

URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

61132

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 40 a, 21/00

Zgłoszono: 17.VII.1964 (P 105 229)

Pierwszeństwo: 19.VII.1963 Francja

MKP C 22 b, 21/00

Opublikowano: 20.X.1970

UKD 669.713

Twórca wynalazku: Jacques Merles

Właściciel patentu: Pechiney Compagnie de Produits Chimiques et Electrometallurgiques. Paryż (Francja)

Sposób wytwarzania czystego aluminium oraz urządzenie
do stosowania tego sposobu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania czystego aluminium przez rozpuszczanie zanieczyszczonego aluminium lub stopów aluminium w gorącej rtęci bez dostępu powietrza, usunięcie nierozpuszczalnych zanieczyszczeń, następnie oddzielenie otrzymanych przez ochłodzenie roztworu kryształów amalgamatu i uzyskanie czystego aluminium jako pozostałości termicznej obróbki tych kryształów z oddzieleniem zawartej w nich rtęci w postaci pary oraz urządzenie do stosowania tego sposobu.

Znany jest sposób oczyszczania zanieczyszczonego aluminium, w którym zanieczyszczone aluminium w stanie rozdrobnionym, na przykład odpadki aluminium, rozpuszcza się w gorącej rtęci w stanie ciekłym, dekantuje się pozostałe w stanie nierozpuszczonym zanieczyszczenia i destyluje się tak otrzymany roztwór aluminium i rtęci pod ciśnieniem atmosferycznym w atmosferze obojętnej lub w próżni.

W innych sposobach, rozpuszczanie aluminium w rtęci przeprowadza się przy ciśnieniu znacznie wyższym od ciśnienia atmosferycznego i w temperaturze, która znacznie przekracza temperaturę wrzenia rtęci przy ciśnieniu atmosferycznym. Z roztworu otrzymanego po oddzieleniu nierozpuszczalnych zanieczyszczeń można wtedy wydzielić aluminium przez ochłodzenie i krystalizację lub przez oddestylowanie rozpuszczonej rtęci, należy jednak dać pierwszeństwo procesowi ochładzania ze wzglę-

2

du na związane z nim dalsze oczyszczanie i lepszą wydajność.

Przeprowadzenie wymienionego procesu ekstrakcji przy zastosowaniu wysokiego ciśnienia wiąże się z dużymi trudnościami technologicznymi. Stal użyta do wykonania aparatury musi być odporna jednocześnie na wysoką temperaturę, wysokie ciśnienie i korozyjne działanie amalgamatu aluminium. Grubości stalowych ścianek muszą być dlatego duże, a to zmniejsza wymianę ciepła. W tych urządzeniach ciśnienia, wysokości poziomów i temperatury muszą być regulowane w sposób jak najbardziej dokładny i kompleksowy. Największą wadą tych sposobów jest jednak ryzyko niedostatecznego uszczelnienia i zatrucia parami rtęci. Dlatego należy zwrócić szczególną uwagę na znaczne trudności, które występują przy wykonaniu w pełni szczelnych połączeń, a w szczególności przy uszczelnieniu przechodzących przez ścianki aparatury obracających się wałów, gdy w aparaturze tej znajduje się rtęć pod wysokim ciśnieniem i o wysokiej temperaturze. Szczelność zaworów do wprowadzenia i wyladowania substancji stałych, do względnie z obiegu jest wielkim problemem w każdym z tych sposobów.

Dalszą znaczną trudnością tych sposobów jest stworzenie zamkniętej przestrzeni o jednolitej wysokiej temperaturze i ciśnieniu dla rozpuszczenia aluminium i oddzielenia zanieczyszczeń, w której to przestrzeni musi panować stale równomierna i

stała temperatura. Gorące i zimne miejsca w tej przestrzeni powodują, że występują odparowania i kondensacje, zakłócające funkcjonowanie aparatury. Innym zagadnieniem jest dokładne odcięcie dopływu tlenu do atmosfery znajdującej się ponad gorącym roztworem aluminium w rtęci.

Znane jest stosowanie temperatury od 300 do 350° do rozpuszczenia aluminium, które powoduje że zanieczyszczenia, zwłaszcza miedź, rozpuszczają się przy tej temperaturze w rtęci w znacznie mniejszej ilości niż przy temperaturze wyższej. Gdy dla rozpuszczenia surowego aluminium zastosuje się temperaturę około 450° C, można uniknąć rozpuszczenia większej części miedzi i cynku.

Rozpuszczenie zanieczyszczonego aluminium w formie wiórów i obcinków lub w innej podzielonej stałej postaci w rtęci przy temperaturze w pobliżu temperatury wrzenia przy ciśnieniu normalnym uważa się jako bardzo powolne i praktycznie nie do przeprowadzenia.

Zaproponowano różne sposoby, aby zanieczyszczone stałe aluminium uczynić łatwo rozpuszczalnym w rtęci, na przykład uprzednie doprowadzenie do zetknięcia roztopionego stopu aluminium z rtęcią lub potraktowanie zanieczyszczonego aluminium solami metali bądź innymi aktywnymi odczynnikami, które niszczą utlenioną warstwę aluminium w temperaturze około 360° C.

Przeprowadzone badania wykazały, że zanieczyszczone aluminium w stanie stałym można rozpuścić w rtęci bez jakiegokolwiek wstępnej obróbki w prosty sposób i przy dobrym wykorzystaniu energii i że można otrzymać oczyszczone aluminium przy zachowaniu dobrych warunków równomierności oczyszczenia i bezpieczeństwa, jak to będzie objaśnione dalej.

