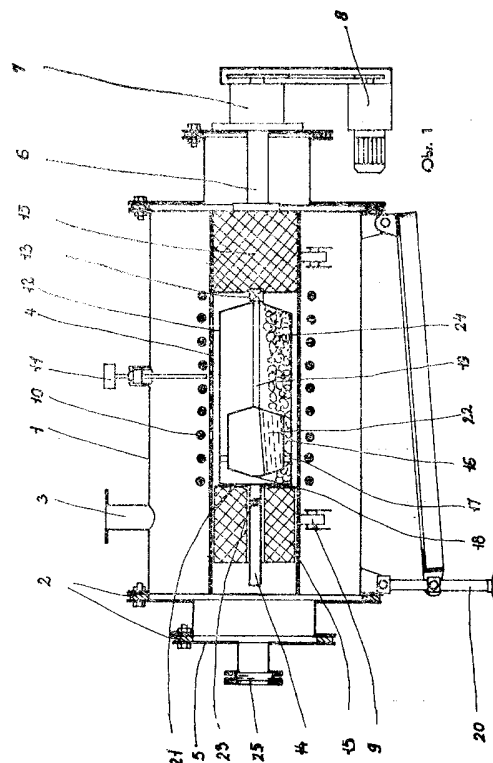
(54) Vakuová válcová rotační pec

1

Vynález se týká oblasti metalurgického průmyslu a bezprostředně zařízení na provádění metalotermických reakcí, kde redukující kov působí v plynné fázi na materiál, který má být redukován, a to velmi účinně, neboť kovové páry působí na velkou plochu, přitom však v malém prostoru za současného obracení kovových kyslíčků, které mají být redukovány. Současně se vyloučí případné místní přehřívání při metalotermických reakcích a zajistí se rychlé odvádění uvolněného reakčního tepla.

Vakuová válcová rotační pec podle vynálezu sestává v podstatě z vnějšího evakuovatelného pláště a v něm uspořádané otočné trouby, z válcové reakční komory uspořádané souměrně k podélné ose otočné trouby, z válcové odpařovací komory pro kov určený na metalotermickou reakci, z topných prvků kolem válcové reakční komory, z prostředků pro evakuaci válcové rotační pece a z hnacího ústrojí pro otočnou troubu.

2



Vynález se týká vakuové válcové rotační pece pro metalotermické reakce.

Metalotermickými reakcemi jsou označovány takové reakce, u nichž se sloučeniny kovů redukuji jiným málo ušlechtilým kovem. Jako redukční kovy se používají zejména sodík, draslík, hořčík, vápník a hliník, zřídka také lanthan nebo směsný kov ceru.

Obzvláště známým příkladem metalotermické reakce je reakce práškového hliníku s kyslíčnickem železitým. Přitom se v redukčním kelímku smísí zrnitý hliník s práškovým kyslíčnickem železitým a na jednom místě se zapálí. Silně exotermická reakce se rozšíří přes celou reakční směs, přičemž kyslíčnick železitý se redukuje hliníkem na železo a vytvoří se kyslíčnick hlinitý. V důsledku velkého množství uvolněného tepla se roztavené železo shromáždí na dně kelímku a kyslíčnick hlinitý vytvoří tekutou strusku, která se v důsledku nižší měrné hmotnosti a nedostatečné smáčecí schopnosti strusky shromáždí nad roztaveným železem jako oddělená fáze.

Podle tohoto principu jsou od počátku tohoto století vyráběny slitiny s nízkým obsahem uhlíku, jako například slitiny na bázi ferotitanu, ferrochromu, feromanganu nebo ferovanadia. Je též možné získat kovový chrom z kyslíčnicku chromu.

Pro metalotermické reakce jsou obzvláště vhodné vápník a hořčík, které reagují podobným způsobem. Na základě jejich nízkého bodu varu je možné nechat působit ve vhodných zařízeních plyný vápník nebo hořčík na reakční látku, která má být redukována.

V poslední době se stala opět aktuální výroba slitin vzácných zemin a kobaltu působením vápníku na směsi kyslíčnicků vzácných zemin a kobaltu na základě zvláštních vlastností permanentního magnetismu těchto slitin.

