

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑳ Numéro de dépôt: 87420240.1

⑤① Int. Cl.⁴: **C 22 B 34/14**
C 22 B 5/04

㉒ Date de dépôt: 16.09.87

③① Priorité: 19.09.86 FR 8613306

④③ Date de publication de la demande:
23.03.88 Bulletin 88/12

⑥④ Etats contractants désignés:
DE ES FR GB IT SE

⑦① Demandeur: **CEZUS Compagnie Européenne du Zirconium**
Tour Manhattan - La Défense 2 6, Place de l'Iris
F-92400 Courbevoie (FR)

⑦② Inventeur: **Boutin, Jean**
7, rue Franz Schubert
F-38400 St. Martin d'Hères (FR)

Brun, Pierre
8, bd du Maréchal Leclerc
F-38000 Grenoble (FR)

Lamaze, Airy-Pierre
7, Cité le Cout Champ sur Drac
F-38560 Jarrie (FR)

⑦④ Mandataire: **Séraphin, Léon et al**
PECHINEY 28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cedex 3 (FR)

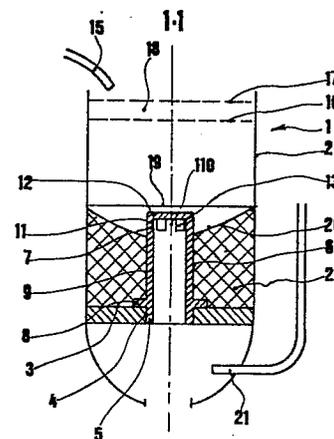
⑤④ **Procédé et dispositif de fabrication de zirconium métal par réduction de tétrachlorure de zirconium.**

⑤⑦ L'invention concerne un procédé de fabrication de Zr métal par Mg fondu dans un réacteur (1) comportant une sole (3), procédé dans lequel on sépare le chlorure de magnésium formé dans la réaction de réduction du Zr métal formé et du magnésium, puis dans lequel on refroidit puis on extrait le pain d'éponge de Zr métal formé. Ce procédé est caractérisé en ce que on sépare le chlorure de magnésium formé par soutirage vers le fond du réacteur (1) au moyen d'une cheminée (6) dont la portion d'extrémité basse (5) est fixée à un orifice (4) de la sole (3) et dont l'extrémité ouverte haute transversale (7) est au-dessus de la portion de la masse métallique (Zr,Mg) bordant la cheminée (6) à la fin de la réaction de réduction.

L'invention a également pour objet le dispositif de fabrication de zirconium métal correspondant.

L'invention procure une simplification de l'opération de séparation du MgCl₂ formé et éventuellement grâce à une structure particulière de la cheminée de l'invention, une amélioration de l'opération d'extraction du pain d'éponge obtenu.

FIG.1



Description

PROCEDE ET DISPOSITIF DE FABRICATION DE ZIRCONIUM METAL PAR REDUCTION DE TETRACHLORURE DE ZIRCONIUM

L'invention concerne un procédé et un dispositif de fabrication de zirconium métal par réduction de tétrachlorure de Zr par du magnésium fondu dans un réacteur comportant une sole, et plus particulièrement le procédé de séparation du chlorure de magnésium formé dans la réaction de réduction du Zr métal formé et du magnésium résiduel, ainsi que le dispositif permettant cette séparation.

Le brevet JP 78-035888 décrit un appareil de fabrication de Zr métal par réduction de $ZrCl_4$ par Mg fondu, qui comprend d'une part un cylindre intérieur de réaction contenant en fin de réaction l'éponge réduite de Zr métal, le chlorure de Mg fondu et le magnésium métal non consommé par la réaction de réduction, d'autre part un cylindre extérieur placé dans un four à atmosphère réductrice. Cet appareil comprend en outre un tube siphon dont l'extrémité intérieure est placée dans un pot du cylindre intérieur, pot prévu pour que le chlorure de magnésium fondu y soit maintenu de façon à empêcher un débordement de Mg fondu à travers le tube siphon, et dont l'extrémité extérieure est ouverte dans l'espace compris entre le cylindre intérieur et le cylindre extérieur, de sorte que le chlorure de Mg fondu, produit de façon continue dans le cylindre intérieur par la réaction de $ZrCl_4$ avec le Mg fondu qui y est introduit de façon également continue, peut être extrait du cylindre intérieur au moyen du tube siphon quand le niveau de chlorure de Mg atteint un niveau déterminé de l'autre extrémité de ce tube siphon. Le chlorure de Mg fondu est ensuite extrait du cylindre extérieur par un système de pompage.