Zgodnie z wynalazkiem sposób wytwarzania czystego aluminium przez rozpuszczenie zanieczyszczonych stopów aluminium w gorącej rtęci bez dostępu powietrza, usunięcie nierozpuszczalnych zanieczyszczeń, następne oddzielenie otrzymanych przez ochłodzenie roztworu kryształów amalgamatu i uzyskanie czystego aluminium jako pozostałości termicznej obróbki tych kryształów z oddzieleniem zawartej w nich rtęci w postaci pary polega na tym, że etapy rozpuszczenia, oddzielenia zanieczyszczeń i wytrącenia kryształów amalgamatu przeprowadza się w sposób ciągły w tym samym obiegu, to znaczy w obiegu głównym, przy czym rozpuszczenie przez zraszanie zanieczyszczonego aluminium lub stopu aluminium w stanie stałym ciekłą rtęcią przeprowadza się w temperaturze od 300 do 420° C, przeważnie między 340 a 380° C, a zanieczyszczone aluminium lub stop aluminium jest suchy i rozdrobniony bez jakiegokolwiek obróbki wstępnej oraz na tym, że zebrana ciekła rtęć po zroszeniu zanieczyszczonego aluminium jest doprowadzona z powrotem na nieczyste aluminium w ten sposób, że przepływa w stanie ciekłym kilkakrotnie w obiegach wtórnych, dostosowanych do tego procesu rozpuszczania, zanim zostanie poddana procesom usunięcia zanieczyszczeń i oddzielenia oczyszczonego aluminium.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 jest zestawem aparatury do przeprowadzenia sposo-

bu według wynalazku, fig. 2 jest formą wykonania urządzenia do rozpuszczania aluminium w rtęci, fig. 3 jest obiegiem do ogrzewania rtęci i jego połączeniem z obiegiem rtęci do rozpuszczania, fig. 4 jest urządzeniem do destylacji oczyszczonego amalgamatu aluminium. Te same odnośniki liczbowe na wszystkich rysunkach oznaczają to samo.

Na fig. 1 i 2 są przedstawione ruszt kratowy 1, na którym spoczywa przeznaczone do rozpuszczania zanieczyszczone aluminium, otwory lub dysze 2, z których wychodzą strumienie rtęci służącej jako rozpuszczalnik, rtęciowa pompa próżniowa 3 dla urządzenia do rozpuszczania, zbiornik rtęci 4 na spodzie kolumny do rozpuszczania, przelew zbiornika 5, przewód obiegowy 6 dla ciekłej rtęci służącej jako rozpuszczalnik rtęci, część 7 obiegu, w której ogrzewana jest rtęć przewidziana do rozpuszczania, ujście 8 obiegu do kolumny do rozpuszczania, komora słuzowa 9 dla przerywanego doprowadzania zanieczyszczonego aluminium, zawór wlotowy 10 i zawór wylotowy 11 komory słuzowej, wlot 12 i wylot 13 azotu służącego do wypierania powietrza w komorze słuzowej, obieg 14 pary rtęci, służącej do rozgrzewania urządzenia, ślimak 30 do wyładowania zanieczyszczeń, komora słuzowa 31 do przyjęcia zanieczyszczeń, górny zawór 32 i dolny zawór 33 tej komory, wlot 34 i wylot 35 azotu do czyszczenia, tygiel grafitowy 39 w którym gromadzi się zanieczyszczenia, przelew 36 dla odpływu roztworu uwolnionego od zanieczyszczeń, wziernik 37, przewód rurowy 38 będący w połączeniu z atmosferą azotu, ślimak 40 do wyładowania amalgamatu wykrystalizowanego przez ochłodzenie, podwójny płaszcz 47 dla chłodzenia wodą oczyszczonego roztworu, komora słuzowa 41 do przyjęcia skrytalizowanego amalgamatu aluminium, górny zawór 42 i dolny zawór 43 tej komory, wlot 44 i wylot 45 azotu do przedmuchania tejże komory, tygiel grafitowy 46, w którym gromadzi się skrytalizowany amalgamat.

Na fig. 2 są przedstawione: wysokość 15 strefy, w której zanieczyszczone aluminium opłukuje się strumieniami rtęci służącej jako rozpuszczalnik, wysokość 16 warstwy zanieczyszczonego aluminium w kolumnie 25, uszczelnienie cieczowe 17 rtęcią wału między pompą 3 a silnikiem napędowym 18; i przepływomierze 23 i 24.

Na fig. 2 nie pokazano podwójnego płaszcza aparatury do rozpuszczania.

Na fig. 3 jest przedstawiony obieg 6 ciekłej rtęci, która służy jako rozpuszczalnik. Nad ciekłą rtęcią jest atmosfera azotu, z którą rtęć jest połączona przewodem rurowym 38. Ponadto są przedstawione kocioł grzejny 50 ogrzewany na przykład za pomocą palnika rurowego 51, w którym znajduje się wrząca rtęć, zasilająca obieg pary rtęci przeznaczony do ogrzewania urządzenia, chłodnice 52 i 53, które zapobiegają mieszanii par rtęci w obiegach 6 i 14 i poza tym zapobiegają wniknięciu par do napełnionego azotem o żądanym ciśnieniu gazomierza 56, punkt 55 połączenia obiegów 6 i 14, syfon 54 napełniony rtęcią, który powoduje, że para rtęci przebiega obiegiem 14 w kierunku strzałki, termoelement 57, który umożliwia zmniejszenie wydajności ogrzewania kotła grzejnego, gdy powrotny dopływ z kondensatora 53 jest za duży.

Na fig. 4 są przedstawione: przesuwany piec elektryczny 60, oporniki 61 tego pieca, pokrywa zamykająca 62 zbiornika destylacyjnego, uszczelnienie pokrywy 63, przewód rurowy 64 dla argonu, przechodzący przez pokrywę, tłok nurnikowy 65 z grafitu, masa 66 ciekłego aluminium zawarta w tyglu grafitowym 46, w której wznoszą się pęcherze gazu 67 doprowadzonego przewodem 64, chłodnica 70 par rtęci, zbiornik 71 rtęci, wysokość 72 wzniesienia zimnego słupa rtęci, gdy aparatura jest pod ciśnieniem, odgałęzienie 73 do pompy próżniowej i wylot 74 argonu. Na figurze nie podano izolacji cieplnych.

Zanieczyszczzone aluminium znajduje się w pionowej kolumnie i w jej dolnej części zostaje zatrzymane za pomocą jakiegokolwiek znanego środka, przeważnie za pomocą rusztu kratowego 1. Zraszająca rtęć spływa siłą ciężkości do zbiornika 4 poniżej tej kolumny i stąd jest doprowadzana z powrotem do kolumny pompą 3. Natężenie przepływu Q zraszającej rtęci mierzy się za pomocą przepływomierza 23. Ta rtęć przepływa w praktyce kilkakrotnie oznaczonym na fig. 2 strzałkami obiegiem 1, 4, 3, 23, zanim ujdzie do obiegu głównego, który zawiera opisane wyżej w ogólnym objaśnieniu wynalazku, następujące po sobie stopnie: rozpuszczanie, oddzielenie zanieczyszczeń (30 na fig. 1) i oddzielenie kryształów amalgamatu (40 na fig. 1), otrzymanych przez ochłodzenie (47 na fig. 1) tak oczyszczonego roztworu.