Tak je známa výroba práškovitých nebo snadno pulverisovatelných slitin vzácných zemin s kobaltem, kde směs jemnozrnných kyslíčnicků vzácných zemin a kobaltu při teplotách asi 1000 až 1400 °C a tlaku rovném nebo menším než 1,33 Pa se redukuje plyným vápníkem, vzniklý produkt reakce se mechanicky rozmělní a vytvořená slitina vzácných zemin a kobaltu se působením vodnaté kyseliny nebo magneticky či extrakčním způsobem oddělí od vedlejších produktů reakce. K provádění zmíněné výroby je známo zařízení, které sestává z pece uzavřené proti atmosféře, která je opatřena reakčním prostorem uspořádaným s výhodou uprostřed, který se pomocí vývěvy vyčerpá až na tlak rovný nebo menší než 1,33 až 0,133 Pa, přičemž je opatřen dvěma odděleně vytápěnými, nahoře otevřenými reakčními nádobami.

V jedné reakční nádobě se získávají vápníkové páry potřebné pro redukci a v druhé reakční nádobě jsou výlisky ze směsi

kyslíčnicků vzácných zemin a kobaltu. V podmínkách reakce plyný vápník reaguje se zmíněnými výlisky, přičemž se tvoří žádané slitiny v práškovité nebo alespoň v mleté způsobilé podobě.

Podle stejného principu i způsobu, jakož i v zařízení shora popsaném lze redukovat také jiné kyslíčnickovy kovů, jako například kyslíčnick chromu, zirkonu nebo titanu, přičemž tento výčet by neměl být pokládán za vyčerpávající.

Při provádění metalotermického způsobu v dříve uvedeném zařízení se ukázalo nevýhodným, že vápníkové páry musí při redukci tvarových těles prostupovat zvnějšku dovnitř. Pro vápníkové páry tudíž přichází v úvahu vždy pouze relativně malý povrch vhodný pro reakci a vnější vrstva slisovaného tělesa, která již byla redukována, značně zpomaluje prostup vápníkových par dovnitř tvarového tělesa.

Kromě toho se ukázalo, že při reakci uvolněné teplo není odváděno optimálně, takže se mohou vyskytovat oblasti s místním přehřátím. Přitom vzniká nebezpečí, že primárně vyrobený kovový nebo slitinový prášek může srůstat do větších útvarů a aglomerovat nebo při výskytu tavných fází slinovat.

Vynález má za úkol vytvořit zařízení, kterým by bylo možné provádět metalotermické reakce, u nichž redukuje kov působí na materiál, který má být redukován, v plyné fázi, přičemž by měly být překonány dříve zmíněné nedostatky. Jde tedy zejména o úkol vytvořit zařízení, u něhož na směs kyslíčnicků, které mají být redukovány, by kovové páry působily na velkou plochu, avšak přitom na malém prostoru, přičemž kovové kyslíčnickovy, které mají být redukovány, jsou během pochodu obráceny a tím se stává zbytečnou výroba výlisků.

Řešením podle vynálezu se kromě toho má zabránit tomu, aby při metalotermických reakcích nedocházelo k místnímu přehřívání, zejména se však má zajistit rychlé odvádění uvolněného reakčního tepla, aby se zabránilo aglomeraci nebo spékání částec.

Podstata vynálezu spočívá v konstrukci vakuové válcové rotační pece, která sestává z vnějšího evakuovatelného pláště, který je vzhledem k podélné ose na jedné straně opatřena uzavíratelným plnicím hrdlem a na protilehlé straně neprodyšným průchozím vedením pro otočnou osu, — z otočné trouby uspořádané v podélné ose pláště, která je na straně plnění otevřená a na protilehlé straně je opatřena otočnou osou vedenou pláštěm, — z válcové reakční komory uspořádané souměrně k podélné ose otočné trouby, s níž je spojena poddajně a rozpojitelně, přičemž reakční komora se na straně plnění zužuje na troubu o malé světlosti a na druhé straně je uzavřena, — z válcové odpařovací komory pro

kov určený na metalotermickou reakci, uspořádané v přední části reakční komory v její podélné ose, přičemž odpařovací komora má menší vnější průměr, než je světlost reakční komory a na straně plnění je opatřena otvorem, — z topných prvků uspořádaných kolem válcové reakční komory, — z prostředků pro evakuaci válcové rotační pece — a z hnacího ústrojí pro otočnou troubu válcové rotační pece.