Ce procédé et ce dispositif ont pour inconvénient l'utilisation d'une enveloppe fermée extérieure, désignée ci-dessus par "cylindre extérieur", enveloppe qui recueille ainsi $MgCl_2$ fondu et doit obligatoirement être épaisse car elle est utilisée sous vide et jusque environ 850°C.

Le procédé de l'invention a pour but une simplification dans laquelle l'utilisation d'une telle enveloppe extérieure est évitée, et dans laquelle la séparation du chlorure de magnésium fondu par rapport au Zr métal formé et au Mg métal résiduel est facilitée.

L'invention a pour objet un procédé de fabrication de zirconium métal par du magnésium fondu dans un réacteur ou creuset comportant une sole, ce procédé comprenant typiquement les étapes suivantes : on sépare le chlorure de magnésium formé dans la réaction de réduction du Zr métal formé et du magnésium, puis on soumet la masse métallique de Zr et de Mg à une évaporation sous vide, puis on refroidit la masse de Zr métal ou "pain d'éponge" ainsi que l'intérieur du réacteur (typiquement en dessous de 150°C), puis on extrait le pain d'éponge de Zr métal obtenu. Selon l'invention, on sépare le chlorure de magnésium formé par soutirage vers le fond du réacteur au moyen d'une cheminée de préférence sensiblement verticale, dont la portion

5 d'extrémité basse est fixée à un orifice de la sole et dont l'ouverture haute ou ouverture de soutirage habituellement transversale est légèrement au-dessus de la portion de la masse métallique bordant la cheminée à la fin de la réaction de réduction, et au niveau de la couche de chlorure de magnésium qui surnage. Cette ouverture haute de la cheminée, avantageusement horizontale, est de préférence surmontée d'un chapeau de couverture qui évite les retombées de Zr dans la cheminée, ce chapeau étant écarté de cette ouverture haute et relié à la cheminée par des supports espacés, laissant entre eux des passages vers l'ouverture de soutirage suffisants pour l'écoulement du chlorure de magnésium.

20 La masse métallique entourant la cheminée est alors un pseudo-alliage (Zr, Mg) constitué essentiellement de globules de Zr distribués dans le magnésium métal, et elle est pâteuse à la température de la réaction de réduction, c'est-à-dire entre 750 et 850°C environ. Une partie du chlorure de Mg fondu, formé dans la réaction de réduction en phase vapeur et condensé, surnage au-dessus de ce pseudo-alliage et, de façon que la séparation du $MgCl_2$ n'entraîne pas de pseudo-alliage et soit néanmoins à peu près complète, il convient de situer l'ouverture de soutirage ou extrémité haute de la cheminée légèrement au-dessus de la portion de la masse de pseudo-alliage bordant cette cheminée, à la fin de la réaction de réduction. Cette masse de pseudo-alliage correspond elle-même au poids et au volume maximal d'éponge Zr qu'on veut obtenir en fin de traitement. La différence de niveau de l'ouverture de soutirage de la cheminée, vis-à-vis du niveau maximal du pseudo-alliage en cet emplacement est typiquement d'au moins 10 mm, et de préférence comprise entre 10 et 50 mm, et de préférence encore entre 25 et 40 mm, et le diamètre intérieur de la cheminée et en particulier de son ouverture de soutirage est de préférence compris entre 50 et 250 mm dans le cas d'un réacteur de diamètre intérieur maximal compris entre 1000 et 2000 mm. Le chlorure de magnésium soutiré par la cheminée s'écoule au fond du creuset, où il est repris par aspiration.

50 La cheminée de soutirage selon l'invention peut être pourvue de moyens de soulèvement, ce qui permet d'extraire le pain d'éponge par le haut du creuset et d'éviter ainsi son retournement. Ces moyens de soulèvement comprennent au moins, au-dessus de l'extrémité haute de la cheminée bordant son ouverture de soutirage, une pièce de saisie ou de soulèvement de même forme générale et de même rôle que le chapeau de couverture habituel et que ses supports espacés, mais de résistance mécanique et de structure spécialement adaptées pour le soulèvement de l'ensemble (cheminée + pain d'éponge Zr) ou éventuellement de l'ensemble (cheminée + pain d'éponge Zr + sole). Cette pièce de soulèvement consiste ainsi typique-

