



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 31.III.1967 (P 119 769)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.XI.1968

Kl. 40 c, 5

MKP C 22 d

UKD 621.357.1

Współtwórcy wynalazku: doc. dr inż. Leszek Suski, dr Zdzisław Kułas,
mgr Lucjan Krywak, mgr Kszysztof Pytel,
mgr Kazimierz Zięba

Właściciel patentu: Akademia Górniczo-Hutnicza (Katedra Chemii
Fizycznej Metalurgii Żelaza), Kraków (Polska)

**Urządzenie do otrzymywania sproszkowanego tantalu, niobu lub
innych metali rzadkich na drodze elektrolizy stopionych soli**

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do otrzymywania sproszkowanego tantalu, niobu lub innych metali rzadkich na drodze elektrolizy stopionych soli, pozwalające na uzyskanie tych metali w postaci proszku o wysokiej czystości.

Znane dotychczas urządzenia, służące do elektrolitycznego otrzymywania metali rzadkich, są stosowane głównie w dużej skali technicznej i nie zawsze są przydatne przy niewielkim zapotrzebowaniu na te metale.

Urządzenia te, to elektrolizery, w których anodę stanowi tygiel grafitowy, a katodę — pręt nikłowy lub molibdenowy. Wydzielony na katodzie osad sproszkowanego metalu zostaje po zakończeniu elektrolizy wraz z katodą usunięty z elektrolizera, po czym po wymianie katody na nową, prowadzi się kolejny proces elektrolizy. Wadą tych urządzeń jest niekorzystny stosunek powierzchni roboczej katody do elektrolitu, w wyniku czego szybkość procesu jest niezbyt duża. Inny znany elektrolizer zawiera tygiel żeliwny, stanowiący katodę oraz pręt grafitowy, jako anodę. Na ściankach tygla wydziela się metal w postaci kryształów metalicznych, z których otrzymuje się czysty metal w postaci proszku. W elektrolizerach tego typu, stosowanych w procesach na dużą skalę techniczną, wymiana tygli z wydzielonym metalem jest bardzo kłopotliwa i powoduje dłuższe postoje w produkcji.

2

Niedogodności te usuwa urządzenie do otrzymywania tantalu, niobu i innych metali rzadkich na drodze elektrolizy stopionych soli według wynalazku, składające się z cylindrycznego korpusu, wykonanego ze stali żaroodpornej, do którego jest zamocowana głowica ze stali żaroodpornej, zaopatrzona w płaszcz chłodzący, przy czym wewnątrz korpusu znajduje się wymienny nikłowy tygiel, na którym jest umieszczona przeciwradacyjna wkładka nikłowa, wyposażona w zespół tarcz. Przez wkładkę i głowicę przechodzą trzy pionowe kanały, z których kanał środkowy mieści przesuwną przewodnicę, z odizolowanym osłoną korundową, prętem miedzianym, z zawieszoną na nim anodą grafitową, a dwa kanały boczne służą do zasilania kąpieli elektrolitycznej używającym się w toku procesu składnikiem. W dolnej swej części korpus jest połączony z podgrzewaczem gazu szlachetnego, umieszczony wraz z korpusem w termicznie izolującej obudowie.

Urządzenie według wynalazku jest uwidocznione w przykładowym rozwiązaniu na rysunku, który przedstawia schematycznie jego przekrój podłużny.

Urządzenie składa się z cylindrycznego korpusu 1, wykonanego ze stali żaroodpornej o przykładowych wymiarach: wysokości około 1500 mm i o średnicy około 550 mm. Do korpusu 1 jest zamocowana za pomocą śrub głowica 2, ze stali żaroodpornej, wyposażona w chłodzący płaszcz 3.

Wewnątrz korpusu 1 znajduje się nikłowy tygiel 4, o wysokości na przykład około 750 mm i średnicy około 350 mm, na którym jest umieszczona nikłowa przeciwradiacyjna wkładka 5, wyposażona w zespół nikłowych tarcz 6, mających na celu utrzymanie jednolitego rozkładu temperatury w strefie tygla 4. Przez wkładkę 5 i głowicę 2 przechodzą trzy pionowe kanały. W środkowym kanale znajduje się przesuwna stalowa przewodnica 7, w której mieści się miedziany pręt 8, o średnicy około 25 mm. Na pręcie 8, odizolowanym od przewodnicy 7, korundową osłoną 9, jest zawieszona grafitowa anoda 10. Przez obrót pokręćła 11, przewodnica 7 wraz z zawieszoną anodą 10 jest podnoszona lub opuszczana w głąb tygla 4. W przechodzących przez wkładkę 5 i głowicę 2, bocznych kanałach, mieszczą się dwie zasilające rurki 12, które służą do uzupełniania kąpeli zużywającymi się w toku procesu substancjami. Przewodnica 7 oraz rurki 12 są uszczelnione za pomocą teflonowych uszczelek 13. W głowicy 2 znajduje się ponadto wylotowa rurka 14 dla wypływu gazu szlachetnego, który jest doprowadzany do korpusu 1 z podgrzewacza 15 poprzez rurkę 16, znajdującą się w dolnej części korpusu 1. Tygiel 4 jest połączony nikłowymi kontaktowymi taśmami 17 z korpusem 1, który jest podłączony do źródła prądu za pośrednictwem pręta 18 ze stali żaroodpornej. Korpus 1 wraz z podgrzewaczem 15 jest umieszczony w termicznie izolującej obudowie 19, w której jest zamontowana spirala grzewcza.