U obzvláště výhodného provedení válcové rotační pece svírá podélná osa otočné trouby s vodorovnou rovinou úhel 5 až 25°, přičemž plnicí strana válcové rotační pece leží nad vztažnou vodorovnou rovinou.

S výhodou bývá otočná trouba opatřena vně topného pásma tepelně izolačním materiálem.

Obzvláště účelným se projevilo, je-li otočná trouba uložena na válečkách, zejména na grafitových válečkách.

Aby se vytvořily příznivé podmínky pro přestup tepla, lze otočnou troubu v oblasti tepelného pásma opatřit otvory.

Aby se zabránilo reakci kovových par nebo vytvořených reakčních produktů s materiálem stěny reakční komory, je účelné a výhodné vytvořit vnitřní plochu reakční komory z materiálu netečného k reakčním produktům a reakčním výrobkům, zejména tuto vnitřní plochu vyložit kyslíčnickem vápenatým, hořečnatým anebo kovovým plechem s přiměřenou chemickou a tepelnou odolností.

Pro vedení odpařovací komory v reakční komoře jsou s výhodou na vnitřní stěně reakční komory nebo na vnější stěně odpařovací komory uspořádány kruhovitě distanční vložky ve vzájemně stejné vzdálenosti.

Podrobnosti vynálezu jsou zřejmé z příkladného provedení vakuové rotační pece, znázorněné na připojeném výkresu.

Válcová rotační pec sestává z evakovatelného pláště 1, jehož jednotlivé části jsou vzájemně spojeny sešroubováním, přičemž těsnicí prvky 2 jsou uspořádány na utěsnění vakua. Plášť 1 je pomocí hrdla 3 připojen na vývěvu. Souměrně vzhledem k podélné ose pláště 1 je uspořádána otočná trouba 4, otevřená na plnicí straně pláště 1. Plášť 1 lze otvírat sejmutím příklopu 5. Otočná trouba 4 je na straně protilehlé k plnicí straně opatřena otočnou osou 6, která prochází neprodyšně vedením 7 a je spojena s hnacím motorem 8.

Otočná trouba 4 je uložena na válečkách 9 a je obklopena topnými prvky 10, přičemž otočná trouba 4 je v tomto úseku děrovaná. V těchto topných prvcích 10 je uspořádáno teplotní čidlo 11. Uvnitř otočné trouby 4 je souměrně k její podélné ose vlastní válcová reakční komora 12, která je spojena poddajně a spínatelně pomocí čepu 13 s otočnou troubou 4. Reakční komora 12 se vpředu zužuje na troubu 14 o malé svět-

losti. Aby se tepelné ztráty omezily na nejmenší míru, je reakční komora 12 vně zahříváného pásma opatřena dutým válcem 15 z izolačního materiálu.

V reakční komoře 12 je umístěna válcová odpařovací komora 16 a je v ní ustředěna pomocí distančních vložek 17. Odpařovací komora 16 je na plnicí straně opatřena otvorem 18. Na protilehlé straně je uspořádána profilová tyč 19, která je spojena s odpařovací komorou 16 a se zadní stěnou reakční komory 12, a která zajišťuje odpařovací komoru 16 v určené poloze.

Celé zařízení je nakloněno a svírá s vodorovnou rovinou úhel asi 5°. Tento náklon lze měnit pomocí vřeten 20.

Před zahájením metalotermických reakcí se příklop 5 na plášti 1 otevře, dutý válec 15 z izolačního materiálu se odstraní a reakční komora 12 se vysune dopředu z otočné trouby 4. Poté se sejme víko 21, které tvoří přední uzávěr reakční komory 12 a odpařovací komora 16 se vyjme z reakční komory 12. Kysličník kovu nebo směs 24 kysličníků kovů, která má být redukována a navíc ještě může být přidán kovový prášek stejného druhu a/nebo cizí za účelem tlumení reakce nebo legování, se pak sází do vnitřního prostoru reakční komory 12. Nyní se opět vloží odpařovací komora 16 a naplní se takovým množstvím metalotermicky působícího kovu 22, například vápníku v podobě granulátu, aby při žádoucím náklonu válcové rotační pece byla hladina roztaveného kovu pod otvorem 18 v odpařovací komoře 16. Poté se nasadí víko 21 a neprodyšně spojí s reakční komorou 12.