ment en une pièce horizontale ou chapeau d'épaisseur supérieure ou égale à 10 mm et typiquement comprise entre 10 et 25 mm, reliée à l'extrémité haute de la cheminée par une portion de liaison ajourée de façon à pouvoir introduire par les ouvertures de cette portion de liaison un moyen de soulèvement, par exemple une clavette, cette portion de liaison comprenant elle-même au moins 2 pattes, ces pattes ayant chacune à tout niveau une section droite horizontale supérieure à 400 mm². Les moyens de soulèvement peuvent comprendre en outre un ou plusieurs reliefs de soutien du pain d'éponge, relief(s) s'appuyant de préférence sur la sole de façon à consolider l'assise de la cheminée pendant l'opération de réduction. La cheminée doit également avoir une résistance mécanique suffisante pour la masse à soulever.

La mise en oeuvre éventuelle de ces moyens de soulèvement et/ou de moyens de liaison provisoires de la cheminée à la sole, s'applique à l'une ou l'autre des séquences d'opérations suivantes succédant à l'évaporation sous vide de la masse métallique (Zr, Mg) :

a) Après ou avant la fin du refroidissement du pain d'éponge en-dessous de 150°C, refroidissement effectué typiquement sous argon, on ouvre le fond du réacteur ainsi que son extrémité haute et on soulève par dessous l'ensemble de la sole et de la cheminée entourée par le pain d'éponge, par exemple à l'aide d'un vérin.

Après fin du refroidissement, le pain d'éponge sera transporté avec la sole et la cheminée pour les opérations de fragmentation, typiquement un cisailage en gros morceaux puis un broyage.

Pour éviter les incidents au cours de ces manutentions, il peut alors être préférable de relier initialement l'extrémité basse de la cheminée au-dessous de la sole par des moyens de fixation provisoires, par exemple de courtes soudures, moyens de fixation qui seront faciles à rompre ou à éliminer avant le cisailage et le broyage de l'éponge.

b) Après ou avant fin du refroidissement du pain d'éponge, en-dessous de 150°C, on ouvre seulement l'extrémité haute du réacteur et on soulève la cheminée entourée par le pain d'éponge par le haut, par la pièce de soulèvement en forme de chapeau de cette cheminée. La cheminée n'est alors pas fixée à la sole, et elle comporte, en plus de son moyen de soulèvement en forme de chapeau, au moins un relief de soutien du pain d'éponge, s'appuyant de préférence sur la sole de façon à consolider l'assise de la cheminée pendant l'opération de réduction comme déjà indiqué. La stabilité de la cheminée peut être également ou de façon alternative améliorée par un faible jeu d'encastrement de son extrémité basse dans l'orifice de la sole, typiquement moins de 0,6 mm au diamètre.

Les avantages procurés par ces particularités de la cheminée sont alors très appréciables sur le plan du procédé et du dispositif : il n'est plus

nécessaire d'ouvrir le fond du réacteur pour chaque extraction, la sole reste en place et n'a pas à être manutentionnée et nettoyée à chaque fois, l'ouverture éventuelle du fond du réacteur n'est plus fixée que par les problèmes d'entretien.

c) Comme en (b), on soulève la cheminée par le haut, par la pièce de soulèvement en forme de chapeau du haut de cette cheminée, mais l'extrémité basse de la cheminée est reliée au-dessous de la sole par des moyens de fixation provisoire faciles à rompre ou à démonter, mais suffisamment solides pour ce soulèvement. Et on soulève ainsi par l'ensemble de la sole et de la cheminée entourée par le pain d'éponge.

La sole est détachée comme dans le cas (a). La manutention par le haut et la non ouverture du fond du réacteur restent avantageuses.

Lors de l'évaporation sous vide qui succède à la séparation du MgCl₂, la présence de la cheminée, typiquement centrale, apporte dans tous les cas envisagés, une augmentation de la surface d'évaporation et de la vitesse de sublimation qui entraîne une meilleure purification des zones internes voisines de cette cheminée, cela quel que soit le mode de chauffage. On a constaté qu'on pouvait également obtenir les teneurs moyennes en impuretés habituelles avec une opération d'évaporation sous vide raccourcie.