Przykładowo w celu otrzymania proszku tantalum w urządzeniu według wynalazku, tygiel 4 napełnia się do około połowy jego wysokości mieszaniną sprasowanych soli, najczęściej w postaci fluorków, po czym umieszcza się go w korpusie 1. Następnie nakłada się przeciwradiacyjną wkładkę 5 wraz z głowicą 2, którą przykręca się szczelnie śrubami. Po odpompowaniu powietrza, korpus 1 napełnia się argonem, doprowadzonym z podgrzewacza 15 i utrzymuje się przez cały czas trwania elektrolizy stały, wolny jego przepływ. W tak przygotowanym urządzeniu obniża się za pomocą pokręćła 11 przewodnicę 7 do lekkiego zetknięcia się anody 10 z powierzchnią soli, po czym podłącza się elektrolizer do źródła prądu stałego poprzez opornik o oporze około 1000 omów. Następnie włącza się spiralę grzewczą w obudowie 19, w wyniku czego następuje stopienie się soli. Wówczas zanurza się anodę 10 w kąpeli i włącza prąd elektrolizy o natężeniu około

2000 amperów. Tego rodzaju postępowanie, polegające na uprzednim włączeniu prądu poprzez opornik, zapewnia dużą odporność urządzenia na korozję, mimo występowania podczas elektrolizy wysokiej temperatury, wynoszącej około 1173°K oraz wybitnie korozyjnego środowiska stopionych fluorków. Elektrolizę prowadzi się przy ciągłym zasilaniu kąpeli elektrolitycznej, zużywającym się w czasie trwania procesu tlenkiem tantalum, który wprowadza się do tygla 4 rurkami 12.

Po wypełnieniu tygla 4 wydzionym sproszkowanym tantalum, przerywa się elektrolizę i wyciąga anodę 10 z kąpeli. Po ochłodzeniu urządzenia poniżej temperatury krzepnięcia elektrolitu, odkręca się głowicę 2 i wyjmuje z korpusu 1 tygiel 4. Na jego miejsce wstawia się nowy tygiel, uprzednio napełniony mieszaniną sprasowanych soli i rozpoczyna następny cykl elektrolizy. W czasie około 12 godzin trwania jednego cyklu otrzymuje się około 1,5 kg sproszkowanego tantalum.

Urządzenie według wynalazku zapewnia dzięki zastosowaniu łatwo wymiennych tygli szybkie podjęcie kolejnych cykli elektrolitycznych, a korzystny stosunek powierzchni katodowej do elektrolitu — dużą szybkość wydzielania metalu. W wyniku tego uzyskuje się w stosunkowo niewielkim i łatwym w obsłudze urządzeniu znaczne ilości czystego sproszkowanego metalu.

Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie do otrzymywania sproszkowanego tantalum, niobu lub innych metali rzadkich na drodze elektrolizy stopionych soli, **znamiennie** tym, że wewnątrz cylindrycznego korpusu (1), wykonanego ze stali żaroodpornej, do którego jest zamocowana głowica (2) ze stali żaroodpornej, zaopatrzona w chłodzący płaszcz (3), znajduje się wymienny nikłowy tygiel (4), na którym jest umieszczona nikłowa, przeciwradiacyjna wkładka (5), wyposażona w zespół tarcz (6), przy czym przez wkładkę (5) i głowicę (2) przechodzą trzy pionowe kanały, z których środkowy mieści przesuwną przewodnicę (7), z odizolowanym korundową osłoną (9), miedzianym prętem (8), z zawieszoną na nim grafitową anodą (10), a w dwóch bocznych kanałach mieszczą się rurki (12), służące do uzupełniania kąpeli elektrolitycznej, ponadto w dolnej swej części korpus (1) jest połączony z podgrzewaczem (15) gazu szlachetnego, umieszczony wraz z korpusem (1) w termicznie izolującej obudowie (19).