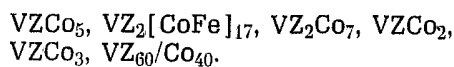
Po vložení dutého válce 15 z izolačního materiálu a uzavření vakuové válcové rotační pece příklopem 5 se plášť 1 vakuové válcové rotační pece evakuuje na tlak 1,33 až 0,133 Pa. Současně se otočná trouba 4 vytápí pomocí topných prvků 10.

Použije-li se k redukci vápníku, taví se vápník při 860 °C a zčásti se odpaří úzkou troubou 14, kde se ochlazením vytvoří vápníková zátka 23 a reakční komora 12 se sama uzavře.

Je-li materiál, který má být redukován vytvořen například z kysličníků vzácných zemin a kysličníku kobaltu, pak je nutné sledovat metalotermickou reakci při teplotách asi 900 °C a vyšších. Otočná trouba 4 a s ní spojená reakční komora 12 se otáčí působením hnacího motoru 8 při otáčkách asi 6 až 10 za minutu, takže směs kysličníků kovů se stále převrací. Topnými prvky 10 přiváděné teplo je udržováno v tak nízkých mezích, aby se zabránilo exotermickou reakcí možnému přehřátí reakční hmoty. Rychlost exotermické reakce lze v určité míře řídit teplotou vytápění a tím množstvím vápníkových par, které jsou k dispozici pro reakci. Množství vápníku je přitom nastaveno tak, že je vzhledem k smě-

si 24 kysličníků kovů stechiometricky v malém přebytku. Po odeznění reakce se otočná trouba 4 otáčí ještě tak dlouho, až teplota klesne asi na 100 °C. Poté se hrdlem 3 zavádí do válcové rotační pece ochranný plyn a pec se dříve popsaným způsobem otevře, načez se z reakční komory 12 odebere volná, prášková hmota, zbavená obvyklým způsobem kysličníku, v daném případě kysličníku vápenatého, a pak se předá k dalšímu zpracování. Stav v reakční komoře 12 lze sledovat průhledítkem 25.

Při použití zařízení podle vynálezu se podaří získat například slitiny vzácných zemin a kobaltu v následujícím složení, převážně v jednofázové podobě, o zrnitosti 1,5 až 20 μm :



K nastavení příslušného poměru je třeba pouze kvantitativně úměrné závazky do zařízení. Pokusně se prokázalo, že zařízení je právě tak použitelné pro výrobu velmi

jemného práškového zirkonu, titanu nebo chromu, které jsou v této podobě obzvláště vhodné pro další zpracování v práškové metalurgii. Kovové prášky se vyznačují vynikající čistotou, rovnoměrnou a malou zrnitostí, jakož i možností přesně reprodukovat zrnění.

Konečně je možné získat speciální slitiny, jako například na bázi substituovaných slitin vzácných zemin a kobaltu, přičemž kobaltovou složku lze zčásti nahradit železem, manganem, niklem a mědí a lze vyrábět čisté dvoufázové slitiny. Pokusně bylo též prokázáno, že lze vyrábět slitiny titanu, hliníku a vanadia, takže zařízení je vhodné k provádění metalotermických reakcí, u nichž kov, sloužící jako redukční prostředek, se může při reakčních podmínkách odpařit.

V následující tabulce jsou uvedeny složení a zrnitost různých slitin vyrobených zařízením podle vynálezu, které byly získány použitím vápníku z různých kysličníků při výtěžku téměř 100 %.