L'invention a aussi pour objet le dispositif utilisé dans ce procédé, dispositif comprenant un réacteur comportant une sole, ainsi que des moyens de sublimation du tétrachlorure de Zr et des moyens d'amenée de ce tétrachlorure gazeux dans l'enceinte du réacteur, des moyens de séparation du chlorure de magnésium formé par rapport au Zr métal formé et au magnésium, des moyens de chauffage et de moyens de mise sous vide, dispositif dans lequel selon l'invention les moyens de séparation du chlorure de magnésium comprennent une cheminée dont la portion d'extrémité basse est fixée à un orifice de la sole et dont l'extrémité haute est légèrement au-dessus du niveau supérieur de la portion de la masse métallique (Zr, Mg) bordant la cheminée à la fin de la réaction de réduction. Les particularités et variantes de ce dispositif sont celles déjà décrites à propos du procédé de l'invention.

Les particularités du dispositif de l'invention seront illustrées à l'aide des exemples et des dessins, qui permettront en même temps de mieux décrire le procédé.

La figure 1 représente schématiquement, en coupe axiale, un réacteur selon l'invention.

La figure 2 représente, en coupe axiale, l'extrémité haute de la cheminée munie d'un chapeau.

La figure 3 représente schématiquement la sole et la cheminée et le pseudo-alliage (Zr + Mg) avant évaporation sous vide.

La figure 4 représente, de la même façon que la figure 3, le gâteau d'éponge de zirconium après évaporation sous vide.

Sur la figure 1, on peut voir un réacteur (1) de surface latérale intérieure cylindrique (2) muni d'une

sole (3) comportant un orifice central (4) dans lequel est encastrée la portion d'extrémité basse (5) d'une cheminée (6) selon l'invention, cheminée (6) dont l'extrémité ouverte haute transversale (7) est à un niveau correspondant au niveau de la couche de chlorure de magnésium qui surnage au-dessus de la masse métallique comprenant Zr et Mg en fin de réaction de réduction, obligatoirement au-dessus du haut du bord intérieur de ladite masse métallique afin que l'écoulement de chlorure de magnésium n'entraîne pas de cette masse métallique ou "pseudo-alliage" (Zr,Mg). Au-dessus de sa portion d'extrémité basse (5) ainsi encastrée dans l'orifice (4) de la sole (3), la cheminée (6) comporte une collerette (8) s'appuyant sur la sole (3) et suffisamment large pour permettre le soulèvement du pain d'éponge par la cheminée (6), puis une partie cylindrique (9) se terminant par l'extrémité ouverte haute transversale (7) située au-dessus de la masse métallique de Zr et Mg bordant cette cheminée (6) en fin de réaction. Cette extrémité ouverte (7) étant surmontée par une portion de liaison ajourée (11), elle-même surmontée d'un chapeau (12), dans les jours ou ouvertures latérales (13) de la liaison ajourée (11), on peut faire passer un moyen de soulèvement (14) par exemple une clavette (figure 2).

Sur la figure 1 on a encore représenté schématiquement un tuyau ou moyen d'injection du $ZrCl_4$ sous forme de vapeur provenant d'un dispositif de sublimation, et les niveaux (16,17) entre lesquels s'effectue, en phase vapeur, la réaction de réduction de $ZrCl_4$ par Mg, donnant naissance à de petits amas de Zr réduit (18) typiquement de 5 à 20 μm . Le magnésium qui surmonte initialement la sole vient initialement jusqu'au niveau (19), et le zirconium réduit retombe au fur et à mesure de la réaction et forme avec du magnésium non utilisé pour la réduction un agrégat ou pseudo-alliage (Zr,Mg) dont la surface supérieure (20) est incurvée vers son centre. En fin de réduction, le chlorure de magnésium qui s'est formé et a condensé surnage au-dessus de la masse métallique (Zr,Mg)s, c'est-à-dire au-dessus de la surface supérieure (20), et il s'écoule de l'extrémité ouverte (17) de la cheminée (6), en passant à travers les ouvertures latérales (13) situées entre cette extrémité ouverte (7) et le chapeau (12).

Le chlorure de magnésium est aspiré au fond du réacteur (1) par un tuyau ou conduit (21) qui l'évacue lors du réacteur (1) grâce à des moyens de dépression appropriés. Les moyens de fermeture du haut du réacteur (1) pendant la réaction de réduction puis pendant l'évaporation sous vide, ainsi que les moyens de pompage par le haut et les moyens de chauffage, ne sont pas représentés.