Według innej formy wykonania wynalazku (fig. 2) zraszająca rtęć, która przedtem za pomocą jakiegokolwiek znanego środka została uwolniona od rozpuszczonych zanieczyszczeń, które może zawierać, doprowadza się w formie strumienia do dolnej części masy 25 zanieczyszczonego aluminium, wychodzących z otworów 2 umieszczonych w dolnej części kolumny do rozpuszczania, przy czym wysokość ładunku 16 zanieczyszczonego aluminium powinna być co najmniej równa wysokości 15 tej strefy zraszania.

Ze zbiornika 4 przez przelew 5 wypływa roztwór zanieczyszczonego aluminium w rtęci. Natężenie przepływu q tego roztworu jest równe natężeniu przepływu świeżej rtęci, mierzonemu za pomocą przepływomierza 24 i dochodzącemu w 8 do kolumny do rozpuszczania.

Według wynalazku stosunek $Q : q$ między natężeniem przepływu w obiegu wtórnym do zraszania a natężeniem przepływu w obiegu głównym wybrano na ogół między 3 a 50, w zależności od temperatury rozpuszczania, stopnia rozkładu zanieczyszczonego aluminium i prędkości strumienia wychodzących z otworów 2. Przeważnie stosunek ten leży między 10 a 25, gdy przy temperaturze 360°C pracuje się z zanieczyszczonym aluminium w formie wiórow.

Według wynalazku stosunek zawartości w roztworze, aluminium do rtęci można przez dobranie wartości tego stosunku $Q : q$ dowolnie zmienić. Osiąga się łatwo zawartość, która leży w pobliżu nasycenia, gdy wybierze się stosunek o dostatecznie dużej wartości, można też w ten sam sposób osiągnąć dokładnie i w sposób powtarzalny zawar-

tość poniżej nasycenia, gdy zmniejszy się omawiany stosunek.

Nieoczekiwanie okazało się, że istnieje możliwość wprowadzenia aluminium w stanie stałym bez jakiegokolwiek obróbki wstępnej do roztworu z rtęcią. Ponadto okazało się, że takie rozpuszczanie prowadzi szybko do nasycenia i że przeto możliwe jest osiągnięcie w prosty sposób, ekonomicznie i praktycznie bez ryzyka, stosunkowo znacznych ilości przepływu praktycznie nasyconego roztworu aluminium w rtęci bez jakiegokolwiek regulacji przepływu aluminium.

W nowym sposobie usunięto w praktyce obecność nierozpuszczonego aluminium w roztworze przy wyjściu z kolumny do rozpuszczania, nawet w przypadku roztworu nasyconego, co jest bardzo korzystne. W stosowanych dotychczas sposobach trzeba było zadowolić się procentem roztworu części aluminium leżącym poniżej punktu nasycenia przy stosowanej temperaturze.

Według wynalazku rtęć jako rozpuszczalnik płynnie przeważnie dzięki grawitacji z aparatury do rozpuszczania do aparatury do oddzielenia zanieczyszczeń i w ten sam sposób z aparatury do oddzielania zanieczyszczeń do aparatury do krystalizacji, przez co można oczywiście uniknąć jakiegokolwiek automatycznej regulacji wysokości poziomu rozpuszczalnika w postaci rtęci. Układ mocnej i mało podatnej na uszkodzenia aparatury ma szczególnie znaczenie właśnie dla sposobu oczyszczania aluminium za pomocą rtęci.

Według szczególnej formy wykonania wynalazku wybiera się temperaturę rozpuszczania między około 340 a 360°C przy ciśnieniu, które odpowiada mniej więcej ciśnieniu atmosferycznemu.

Według dalszej korzystnej formy wynalazku doprowadzone zanieczyszczone aluminium ma zawartość wagową aluminium co najmniej 99% , a otrzymane oczyszczone aluminium zawartość wagową ponad $99,99\%$ (aluminium o najwyższym stopniu czystości).

Jest korzystne według wynalazku użyć jako pompy do powrotnego doprowadzenia rtęci do kolumny do rozpuszczania, pompę nurnikową 3 z pionowym wałem (patrz fig. 2), przy czym przeprowadzenie wału pompy przez ściankę aparatury do rozpuszczania dokonuje się nie wewnątrz ciekłej rtęci, lecz w atmosferze ponad nią.

Możliwość takiego przeprowadzenia wału pompy przez ściankę polega na uszczelnieniu cieczowym rtęcią 17. Można jednak użyć dla tego wału każdego innego uszczelnienia, jak panewka z materiału z uszczelką bawełnianą lub z olejowym uszczelnieniem mechanicznym itd.

Według specjalnej formy wykonania wynalazku można zastosować do wprowadzenia zanieczyszczonego stałego aluminium do aparatury do rozpuszczania śluzę 9. Jako zaworów do tej śluzy można użyć znanych zaworów, ukształtowanych z elastycznej odkształcalnej tulei gumowej. Zawór zamyka się przez działanie ciśnienia (np. powietrzem sprężonym) na zewnętrzną stronę tulei, którą spłaszcza się pod wpływem ciśnienia. Ten zawór zapewnia hermetyczne zamknięcie, nawet gdyby małe kawałki aluminium miały zawisnąć pomiędzy powierzch-

niami ścianek tulei. Zastosowanie opisanych wyżej zaworów do oczyszczania aluminium przez rtęć stanowi postępek techniczny w tej dziedzinie.

Tę służę przepłukuje się obojętnym gazem, jak azotem, argonem itd., jak to widać na fig. 1, 12 i 13; można także wytworzyć w służie próżnię; według wynalazku można prawie całkowicie usunąć tlen, tak że na przykład w służie pozostaje tlenu mniej niż 0,5 części milionowej.

Dzięki niniejszemu wynalazkowi można dlatego uniknąć opisanych na wstępie trudności, że mimo dokonywanego w odstępach doprowadzania surowego aluminium do obiegu nad roztworem aluminium w rtęci panuje atmosfera wolna od tlenu.

Według szczególnej formy przeprowadzenia nowego sposobu można zapewnić osiągnięcie i utrzymanie określonej temperatury rtęci jako rozpuszczalnika za pomocą środowiska przenoszącego ciepło, jak np. ciecz organiczna, metal lub stop w stanie ciekłym, a przeważnie rtęć, cyrkulującego w podwójnym płaszczu ogrzewanej aparatury.

Według wynalazku jest dogodnie, aby obieg użytej jako rozpuszczalnik rtęci i obieg, w którym krąży rtęć służąca do ogrzewania, utrzymywać w rzeczywistości pod tym samym ciśnieniem co gaz obojętny i bez dostępu powietrza.