Práškové kovy a slitiny vyrobené metalotermickou reakcí ve vakuové válcové rotační peci

Slitina	Průměrná zrnitost [μm]	Rozsah zrnitosti [vah. %— μm]	Obsah kyslíku [ppm]	Podíl fází [obj. %]
$\text{Sm}_2[\text{Co}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}]_{17}$	1,6 až 2,5 μm	100 < 15 μm	2000 až 2400	$\text{SmCo}_5 < 1$
SmCo_5	4,0 až 10,0 μm	100 < 20 μm	1800 až 2300	$\text{Sm}_2\text{Co}_{17} < 1$
Sm_2Co_7	5,0 až 10,0 μm	100 < 25 μm	2000 až 2400	$\text{SmCo}_3 < 2$
SmCo_2	6,0 až 10,0 μm	100 < 30 μm	2800 až 3200	téměř jednofázové
SmCo_3	10,0 až 15,0 μm	100 < 15 μm	2000 až 2500	$\text{SmCO}_2 < 5$
$\text{Sm}_{60}/\text{Co}_{40}$	25,0 až 33,0 μm	100 < 40 μm	2200 až 2600	SmCo_2 a eutektikum
$\text{Sm}[\text{Co}_{0,85}\text{Fe}_{0,1}\text{Cu}_{0,05}]_8$	3,6 až 8,0 μm	100 < 40 μm	2000 až 2800	dvoufázové [1 : 5 plus 2 : 17]
$\text{Sm}[\text{Co}_{0,85}\text{Fe}_{0,1}\text{Mn}_{0,05}]_8$	6,0 až 10,0 μm	100 < 30 μm	2000 až 2800	dvoufázové [1 : 5 plus 2 : 17]
$\text{Sm}[\text{Co}_{0,85}\text{Fe}_{0,1}\text{Mn}_{0,05}]_8$	6,0 až 10,0 μm	100 < 25 μm	2000 až 2800	dvoufázové [1 : 5 plus 2 : 17]
Chrom	3,0 až 5,0 μm	100 < 15 μm	2400 až 3000	—
Zirkon	10,0 až 20,0 μm	100 < 40 μm	2100 až 2500	—

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Vakuová válcová rotační pec pro metalotermické reakce, vyznačená tím, že sestává z vnějšího pláště (1), který je vzhledem k podélné ose na jedné straně opatřen uzavíratelným plnicím hrdlem s příklopem (5) a na protilehlé straně neprodyšným průchozím vedením pro otočnou osu (6), z otočné trouby (4) uspořádané v podélné ose pláště (1), která je na straně plnění otevřená a na protilehlé straně je opatřena otočnou osou (6) vedenou pláštěm (1), z válcové reakční komory (12) uspořádané souměrně k podélné ose otočné trouby (4), s níž je spojena poddajně a rozpojitelně, přičemž reakční komora (12) se na straně plnění zužuje na troubu (14) o malé světlosti a na druhé straně je uzav-

řena, z válcové odpařovací komory (16) pro kov určený na metalotermickou reakci, uspořádané v přední části reakční komory (12) v její podélné ose, přičemž odpařovací komora (16) má menší průměr, než je světlost reakční komory (12) a na straně plnění je opatřena otvorem (18), z topných prvků (10) uspořádaných kolem válcové reakční komory (12), z prostředků pro evakuaci válcové rotační pece a z hnacího ústrojí pro otočnou troubu (4) válcové rotační pece.

2. Vakuová válcová rotační pec podle bodu 1, vyznačená tím, že podélná osa otočné trouby (4) svírá s vodorovnou rovinou úhel 5 až 25°, přičemž plnicí strana vál-

cové rotační pece leží nad vodorovnou rovinou.

3. Vakuová válcová rotační pec podle bodů 1 a 2, vyznačená tím, že otočná trouba (4) je vně topného pásma opatřena dutým válcem (15) z tepelně izolačního materiálu.

4. Vakuová válcová rotační pec podle bodů 1 až 3, vyznačená tím, že otočná trouba (4) je opatřena v oblasti tepelného pásma otvory.

5. Vakuová válcová rotační pec podle bodů 1 až 4, vyznačená tím, že otočná trou-

ba (4) je uložena na válečkách (9), zejména na grafitových válečkách.

6. Vakuová válcová rotační pec podle bodů 1 až 5, vyznačená tím, že vnitřní plocha reakční komory (12) je vyložena materiálem netečným k reakčním podílům a reakčním produktům.

7. Vakuová válcová rotační pec podle bodů 1 až 6, vyznačená tím, že na vnitřní stěně reakční komory (12) nebo na vnější stěně odpařovací komory (16) jsou kruhovitě uspořádány distanční vložky (17).

1 list výkresů