Les figures 3 et 4 représentent de façon simplifiée la sole (3) munie de la cheminée (6) et d'une part (figure 3) la masse métallique (Zr,Mg)(22) après réduction et avant évaporation, d'autre part (figure 4) de façon comparative la masse ou gâteau de Zr (23) ou "éponge de zirconium" après évaporation sous vide. La présence de la cheminée (6) crée une surface d'évaporation latérale intérieure (24) en plus de la surface latérale extérieure (25) et de la surface supérieure (20). Il en résulte par le jeu de l'évaporati-

on-sublimation du magnésium une diminution du volume annulaire central (240), la surface latérale intérieure (24) qui la borde ayant en fin d'évaporation une forme (241) en tronc de cône renversé. La diminution de volume est en effet, par le jeu de l'évaporation et du dégagement des vapeurs, d'autant plus importante que l'on se rapproche du haut de la masse métallique en cours d'évaporation puis en fin d'évaporation (23). La surface supplémentaire d'évaporation ainsi due à la cheminée (6), surface évoluant de la géométrie initiale (24) à la géométrie finale (241), représente typiquement un accroissement de la surface d'évaporation de 12 à 25 %.

Exemple pratique

Le réacteur (1) est en acier type AISI 302 d'épaisseur 25 mm et il a un diamètre intérieur de 1,6 m dans sa partie central cylindrique, une hauteur intérieure de 3 m, et il comporte à 350 mm de son fond une sole (3) en acier inoxydable d'épaisseur totale 30 mm présentant un orifice central (4) de diamètre 200 à 200,5 mm.

La cheminée (6) en acier inoxydable dont la portion d'extrémité basse (5) est encastrée dans l'orifice (4) a une hauteur totale de 750 mm et une surface intérieure centrale cylindrique de diamètre 150 mm. La portion d'extrémité basse (5) est haute de 40 mm et a un diamètre de 199,8 à 200 mm, elle est immobilisée par rapport à la sole (3) par son encastrement. Cette portion basse (5) est surmontée d'une collerette (8) de diamètre extérieur 240 mm et d'épaisseur 10 mm reposant par sa surface inférieure sur la sole (3), puis de la partie légèrement tronconique (9) de diamètre extérieur 200 à 170 mm se terminant par l'extrémité ouverte haute transversale (7) dont le bord est interrompu et surmonté par la portion de liaison ajourée (11) consistant en 4 ouvertures (13), et en 4 pattes de liaison (110) également espacées d'épaisseur 10 mm, de largeur 40 mm et de hauteur 40 mm, pattes (110) elles-mêmes surmontées d'un chapeau (12) d'épaisseur 20 mm.

Au début de l'opération de réduction, le réacteur contient 3200 kg de Mg, quantité en relation avec les 10 200 kg de $ZrCl_4$ à réduire dans cette opération. Après chauffage de cette charge de magnésium sous argon jusqu'à environ 750°C, ce magnésium est entièrement liquide et remplit tout le bas du réacteur y compris la cheminée (6) jusqu'à un niveau (19) (figure 1) situé à environ 1000 mm au-dessus de la sole (3). On introduit alors dans le haut du réacteur (1) de la vapeur de tétrachlorure de zirconium sublimée à une température de environ 400°C par le tube (15). La réaction de réduction s'amorce, le chauffage se poursuivant et la température augmentant de 750 à 900°C environ, le débit de vapeur $ZrCl_4$ étant maintenu entre 250 et 500 kg/h. La réaction s'arrête lorsque les 10 100 kg de $ZrCl_4$ ont été introduits. D'après les traces visibles sur la paroi du réacteur après ouverture, la surface supérieure (26) de la masse de pseudo-alliage en fin de réaction est à un niveau de 670 mm autour de la cheminée et de 750 mm le long de la paroi latérale cylindrique du réacteur. L'extrémité ouverte haute transversale (7) de la cheminée (6) étant à 700 mm

au-dessus de la sole (3), cette extrémité ouverte (7) se trouve à 30 mm au-dessus de la portion de la masse métallique (Zr,Mg) bordant la cheminée (6), de sorte que le chlorure de magnésium condensé qui surnage s'écoule en presque totalité par les ouvertures latérales (13) et par l'intérieur ou ouverture de l'extrémité ouverte (7) de la cheminée (6). Le résidu non écoulé de chlorure de Mg représente moins de 100 kg qui surnagent et 200 à 400 kg piégés dans la masse de pseudo-alliage (Zr, Mg).