Jest korzystne, aby rtęć do ogrzewania stosować w postaci pary nasyconej.

Jest wygodne zainstalowanie w przewodzie odgrywającym każdego obiegu, chłodnicy zwrotnej i w ten sposób stworzenie między obydwoma obiegami chronionego przez te chłodnice połączenia zabezpieczającego przed wejściem par rtęci, połączonego ze wspólną atmosferą gazu obojętnego, jak to przedstawiono na fig. 3; gazomierz 56 można zastąpić każdą inną aparaturą, która zapewnia stałe ciśnienie gazu obojętnego.

Nowe zastosowanie znanej możliwości ogrzewania za pomocą środka przenoszącego ciepło przy oczyszczaniu aluminium przez rtęć umożliwiło osiągnięcie we wszystkich miejscach ogrzewanej przestrzeni nadzwyczaj jednolitej temperatury, która pozostaje stała podczas całego koniecznego czasu.

Jest bardzo trudne, a nawet niemożliwe, otrzymanie takiej jednolitej i stałej temperatury przez ogrzewanie bezpośrednio, szczególnie w przestrzeniach o stosunkowo dużych wymiarach i skomplikowanych kształtach, wyjąwszy zastosowanie ogrzewania elektrycznego z regulacją kompleksową.

Użycie środka przenoszącego ciepło pozwoliło na zastosowanie do wytwarzania ciepła spalania gazu ziemnego, oleju opałowego itd. Te paliwa są na ogół źródłami ciepła, które są bardziej ekonomiczne i wykazują wydajność cieplną (mogącą przekroczyć 70%) lepszą niż elektryczność, która w większej części wytwarzana jest w elektrowni cieplnej (z wydajnością około 35%).

Ogrzewanie za pomocą cyrkulacji rtęci, która znajduje się pod tym samym ciśnieniem co rtęć rozpuszczająca i jest w stanie pary nasyconej, stanowi szczególnie prosty i skuteczny środek do osiągnięcia i utrzymania temperatury rtęci rozpuszczającej. Przez zastosowanie pary nasyconej jest w szczególności możliwe zmniejszenie powierzchni dla wymiany ciepła i regulowanie temperatury ze szczególną dokładnością.

Zastosowanie termoelementu 57 (patrz objaśnienia do fig. 3 powyżej) umożliwia ograniczenie zużycia ciepła do ściśle akurat potrzebnych ilości.

Można według wynalazku za pomocą obiegu rtęci ogrzewającej doprowadzić rtęć rozpuszczającą do temperatury potrzebnej do rozpuszczania, zanim dojdzie ona do kolumny do rozpuszczania.

Według wynalazku można dekantować lub zgarniać pozostałe podczas rozpuszczania aluminium w rtęci nierozpuszczalne zanieczyszczenia i przy tym utrzymywać za pomocą środka przenoszącego ciepło stałą temperaturę roztworu aluminium w rtęci, która poddana jest oddzieleniu zanieczyszczenia. Można przeprowadzić oddzielenie zanieczyszczeń w tej samej temperaturze co rozpuszczanie i zastosować do utrzymania temperatury podczas oddzielenia ten sam obieg grzejny rtęci co i do rozpuszczania. Zanieczyszczenia mogą być według wynalazku usunięte z roztworu aluminium w rtęci za pomocą jednej lub kilku śrub Archimedes'a, nachylonych nieco względem poziomu; nachylenie może wynosić 4 do 40°, a przeważnie około 10 do 15°. Przeważnie śruby te obracają się z bardzo małą prędkością kątową, praktycznie 0,1 do 1 obrotu na minutę; jest korzystne, że przestrzeń do oddzielania zanieczyszczeń (w której wnętrzu obracają się jedna lub kilka śrub) ma na ogół średnicę, która jest niewiele większa niż średnica śrub, tak, że ta śruba lub te śruby pokrywają praktycznie całą wolną powierzchnię do oddzielania pływających zanieczyszczeń.

Śruby te mogą mieć na swym obwodzie wycięcia, które ułatwiają ściekanie cieczy.

Można zastosować dwie, praktycznie jednakowe śruby z przeciwnie nachylonym skokiem gwintu i z równoległymi osiami, które to śruby ząbując się obracają się w przeciwnym kierunku tak, że zanieczyszczenia oddzielają się w sposób ciągły od powierzchni śrub.

Można także oddzielić nierozpuszczalne zanieczyszczenia z roztworu aluminium w rtęci drogą filtracji, przy czym filtracja odbywa się przeważnie po dekantowaniu.

Zanieczyszczenia odprowadza się przeważnie do tygla 39, który znajduje się w komorze służowej 31 wyposażonej w urządzenie do opłukiwania gazem obojętnym lub ewentualnie do wytworzenia próżni. Zawory tej komory służowej mogą być na przykład zaworami z tuleją gumową, wyżej opisanymi. Może być wygodne zastosowanie jako dolnego zaworu uszczelnienia cieczowego rtęcią.

Według dalszej formy wykonania wynalazku, uwolniony od zanieczyszczeń roztwór ochładza się dzięki przepływowi środka cyrkulującego w podwójnym płaszczu 47 aparatury do krystalizacji.

Według wynalazku można uwolniony od zanieczyszczeń roztwór ochłodzić do normalnej temperatury pokojowej bądź do około 100°C bądź też do innej wyższej temperatury; jednakże temperatura ochłodzenia nie powinna przekraczać na ogół 160°C.

Jako ciecz chłodzącą można na przykład zastosować zimną wodę, gdy chce się ochłodzić do zwykłej temperatury bądź wrzącą wodę do ochłodzenia do temperatury około 100°C, bądź wrzący chlorobenzen, gdy chce się ochłodzić do około 132°C, bądź też bromobenzen dla 155°C itd.

Specyficzne zapotrzebowanie energii na kilogram oczyszczonego aluminium jest przy nowym sposobie małe, co będzie dalej przedstawione.

