



**NORGE**

**[NO]**

**STYRET  
FOR DET INDUSTRIELLE  
RETTSVERN**

**[B] (11) UTELEGNINGSSKRIFT Nr. 142462**

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> G 01 N 33/38

(21) Patentsøknad nr. 2687/71

(22) Inngitt 14.07.71

(23) Løpedag 14.07.71

(41) Alment tilgjengelig fra 18.01.72  
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 12.05.80  
(30) Prioritet begjært 17.07.70, Sveits, nr. 10907/70

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte for prøving av bestandigheten overfor badkomponenter av ikke-oksyderbare varmedemmende foringsmaterialer for aluminium-elektrolyseceller.

(71)(73) Søker/Patenthaver SCHWEIZERISCHE ALUMINIUM AG,  
CH-3965 Chippis,  
Sveits.

(72) Oppfinner SEBASTIAN HUWYLER, Klingnau,  
WOLFGANG SCHMIDT-HATTING, Chippis,  
Sveits.

(74) Fullmektig Siv.ing. Karsten B. Halvorsen,  
J.K. Thorsens Patentbureau, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner USA (US) patent nr. 3261699 (106-62)

For utvinning av aluminium ved elektrolyse av aluminiumoksyd ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , leirjord) løses dette i en fluoridsmelte. Elektrolysen utføres ved en temperatur på ca. 940 til 975°C. Aluminium, som skilles ut ved katoden, samler seg under fluoridsmelten på bunnen av cellen. Anoder av amorft karbon stikker ned i smelten. Ved anodene dannes det under elektrolysen oksygen som forbinder seg med karbonet i anodene til CO og  $\text{CO}_2$ .

Prinsippet for en aluminium-elektrolyse-celle går frem av figuren, som viser et snitt i lengderetningen. Fluoridsmelten 10, (elektrolytten), befinner seg i et stålkar 12 som er foret med karbon 11, og utstyrt med en termisk isolasjon 13 av varmebestandig, varmedemmende foringsmaterial. Det katodisk utskilte aluminium 14 ligger på bunnen 15 av cellen. Overflaten 16 av flytende aluminium utgjør katoden. I karbonbekledningen 11 er det lagt inn katodestaver 17 av jern, som fører strømmen ut fra bunnen av cellen. I fluoridsmelten 10 stikker det ovenfra ned anoder 18 av amorft karbon som fører likestrømmen til elektrolytten. Anodene er fast forbundet med anodebjelkene 21, ved hjelp av strømlederstangen 19 og låseanordningen 20. Elektrolytten 10 er dekket av en skorpe 22 av størknet smelte og et leirjordlag 23 over skorpen. Avstanden  $d$  fra anodeundersiden 24 og ned til aluminiumoverflaten 16, også kalt interpolaravstanden, lar seg forandre ved heving og senkning av anodebjelken 21 ved hjelp av et hevverk 25, som er montert på søyler 26. Som følge av angrepet fra det oksygen som er frigjort under elektrolysen forbrukes anoden på undersiden daglig med ca. 1,5 - 2 cm avhengig av celletypen.

Den termiske isolasjon 13 består som regel i rekkefølge

fra fluoridsmelten 10 til stålkaret 12 av et eller flere lag av høytemperatur-bestandige, varmedemmende materialer, og ytterligere lag av mindre temperaturbestandige og derfor godt varmedemmende isolasjonsmaterialer.

I løpet av cellens driftstid trenger flytende og gassformede badkomponenter gjennom karbonlaget 11 og inn til disse varmedemmende foringslag. Mellom badkomponentene og disse varmedemmende isolasjonsmaterialer kan det oppstå kjemiske reaksjoner som angriper isolasjonsmaterialene. Dette angrep kan enten føre til oppløsning av isolasjonsmaterialene eller innskrumpning eller volumutvidelse. Alt dette senker fastheten av den varmedemmende foring 13 og dermed levetiden for elektrolysecellen. Resultatet blir en tidlig og kostbar reparasjon, som fører til produksjonstans. Videre øker spenningsfallet i karbonbunnen 11 sterkt og dette fører til et høyere spesifikt elektrisk energiforbruk (kWh/ kg Al).

De angitte vanskeligheter lar seg forminske eller helt unngå ved at det i den termiske isolasjon 13 brukes foringsmaterialer som er bestandige overfor badkomponentene.

Før foringsmaterialene settes inn i cellen er det derfor nødvendig å undersøke deres bestandighet overfor badkomponentene.

Oppfinnelsen angår en fremgangsmåte for å prøve bestandigheten overfor badkomponentene av ikke-oksyderbare, varmedemmende foringsmaterialer. Denne metode gjør det mulig å bestemme bestandigheten overfor badkomponentene etter den laboratorietest som skal beskrives nedenfor. De langtidsforandringer som foringsmaterialet i cellen gjennomgår under angrepet av badkomponentene blir bragt til uttrykk i laboratoriet på en enkel måte og i løpet av en meget kort tid.