Le chlorure de magnésium qui s'est écoulé par la cheminée (6) a été évacué en 5 à 8 fois par pompage à partir du fond du réacteur (1), grâce à un conduit (21). On procède à l'évaporation sous vide de Mg et $MgCl_2$ résiduels en chauffant comme d'habitude par la surface latérale du réacteur et en maintenant la température entre 1000 et 1100°C.

Au bout de cette phase d'opération sous vide, on obtient une masse de 3990 kg de zirconium métallique, dit "éponge de zirconium" en raison de sa structure vacuolaire, ayant pour géométrie : hauteur près de la cheminée (6) 400 mm, hauteur près de la surface latérale intérieure (2) du réacteur (1) 600 mm, écartement par rapport à la cheminée (6) augmentant de 10 mm au niveau de la collerette (8) à 25 mm à la jonction de la surface latérale intérieure (24) et de sa surface supérieure (201). La réduction de volume due à l'opération d'évaporation, qui a causé une élimination du magnésium du pseudo-alliage (Zr, Mg) et d'une partie des impuretés, est particulièrement marquée le long de la cheminée (6) qui a ainsi, outre son rôle de moyen de soutirage du chlorure de Mg, un effet important sur le rendement de l'évaporation et de la purification. En partant d'une masse métallique (Zr,Mg) contenant 5 à 10 % en poids de $MgCl_2$, on obtient ici un gâteau d'éponge (23) contenant en moyenne moins de 100 ppm de chlore et dans la portion annulaire intérieure de ce gâteau d'éponge située à moins de 100 mm de la cheminée (6) des teneurs moyennes locales de moins de 50 ppm de Cl_2 . Sans cheminée et dans des conditions semblables d'évaporation, on obtient habituellement des teneurs moyennes globales de 100 à 150 ppm de Cl_2 et dans la portion annulaire intérieure définie comme précédemment des teneurs moyennes locales de 150 à 200 ppm de Cl_2 .

Pour des niveaux d'impuretés maximaux couramment admis, on peut aussi écourter le temps d'évaporation de 5 à 10 % grâce à l'emploi de la cheminée (6) de l'invention.

Après l'opération d'évaporation, on fait refroidir l'intérieur du réacteur et le gâteau d'éponge (23), en utilisant éventuellement un ou plusieurs remplissages de gaz neutre pour accélérer le refroidissement, et on met à la pression atmosphérique de préférence en-dessous de 150°C. Le couvercle supérieur du réacteur (1) étant enlevé, on soulève alors le lingot par le haut de la cheminée (6), au moyen d'une clavette (14) passant dans les ouvertures latérales (13) comprises entre l'extrémité ouverte (7) et le chapeau (12) de la cheminée (6) et de moyens de soulèvement connus. Ce mode d'extraction de la masse d'éponge de Zr (23) permet d'éviter, et cela d'autant plus facilement que la

cheminée (6) est centrale, des pollutions par frottement contre la surface intérieure du réacteur, et elle est beaucoup plus pratique que les modes d'extraction connus jusqu'ici et imposant soit l'ouverture du fond, soit le renversement du creuset.

Revendications

1. Procédé de fabrication de zirconium métal par réduction de tétrachlorure de Zr par du magnésium fondu dans un réacteur (1) comportant une sole (3), procédé dans lequel on sépare le chlorure de magnésium formé dans la réaction de réduction du Zr métal formé et du magnésium, puis dans lequel on soumet la masse métallique de Zr et Mg à une évaporation sous vide, puis dans lequel on refroidit puis on extrait le pain d'éponge de zirconium métal (23) obtenu, caractérisé en ce que on sépare le chlorure de magnésium formé par soutirage vers le fond du réacteur (1) au moyen d'une cheminée (6) dont la portion d'extrémité basse (5) est fixée à un orifice (4) de la sole (3) et dont l'extrémité ouverte haute transversale (7) est au-dessus de la portion de la masse métallique (Zr,Mg) bordant la cheminée (6) à la fin de la réaction de réduction.

2. Procédé selon la revendication 1, dans le cas où la portion d'extrémité basse (5) de la cheminée (6) est encastrée dans l'orifice (4) de la sole (3) et est reliée à la sole (3) par des moyens de fixation provisoires, caractérisé en ce que, après ou avant fin du refroidissement du pain d'éponge (23), on extrait ce pain d'éponge (23) en soulevant par dessous l'ensemble de la sole (3) et de la cheminée (6) entourée par le pain d'éponge (23).