Nasycony roztwór aluminium w rtęci zawiera wagowo 0,78% aluminium przy temperaturze 400°C, 0,95% przy temperaturze 360°C, 0,94% przy temperaturze 150°C i nie zawiera praktycznie aluminium w temperaturze zwykłej. Z przeprowadzonego obliczenia wynika, że przy wydajności ogrzewania rtęci 70% — a więc wydajności, którą jak wyżej przedstawiono, można łatwo osiągnąć — maledziej ciepła (ilość ciepła obliczono wychodząc z węgla, gazu lub innego paliwa o znacznie niższych kosztach niż elektryczność) przy pracy w temperaturze od 260 do 300°C odpowiada mniej więcej nakładowi 5,3 kWh na kilogram oczyszczonego aluminium i mniej więcej nakładowi 2 kWh na kilogram przy pracy w temperaturze od 400 do 450°C dla aluminium o czystości 99% jako materiału wyjściowego. Do tego zużycia energii, odnoszącego się do rozpuszczania, należy jeszcze dodać energię potrzebną do czyszczenia amalgamatu przez destylację, która w każdym przypadku odpowiada równowartości około 2,5 do 3 kWh na kilogram. Te liczby wyraźnie pokazują ekonomiczną korzyść tego nowego sposobu, gdy porówna się je ze specyficznymi liczbami zużycia energii innych sposobów; zużycie energii wynosi, np. 18 kWh na kilogram 99,995%-owego aluminium przy sposobie elektrolitycznym, wychodząc z 99,5%-owego aluminium (kilowatogodziny są oszacowane dla energii wysokiego napięcia).

Należy podkreślić, że przy odchyleniu od zakresu temperatury wymienionego w wynalazku przy temperaturze powyżej 420°C i odpowiednim ciśnieniu występują trudności, które nie pozwalają zrealizować sposobu.

Według wynalazku do wyladowania wytrąconych przez ochłodzenie oczyszczonych kryształów amalgamatu używa się śruby Archimedes 40 (fig. 1), która co do swych istotnych właściwości odpowiada opisanej wyżej śrubie Archimedes do wyladowania zanieczyszczeń.

Stwierdzono, że osiągnięty przy tym prosty odływ względnie ociekanie rtęci z pływających na powierzchni oczyszczonych kryształów amalgamatu — co polepsza się przez wykonanie wycięć na zewnętrznej krawędzi śruby Archimedes — wystarczy, aby powiększyć zawartość wagową aluminium w omawianych kryształach z 5 na 15%, co było nie do przewidzenia.

Oczyszczone kryształy amalgamatu gromadzą się przeważnie w tyglu 46, umieszczonym w słuzie 41. Słuz 4 i tygiel odpowiadają co do ich istotnych właściwości tej słuzie i temu tyglowi, które były wyżej opisane dla odzyskania zanieczyszczeń.

Wzierniki 37 (fig. 1) umożliwiają kontrolę różnych faz wytwarzania; wobec tego, że ciśnienie wewnętrzne nieznacznie przekracza ciśnienie atmosferyczne, nie istnieje niebezpieczeństwo przy obserwacji.

Według wynalazku tygiel zawierający zanieczyszczenia lub tygiel zawierający oczyszczony amalgamat wyjmuje się ze słuz, wsadza się do pieca i destyluje się jego zawartość bez dostępu tlenu; przez to odzyskuje się rtęć zawartą w zanieczysz-

czeniach lub znajdującą się w oczyszczonym amalgamacie.

Aparatura destylacyjna może być zamknięta szczelnieniem 33 (fig. 4.)

Dla usunięcia śladów rtęci, które pozostały w aluminium, podczas gdy główna część rtęci została odzyskana, można aluminium w stanie stopionym poddać działaniu próżni. To ostatnie działanie można zastąpić lub uzupełnić opłukaniem za pomocą odpowiedniego gazu; jednakże stwierdzono, że bardziej skuteczne działanie dla oddzielenia ostatnich śladów rtęci polega na tym, iż wdmuchuje się odpowiedni gaz do ciekłego aluminium, do na przykład można przeprowadzić w urządzeniu, jak pokazano na fig. 4, lub w każdym innym urządzeniu do wdmuchiwania gazów. Jako gazów do wdmuchiwania można użyć argonu lub azotu, bądź mieszanki azotu z chlorem, bądź też samego chloru itd.

Opisane wyżej przedmuchiwanie pozwala na szybkie oddzielenie ostatnich śladów rtęci za pomocą stosunkowo małej ilości kierującego gazu; ze względu na niewielkie natężenie przepływu tego gazu nie jest potrzebne powrotne wprowadzanie go do obiegu, co upraszcza jego traktowanie dla oddzielenia rtęci na wyjściu z aparatury; to traktowanie może polegać na prostym nyciu gazu rozpyloną wodą, zanim ujdzie on do atmosfery.

Środek do usunięcia resztek rtęci przez wdmuchiwanie odpowiedniego gazu można w taki sam sposób zastosować do przemysłowych stopów aluminium zawierających rtęć, gdy chce się obniżyć lub sprowadzić do zera zawartość rtęci.

Opisane wyżej środki do usunięcia rtęci z aluminium umożliwiły w sposób regularny obniżenie zawartości rtęci do wartości, która nie przekracza 0,2 części milionowej.

Następujące, nie ograniczające wynalazku przykłady mają na celu dokładniejsze objaśnienie sposobu według wynalazku.

Przykład 1. 2,5 kg rtęci na sekundę, przepływającej zamkniętym obiegiem 6 (fig. 1), podgrzewa się pod ciśnieniem atmosferycznym w wymienniku ciepła 7 od temperatury 20 do 360°C, przy czym środkami przewodzącymi ciepło, przepływającym obiegiem 14 jest para rtęci pod ciśnieniem atmosferycznym, i przeprowadza się z urządzenia do rozpuszczenia aluminium pod wpływem własnego ciężaru do zbiornika 4, zawierającego prawie nasycony roztwór aluminium i rtęci pod ciśnieniem atmosferycznym przy temperaturze 360°C (0,95%).

Znajdująca się w zbiorniku 4 rtęć jest odprowadzana w sposób ciągły wtórnym obiegiem 4, 3, 13, 1 i wpływa z natężeniem przepływu 50 kg/s na wtory aluminiowe o zawartości 99,4 procentów wagowych aluminium.

Naczynie do rozpuszczania jest zaopatrzone w podwójny płaszcz, w którym cyrkuluje ten sam środek przenoszący ciepło, co w wymienniku ciepła. Wąż pompy 3 (fig. 2) przechodzi przez ścianę działową aparatury do rozpuszczania przy zastosowaniu uszczelnienia cieczowego rtęcią.

