



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 651 320 A5

⑤ Int. Cl.⁴: C 22 B 9/10
C 22 B 21/06

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

<p>⑲ Gesuchsnummer: 3141/82</p> <p>⑳ Anmeldungsdatum: 19.05.1982</p> <p>㉑ Priorität(en): 19.05.1981 US 265254</p> <p>㉔ Patent erteilt: 13.09.1985</p> <p>④⑤ Patentschrift veröffentlicht: 13.09.1985</p>	<p>⑦③ Inhaber: Alcan International Limited, Montreal/Quebec (CA)</p> <p>⑦② Erfinder: Dubé, Ghyslain, Jonquiere/Quebec (CA)</p> <p>⑦④ Vertreter: E. Blum & Co., Zürich</p>
--	---

⑤④ **Verfahren zur Entfernung von Alkalimetallen und Erdalkalimetallen aus einer Aluminiumschmelze.**

⑤⑦ Zum Entfernen aufgelöster, verunreinigender Alkalimetalle und Erdalkalimetalle von schmelzflüssigem Aluminium werden die Verunreinigungen mit körnigen Feststoffen umgesetzt, welche Fluoraluminium enthalten. Die Aluminiumschmelze, die gereinigt wird, wird nachdem die Fluoraluminiumkörner eingebracht werden, gerührt. Dabei erfolgt das Rühren derart, dass in der Schmelze eine stabile Wirbelströmung erzeugt und beibehalten wird.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Entfernung verunreinigender Alkalimetalle und Erdalkalimetalle aus schmelzflüssigem Aluminium durch ein Umsetzen mit Fluoraluminium, um Fluoraluminat solcher Verunreinigungen zu bilden, dadurch gekennzeichnet, dass

(1) eine Charge des verunreinigten Aluminiummetalls in ein aufrecht stehendes, weitgehend zylindrisches Gefäss eingebracht wird,

(2) die Aluminiumschmelze im Gefäss derart umgerührt wird, dass darin ein Wirbelstrom und Strömungsflüsse in der Aluminiumschmelze erzeugt werden, die beim unteren Ende des Wirbelstromes sowohl nach unten gerichtete und seitliche Komponenten aufweisen und beim Umfangsbereich des Gefässes nach oben schraubenlinienförmig verlaufende Strömungen erzeugen,

(3) teilchenförmiger Fluoraluminium enthaltender Stoff zum Eindringen in den Wirbel zugeführt wird,

(4) das Rühren der Aluminiumschmelze so lange weitergeführt wird, bis der Gehalt an Alkalimetall und Erdalkalimetall auf einen erwünschten unteren Wert gesunken ist,

(5) das schmelzflüssige Aluminium von den schmelzflüssigen fluoraluminatischen Erzeugnissen der Umsetzungen getrennt wird.

2. Verfahren nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Wirbelstrom exzentrisch relativ zur Achse des Behälters erzeugt wird.

3. Verfahren nach Patentanspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Wirbelstrom durch ein mehrflügeliges Flügelrad erzeugt und aufrecht gehalten wird, welches Flügel aufweist, die schief zur Rotationsachse verlaufen.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das schmelzflüssige Metall mit pulverförmigem AlF_3 oder $NaF \cdot AlF_3$ mit einem kleinen Gewichtsverhältnis NaF/AlF_3 behandelt wird.

5. Verfahren nach Patentanspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass bei einem Innendurchmesser D des Gefässes, welches mit der Schmelze bis zu einer Höhe H gefüllt ist, und bei einem Durchmesser d des Flügelrades und einer Flügelhöhe h das Verhältnis d/D zwischen 0,1 und 0,6 und das Verhältnis h/H zwischen 0,1 und 0,7 liegt.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Rotationsachse des Flügelrades um eine Strecke x exzentrisch zur Gefässachse angeordnet ist, die 0,1 bis 0,25 D beträgt.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Mittelpunkt der Flügel vom Boden des Gefässes um eine Strecke y , zwischen 0,25 H und 0,75 H entfernt ist.

8. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass d/D zwischen 0,15 und 0,40 liegt und das Flügelrad in einem Mass zwischen 100 und 300 u.p.m. gedreht wird.

9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Behandlungstoff eine kurze Zeitdauer nach dem Bilden der Wirbelströme der Metallschmelze in getrennten Mengen oder fortlaufend zugeführt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Rotationsachse des Flügelrades relativ zur Achse des Gefässes um eine Strecke x vom Wert 0,25–0,6 d exzentrisch angeordnet ist.

11. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch

(a) ein zylindrisches Gefäss, das eine vertikale geometrische Achse und einen Innendurchmesser D aufweist und dazu dient, eine Aluminiumschmelze mit einem Spiegelstand bis zu einer Höhe H oberhalb des Bodens des Gefässes aufzunehmen, welches Gefäss weitgehend keine inneren Leitbleche aufweist, und

(b) einen Deckel für das Gefäss, der ein mehrflügeliges Flügelrad aufweist, Mittel aufweist, die dazu dienen, das Flügelrad um eine vertikale Achse anzutreiben, und Mittel aufweist, die dazu dienen, das Flügelrad zu rotieren, welches Flügelrad einen Durchmesser d aufweist und dessen Flügel eine Höhe h aufweisen, wobei der Mittelpunkt der Flügel oberhalb des Bodens des Gefässes im Abstand y davon angeordnet sind, die Rotationsachse des Flügelrades von der geometrischen Achse um eine Strecke x entfernt ist, und die Flügel Hauptflächen aufweisen, die gegen den Gefässboden gerichtet sind und mit der Vertikalen einen Winkel Θ einschliessen;

(c) wobei die Werte von d , D , h , H und Θ derart sind, dass d/D zwischen 0,1 und 0,6; h/H zwischen 0,1 und 0,7; x zwischen 0,1–0,25 D ; y zwischen 0,25 H und 0,75 H ; und Θ zwischen 0° und 45° liegt;

(d) welcher Deckel auch Mittel trägt, die dazu dienen, den teilchenförmigen Stoff zuzugeben und Gase abzuführen.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass d/D zwischen 0,15 und 0,40; h/H zwischen 0,2 und 0,40; und y zwischen 0,4 H und 0,6 H ; und Θ zwischen 30° und 40° liegt.

25 Diese Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von verunreinigenden Mengen von Alkalimetallen und Erdalkalimetallen von schmelzflüssigem Aluminium mittels Umsetzung mit Fluoraluminium sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Schmelzflüssiges Aluminium, das aus Elektrolysereduktionszellen entnommen wird, enthält kleine Mengen von Alkalimetallen, beispielsweise Lithium und Natrium und kleine Mengen von Erdalkalimetallen, beispielsweise Magnesium und Kalzium. Das Vorhandensein dieser verunreinigenden Alkalimetalle und Erdalkalimetalle ist für verschiedene Anwendungen, für welche das Hüttenaluminium eingesetzt wird, schädlich.

Beispielsweise kann bei der Herstellung von Blechen oder Platten aus einer Aluminiumlegierung, die Magnesium enthält, Natriumkryolith in Mengen von ungefähr 2 ppm oder mehr eine Wärmebrüchigkeit bzw. während des Warmwalzens ein Reißen bei den Rädern bewirken. Spuren Mengen von Lithium und/oder Natrium vergrössern das Ausmass der Oxidation einer Aluminiumschmelze. Dieses erhöht die Verluste beim Schmelzverfahren und erzeugt eine dicke Schlackenschicht, welche Ausgüsse von Gussmaschinen verstopfen kann und die Fließfähigkeit des Metalles vermindern kann. Deshalb bedingen ökonomische und technische Erwägungen, dass diese Elemente nach dem Entnehmen des Hüttenaluminiums aus den Reduktionszellen so schnell als möglich entfernt werden, um die Zeitspanne, während welcher schmelzflüssige Aluminium das Lithium und/oder Natrium enthält, der Umgebung ausgesetzt ist. In kleinen Mengen vorhandenes Magnesium ist schädlich im Bezug auf die elektrische Leitfähigkeit und sollte von solchem Hüttenaluminium entfernt werden, welches zur Herstellung von Erzeugnissen bestimmt ist, bei denen diese Eigenschaft wichtig ist.

Entsprechend ist es erkannt worden, dass es ein Bedürfnis ist, die Konzentration von Alkalimetallen und Erdalkalimetallen, die Verunreinigungen bilden, zu 2 ppm oder vorzugsweise sogar weniger zu vermindern. Ein solches Entfernen ist auch unter anderen Umständen erwünscht, bei denen Aluminium oder eine Aluminiumlegierung (der Ausdruck «Aluminium», der hier allgemein gebraucht wird, ist breit auszulegen, um dessen Legierungen und auch reines metallisches Aluminium zu umfassen) mit kleinen Mengen von Alkalimetallen und/oder Erdalkalimetallen verunreinigt ist.