3. Procédé selon la revendication 1, dans le cas où la portion d'extrémité basse (5) de la cheminée (6) est encastrée dans l'orifice (4) de la sole (3) et où cette cheminée (6) comporte au-dessus de son extrémité ouverte haute transversale (7) une pièce de soulèvement constituée par un chapeau (12) relié à ladite extrémité (7) par une liaison ajourée (11) ainsi que, au-dessus de sa portion d'extrémité basse (5), au moins un relief de soutien (8) du pain d'éponge (23), caractérisé en ce que on extrait le pain d'éponge (23) en soulevant par le haut l'ensemble du pain d'éponge (23) et de la cheminée (6), par le chapeau (12) de ladite cheminée (6).

4. Procédé selon la revendication 1, dans le cas où la portion d'extrémité basse (5) de la cheminée (6) est encastrée dans l'orifice (4) de la sole (3) et est reliée à la sole (3) par des moyens de fixation provisoires, et où la cheminée (6) comporte au-dessus de son extrémité ouverte haute transversale (7) une pièce de soulèvement constituée par un chapeau (12) relié à ladite extrémité (7) par une liaison ajourée (11), caractérisé en ce que on extrait le pain d'éponge (23) en soulevant par le haut

l'ensemble de la sole (3), du pain d'éponge (23) et de la cheminée (6), par le chapeau (6) de ladite cheminée (6).

5. Dispositif de fabrication de zirconium métal par réduction de tétrachlorure de Zr par du magnésium fondu, comportant un réacteur (1) comportant une sole (3), des moyens de sublimation du tétrachlorure de Zr et des moyens d'amenée (15) de ce tétrachlorure gazeux à l'intérieur du réacteur (1) des moyens de séparation du chlorure de magnésium formé dans la réaction de réduction du Zr métal formé et du magnésium, des moyens de chauffage et des moyens de mise sous vide, caractérisé en ce que les moyens de séparation du chlorure de magnésium comprennent une cheminée (6) dont la portion d'extrémité basse (5) est fixée à un orifice (4) de la sole (3) et dont l'extrémité ouverte haute transversale (7) est au-dessus de la portion de la masse métallique bordant la cheminée (6) à la fin de la réaction de réduction.

6. Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce que la portion d'extrémité basse (5) de la cheminée (6) est encastrée dans l'orifice (4) de la sole (3) et est reliée à la sole (3) par des moyens de fixation provisoires.

7. Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce que la cheminée (6) comporte au-dessus de son extrémité ouverte haute transversale (7) une pièce de soulèvement constituée par un chapeau (12) relié à ladite extrémité (7) par une portion de liaison ajourée (11).

8. Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce que la cheminée (6) comprend du bas vers le haut, une portion d'extrémité basse (5) encastrée dans l'orifice (4) de la sole (3), un ou des reliefs de soutien (8) du pain d'éponge (23), une partie cylindrique ou tronconique (9) comportant une extrémité ouverte, haute transversale (7) située au-dessus de la portion de masse métallique (Zr,Mg) bordant la cheminée (6) en fin de réaction de réduction et au-dessus une portion de liaison ajourée (11) surmontée d'un chapeau (12).

9. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que le ou les reliefs de soutien (8) du pain d'éponge (23) comprennent au moins un relief (8) s'appuyant sur la sole (3).

10. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que la portion de liaison (11) comprend au moins 2 pattes (110), ces pattes ayant chacune à tout niveau une section droite horizontale supérieure à 400 mm², et en ce que le chapeau (12) a une épaisseur supérieure ou égale à 10 mm.

11. Dispositif selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'extrémité haute transversale (7) de la cheminée (6) est 10 à 50 mm au-dessus de la portion de la masse métallique bordant la cheminée (6) à la fin de la réaction de réduction.

12. Dispositif selon la revendication 11, caractérisé en ce que l'extrémité ouverte haute transversale (7) de la cheminée est 25 à 40 mm

au-dessus de la portion de la masse métallique bordant la cheminée (6) à la fin de la réaction de réduction.

13. Dispositif selon la revendication 11, dans le cas d'un réacteur (1) de diamètre intérieur maximal compris entre 1000 et 2000 mm, caractérisé en ce que le diamètre intérieur de la cheminée (6) est compris entre 50 et 250 mm.