Obieg 6 rtęci rozpuszczającej i obieg 14 nasyconej pary rtęci (służący do ogrzewania obiegu 6) są połączone ze sobą według fig. 3 i pracują w atmosferze azotu o ciśnieniu atmosferycznym. Z prze-

lewu 5 odpływa prawie nasycony roztwór aluminium w rtęci z natężeniem przepływu 2,5 kg/s. Ten roztwór niesie ze sobą nierozpuszczalne zanieczyszczenia aluminium jak też nieliczne małe, zebrane poprzez ruszt kratowy 1 cząstki aluminium, które pływają na jego powierzchni; roztwór wpływa do urządzenia dekantującego, które jest także zaopatrzone w podwójny płaszcz, połączony bezpośrednio z takimże płaszczem naczynia do rozpuszczania. Urządzenie dekantujące jest zaopatrzone w syfon, przez który odpływa uwolniony od zanieczyszczeń nasycony roztwór aluminium w rtęci. Nieczystości usuwa się za pomocą śruby Archimedes'a 30, nachylonej pod kątem 10° do poziomu. Ta śruba o średnicy 200 mm obraca się z prędkością 0,2 obr/min w na ogół cylindrycznej komorze o średnicy wewnętrznej 202 mm. Zanieczyszczenia gromadzą się w tyglu 39, umieszczonym w słuzie 31, i destylują się je okresowo dla odzyskania rtęci.

Prawie nasycony roztwór wpływa przez przelew 36 do aparatury do krystalizacji, zaopatrzonej w podwójny płaszcz 47 dla wody chłodzącej i w której amalgamat aluminium wykrystalizowuje. Dwie nachylone śruby 40 zgarniają całą powierzchnię i transportują amalgamat z zawartością 15% aluminium i 85% rtęci do tygla grafitowego 46, w którym amalgamat się gromadzi. Wzierniki 37 umożliwiają obserwację różnych faz procesu. W ten sposób otrzymuje się 200 kg tego amalgamatu na godzinę. Tygiel wyjmuje się okresowo. Dolne zamknięcie tej słuzi stanowi uszczelnienie cieczowe rtęcią, umożliwiające łatwe wyjęcie tygla; zawartość tygla poddaje się w osobnym piecu według fig. 4, destylacji. Gdy oddestylowanie rtęci przy ciśnieniu atmosferycznym w atmosferze gazu obojętnego jest praktycznie zakończone, w aluminium pozostaje około 500 części milionowych rtęci. W końcu wdmuchuje się za pomocą rury grafitowej, której koniec jest porowaty, argon w ilości 1 l/min w ciekłe aluminium, które jest w tyglu. Produkcja pieca wynosi 30 kg oczyszczonego aluminium na godzinę o zawartości 99,993%.

Przykład II. Obiegi 6 rtęci rozpuszczającej i 14 nasyconej pary rtęci do ogrzewania pracują pod nadciśnieniem 1 kg/cm² azotu względem ciśnienia atmosferycznego (fig. 3). Aparatura jest dokładnie taka sama jak w przykładzie I; wyeliminowane są jednak wzierniki 37 (fig. 1); uszczelnienie cieczowe rtęcią 17 (fig. 2) pompy 3 i uszczelnienia rtęcią 33 i 43 służy (fig. 1) są dopasowane do pracy przy ciśnieniu 76 cm nadciśnienia słupa rtęci. Natężenia przepływu w obiegu 6 rtęci rozpuszczającej i natężenie we wtórnym obiegu 3, 23, 1, 5 (fig. 2) są takie same jak w przykładzie I.

Przez podwójny płaszcz 47 (fig. 1) aparatury do krystalizacji przepływa wrzący bromobenzen (temperatura 155°C). Oczyszczone aluminium ma tę samą zawartość co w przykładzie I, jeśli wychodzi się również z aluminium o czystości 99,4% jako materiału wyjściowego. Jednakże produkcja na godzinę w stosunku do przykładu I jest dwukrotnie większa dla tej samej krystalizacji, a zapotrzebowanie energii na kilogram oczyszczonego aluminium wynosi nie więcej niż około 40% zapotrzebowania według przykładu I, co zostało wyżej objaśnione.

1. Sposób wytwarzania czystego aluminium przez rozpuszczanie zanieczyszczonego aluminium lub stopów aluminium w gorącej rtęci bez dostępu powietrza, usunięcie nierozpuszczalnych zanieczyszczeń, następne oddzielenie otrzymanych przez ochłodzenie roztworu kryształów amalgamatu i uzyskanie czystego aluminium jako pozostałości termicznej obróbki tych kryształów z oddzieleniem zawartej w nich rtęci w postaci pary, **znamienny tym**, że etapy rozpuszczania, oddzielenia zanieczyszczeń i wytrącenia kryształów amalgamatu przeprowadza się w sposób ciągły w tym samym obiegu, to znaczy w obiegu głównym, przy czym rozpuszczenie przez zraszanie zanieczyszczonego aluminium lub stopu aluminium w stanie stałym ciekłą rtęcią przeprowadza się w temperaturze od 300 do 420°C, przeważnie między 340 a 380°C, a zanieczyszczone aluminium lub stop aluminium jest suchy i rozdrobniony bez jakiegokolwiek obróbki wstępnej, a następnie zebraną ciekłą rtęć po zroszeniu zanieczyszczonego aluminium doprowadza się z powrotem na nieczyste aluminium w ten sposób, że przepływa w stanie ciekłym kilkakrotnie w obiegach wtórnych, dostosowanych do tego procesu rozpuszczania, zanim zostanie poddana procesom usunięcia zanieczyszczeń i oddzielenia oczyszczonego aluminium.

2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że rtęć zraszającą doprowadza się w formie strumienia do dolnej części zanieczyszczonej, przeznaczonej do rozpuszczania masy aluminium.

3. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że dla rozpuszczania stosuje się temperaturę od 340 do 360°C przy ciśnieniu w przybliżeniu atmosferycznym.

4. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że temperaturę rtęci rozpuszczającej osiąga się i ustala przez wymianę ciepła ze środkiem przenoszącym ciepło i że przeważnie strefę rozpuszczania aluminium i strefę oddzielenia zanieczyszczeń utrzymuje się dzięki temu samemu obiegowi środka przenoszącego ciepło, utworzonego zwłaszcza przez rtęć, w tej samej temperaturze.

5. Sposób według zastrz. 4 **znamienny tym**, że rtęć zastosowana jako środek przenoszący ciepło w rzeczywistości jest utrzymywana pod takim samym ciśnieniem gazu obojętnego co rtęć zastosowana jako rozpuszczalnik, przy czym rtęć zastosowana jako środek przenoszący ciepło znajduje się przeważnie w stanie pary nasyconej.

6. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że oddzielony od swych zanieczyszczeń roztwór aluminium w rtęci ochładza się do temperatury 20 do 160°C.