Det særegne ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen består i at det fremstilles prøvestykker av foringsmaterialet, hvorav noen forblir ubehandlet, noen pakkes inn i kryolitt og holdes ved  $500 \pm 10^{\circ}\text{C}$  i minst 24 timer, og noen pakkes inn i

kryolittpulver og holdes ved  $800 \pm 20^{\circ}\text{C}$  i minst 24 timer, hvorefter koldtrykk-fastheten (trykkfasthet ved romtemperatur), den tilsynelatende tetthet og dimensjoner av de behandlede prøvelegemer sammenliknes ved de tilsvarende verdier for de prøvestykker som ikke er varmebehandlet.

For undersøkelsen skjæres prøvestykker ut av de foringsmaterialer som skal prøves. Det velges fortrinnsvis en størrelse på ca. 35 x 35 x 65 mm, som har vist seg gunstig. Andre størrelser kan selvfølgelig også benyttes. I disse prøvene blir deretter den tilsynelatende tetthet og koldtrykk-fasthet målt.

Ytterligere prøvestykker oppvares ved  $800 \pm 20^{\circ}\text{C}$  i minst 24 timer og deretter bestemmes koldtrykk-fastheten. Et fall i koldtrykk-fastheten etter foretatt oppvarming tyder allerede på en svekkelse av strukturen ved ren temperaturinnvirkning.

Andre prøvestykker ble pakket inn i kryolittpulver, fortrinnsvis i en grafittgryte, og oppvarmes i minst 24 timer ved  $500 \pm 20^{\circ}\text{C}$ , avkjølt, renses for kryolitt som hadde festet seg til og prøvet med hensyn til skrumping eller volumøkning. Det ble også undersøkt om det samtidig var inntrådt en vektendring. Materialer som egner seg godt for innbygging i elektrolysecellen, må hverken ha noen nevneverdig stor innskrumping, volumøkning eller vektforandring. Undersøkelsen ble supplert ved bestemmelsen av koldtrykk-fastheten av de prøvestykker som var oppvarmet i kryolitt. For brukbare materialer må trykkfastheten av de prøvestykker som var oppvarmet i kryolitt, ikke være nevneverdig forskjellig fra trykkfastheten av dem som ikke var oppvarmet i kryolitt. Det kan imidlertid forekomme at det oppstår en høyere trykkfasthet etter temperaturinnvirkning med eller uten kryolitt, noe som skyldes en uønsket sprødannelse av materialet. En nedsatt trykkfasthet beviser på den annen side at det har vært angrep av kryolitt. Slike materialer, som ved undersøkelsen viste vesentlig forandrete verdier, er ikke egnet som foringsmaterial for aluminium-elektrolysecellene. Materialer, som består prøven uten nevne-

142462

4

verdige forandring, er derimot egnet for innsetting i celledeler ved lavere temperatur, dvs. på ca.  $500^{\circ}\text{C}$  og lavere.

Samme prøve ble utført i kryolitt, med ved en temperatur på  $800 \pm 20^{\circ}\text{C}$  (varighet minst 24 timer). Kriteriene for bedømmelsen er de samme som etter oppvarming til  $500 \pm 10^{\circ}\text{C}$ . Materialer som også står over denne påkjenning uten nevneverdig forandring, egner seg for anvendelse i aluminium-elektrolyseceller uten begrensning, dersom deres absolutt-verdier for fasthet og termisk ledeevne tillater det.

Det er funnet at materialer som har vist seg gode ved disse prøver, også viser seg driftsikre i elektrolysecellene. Det lar seg derfor gjøre å nedsette den risiko som alltid vil være tilstede ved innsetting av nye tidligere ikke brukte materialer.

Den forlengelse av cellens levetid, som oppnås ved hjelp av de prøvede materialer, medfører en betraktelig senkning av utgiftene ved fremstilling av aluminium.

#### PATENTKRAV

Fremgangsmåte for prøving av bestandigheten overfor bad-komponenter av ikke-oksyderbare varmedemmende foringsmaterialer for aluminium-elektrolyseceller, karakterisert ved at prøvestykker av materialet pakkes inn i kryolitt og noen av dem holdes ved  $500 \pm 10^{\circ}\text{C}$ , andre ved  $800 \pm 20^{\circ}\text{C}$  i minst 24 timer, hvorefter koldtrykk-fasthet, tilsynelatende tetthet og dimensjoner måles og sammenlignes med tilsvarende verdier for prøvestykker som ikke er varmebehandlet.

142462