FIG.1

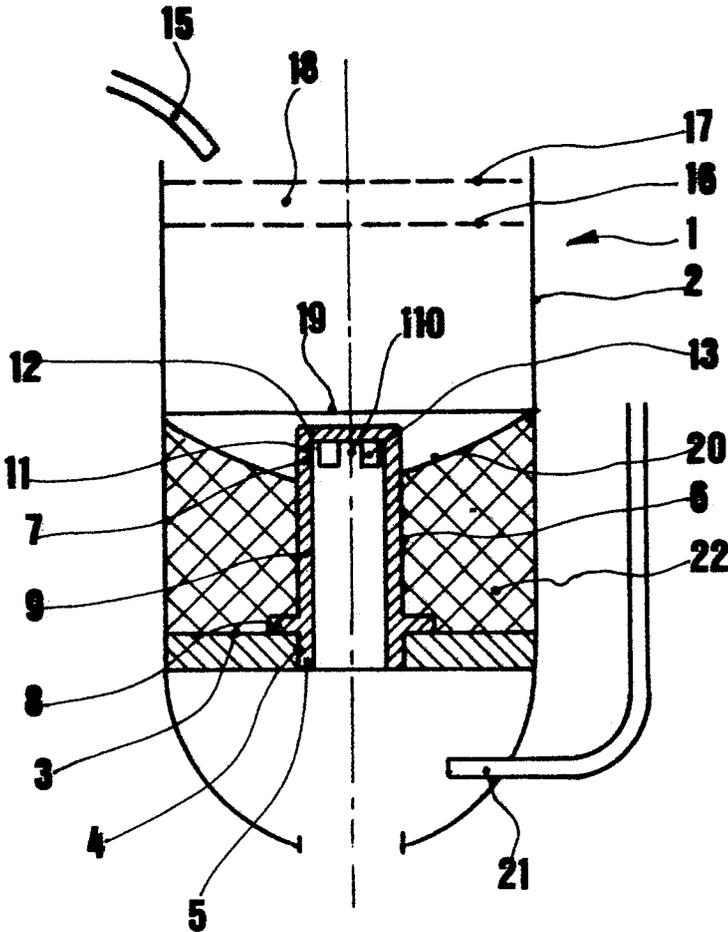


FIG.2

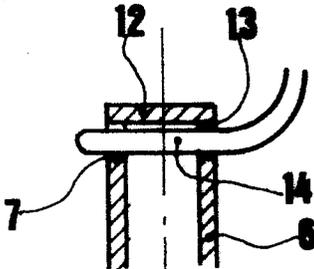


FIG.3

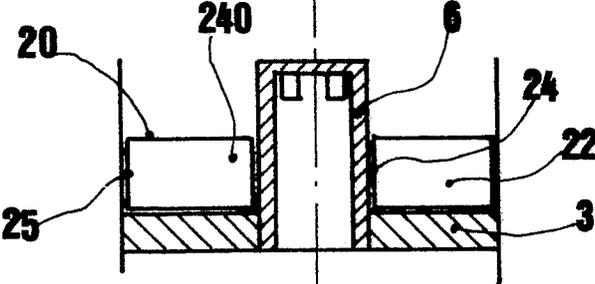
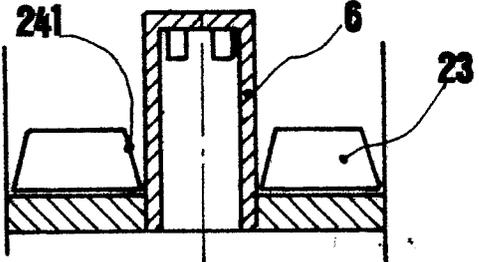


FIG.4





DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
A	US-A-2 825 642 (R.B. EATON) ----		C 22 B 34/14
A	US-A-3 966 460 (D.R. SPINK) ----		C 22 B 5/04
A	US-A-3 158 671 (M. SOCCI) ----		
A	FR-A-1 187 875 (FEMIPARI KUTATO INTEZET) ----		
A	FR-A-1 049 181 (SOCIETE ELECTRO-METALLURGIQUE DU PLANET) ----		
A,D	FR-A-2 126 061 (NIPPON MINING CO. LTD) -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCIES (Int. Cl.4)
			C 22 B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 26-11-1987	Examineur JACOBS J.J.E.G.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			