7. Sposób według zastrz. 5 **znamienny tym**, że pływające na roztworze aluminium w rtęci nierozpuszczalne zanieczyszczenia usuwa się z tego roztworu przez jakiegokolwiek znane dekantowanie lub zgarnianie i następnie jak w danym przypadku przez filtrację.

8. Sposób według zastrz. 1 do 7 **znamienny tym**, że rtęć zabraną z nierozpuszczalnymi zanieczyszczeniami lub rtęć, zawartą w oczyszczonym amalga-

macie, oddestylowuje się w obojętnej atmosferze gazu a następnie oczyszczone stopione aluminium, uwolnione od większej części rtęci przez jej destylację, uwalnia się od pozostałych śladów rtęci przez stworzenie próżni w przestrzeni ponad ciekłym aluminium.

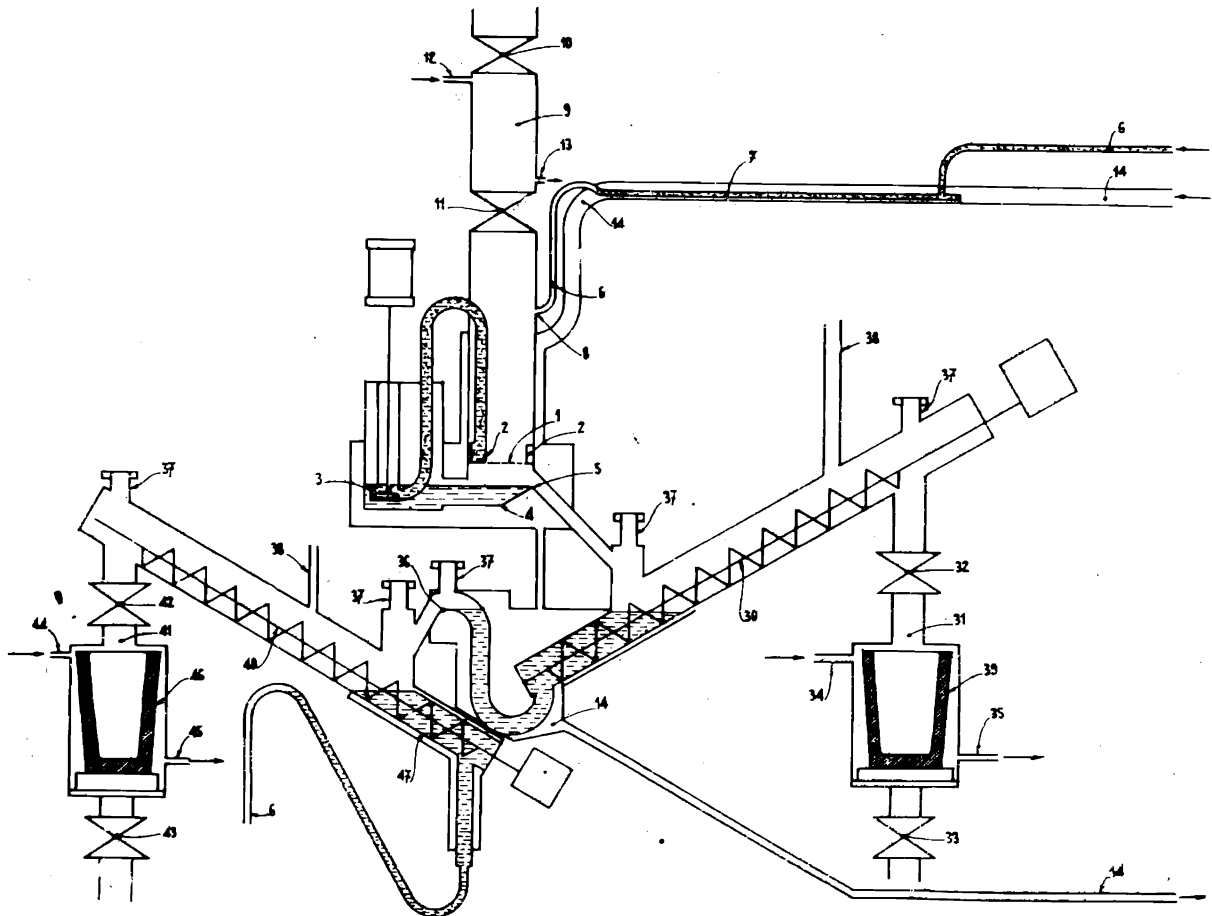
9. Sposób według zastrz. 8 **znamienny tym**, że oczyszczone stopione aluminium, uwolnione od większej części rtęci przez jej destylację, uwalnia się od pozostałych śladów rtęci przez to, że znajdującą się nad ciekłym aluminium przestrzeń przepłukuje się za pomocą gazu, jak argon, azot, chlor lub mieszanka azotu z chlorem, przy czym ten etap sposobu następuje po poddaniu działaniu próżni.

10. Sposób według zastrz. 8 lub 9 **znamienny tym**, że gaz wdmuchuje się w stopioną masę aluminium.

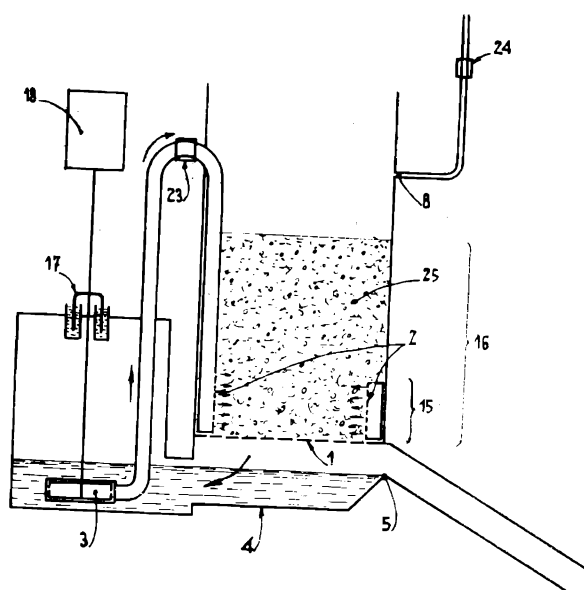
przy czym przestrzeń nad tą masą napelnia się gazem obojętnym lub wytwarza się w niej próżnię.

11. Urządzenie do przeprowadzenia sposobu według zastrz. 1 do 10 **znamiennie tym**, że zawiera obieg rtęci grzejnej i obieg rtęci zastosowanej jako rozpuszczalnik, które to obiegi połączone są z tą samą atmosferą gazu obojętnego, przy czym przewody między tymi obiegami i atmosferą gazu obojętnego zaopatrzone są w chłodnice.

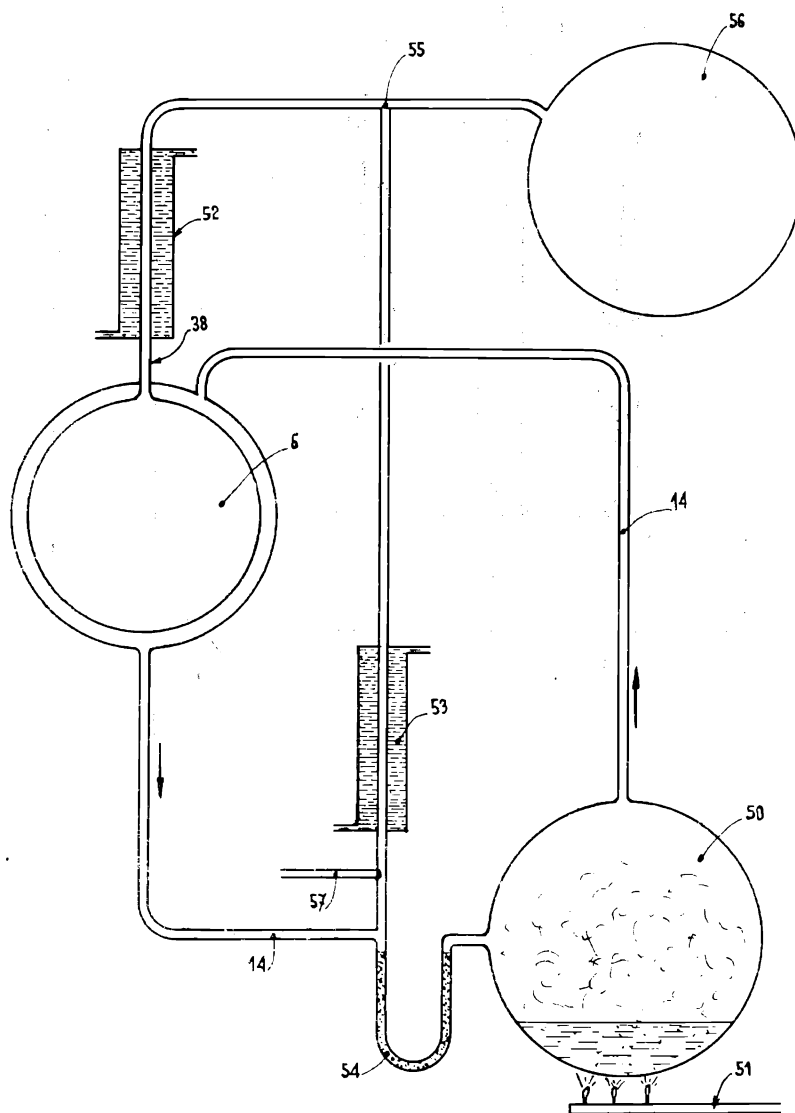
12. urządzenie według zastrz. 11 **znamiennie tym**, że ma pompę nurnikową do odprowadzania rtęci do kolumny do rozpuszczania z pionowym wałem, który przechodzi przez ściankę aparatury do rozpuszczania w atmosferze powyżej ciekłej rtęci i jest uszczelniony najkorzystniej za pomocą uszczelnienia cieczowego rtęcią.



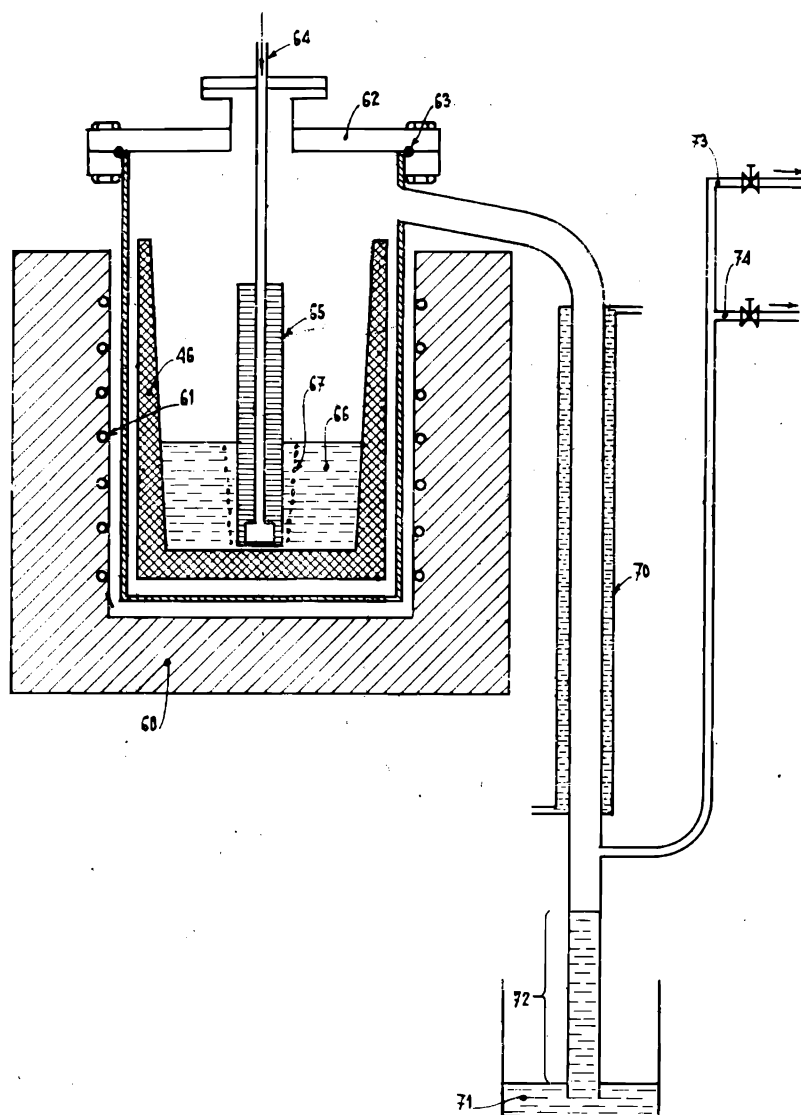
— Fig. 1 —



— Fig. 2 —



— Fig. 3 —



— Fig. 4 —