Es ist bekannt, dass der Gehalt an gelösten Alkalimetallen und/oder Erdalkalimetallen vermindert werden kann, indem schmelzflüssiges Aluminium in Berührung mit Fluoraluminium (AlF_3) (oder einen Stoff, der Fluoraluminium enthält) gebracht wird. Der verunreinigende Stoff setzt sich mit dem Fluoraluminium um, um gemischte Zusammensetzungen zu bilden (z.B. kryolithionitische Zusammensetzungen oder Gemenge beispielsweise $3\text{LiF} \cdot 3\text{NaF} \cdot 2\text{AlF}_3$). Üblicherweise wird Fluoraluminium in Form von Feststoffteilchen in Berührung mit der Aluminiumschmelze gebracht. Der Behandlungsstoff kann weitgehend aus Fluoraluminium bestehen oder er kann gänzlich oder teilweise aus alkalischen Fluoraluminaten zusammengesetzt sein, welche bei der Temperatur der Metallschmelze ein Feststoff sind. Ein Beispiel der letztgenannten Art Stoffe (zur Verwendung zum Entfernen von Lithium, Magnesium und Kalzium) ist körniges bzw. teilchenförmiges Natriumkryolith oder lithiumfreier Reduktionszellenelektrolyt, der ein kleines Gewichtsverhältnis von Natriumfluorid zu Fluoraluminium aufweist, derart, dass er Fluoraluminium in einer Menge aufweist, die grösser ist, als der stöchiometrische Bedarf von Na_3AlF_6 mit einer solchen Zusammensetzung, dass bei der Behandlungstemperatur ein grösserer Anteil fest bleibt, wie dies üblicherweise der Fall ist unter der Voraussetzung, dass das oben genannte Gewichtsverhältnis innerhalb eines Bereiches von 1,3–1,5 bleibt. Es ist in der Tat nicht notwendig, dass der Zusatz in einer festen Form bleibt; eine Zusammensetzung, die einen tiefen Schmelzpunkt aufweist (ungefähr 725°C) und die einen grossen Überschuss an AlF_3 aufweist (beispielsweise ein sehr kleines Gewichtsverhältnis $\text{NaF}:\text{AlF}_3$ im Bereich von 0,6–0,7), welche beim Einbringen in eine Aluminiumschmelze schmilzt, würde in gleicher Weise wirksam sein, um Alkalimetalle oder Erdalkalimetalle zu entfernen. Der aktive Fluoridstoff kann auch ein chemischer Trägerstoff enthalten, beispielsweise Aluminiumoxid und diesen Stoff in einem Anteil bis zu 50 Gew.-% obwohl 7–20% der üblichere Anteil an Aluminiumoxid des handelsüblichen Fluoraluminiums ist.

Im Vergleich mit einem Zugeben bzw. Durchspülen mit Chlorgas oder Gemischen aus Chlorgas und chemisch trägen Gasen werden Behandlungen mit Fluoraluminium zum Entfernen von Alkalimetallen und Erdalkalimetallen als vorteilhafter betrachtet, weil die Durchspülungen mit Gas schädliche gasförmige Nebenprodukte erzeugen und auch sonst beschwerlich und unangenehm sind.

Bei früheren Behandlungen, bei denen AlF_3 verwendet worden ist, wie in den US-PS Nrs. 3 305 351; 3 528 801 und 4 138 246 beschrieben ist, ist die Aluminiumschmelze durch ein dichtes Filterbett aus festem teilchenförmigem Stoff, der nur Fluoraluminium oder ein Gemisch von Fluoraluminium mit einem kohlenstoffhaltigen Stoff, beispielsweise Koks enthält, hindurchgeführt worden. Gemäss der US-PS 4 277 280 wird eine gleiche Wirkung erzielt, indem eine Aluminiumschmelze aufwärts durch ein reaktives Bett aus einem grobkörniges AlF_3 enthaltender Stoff geführt wurde, welches Bett kein Filter ist. Jedoch weist die Verwendung von reaktiven Betten oder Filterbetten aus reaktiven Stoffen mehrere Nachteile auf. Ein grosser Teil der Erzeugnisse der Umsetzungen des Alkalimetalles (Li, Na, Mg) mit dem Fluoraluminium verbleibt auf oder innerhalb des reaktiven Bettes oder dem dazu gehörigen Filterstoff gefangen, so dass ein frühes Verstopfen bewirkt wird; Elektrolyt von der Reduktionszelle, Schlacke und/oder weitere im festen oder flüssigen Zustand vorhandene Verunreinigungen, die von der Elektrolysisreduktionszelle herübergetragen werden, erzeugen dieselben Auswirkungen. Aus ähnlichen oder gleichen Gründen kann innerhalb des reaktiven Bettes ein ausgeprägter Strömungsweg bzw. Durchströmkanal entstehen, so dass die Wirksam-

keit im Bezug auf das Entfernen der Alkalimetalle ernsthaft vermindert wird. Die Menge an Fluoraluminiumstoff, die während der Behandlung des schmelzflüssigen Metalles aufgebracht wird und somit die Ergiebigkeit der Arbeit eines reaktiven Bettes ist während dessen Einsatzzeit nicht konstant, nicht gleichförmig.

Um eine Pyrohydrolyse des Fluoraluminiums und Verluste an Metall in reaktiven Betten zu verhindern, ist es zu bevorzugen, Fluoraluminium dauernd vollständig in der Metallschmelze eingetaucht zu halten; dieses benötigt jedoch ein dauerndes Heizen und einen dauernden Brennstoffverbrauch, sogar dann, wenn die Einrichtung nicht in Betrieb steht, welches die Kosten der Behandlung erhöht. Eine Änderung der Zusammensetzung des Metalles, das mittels einer solchen Einrichtung behandelt wird, bedeutet in jedem Fall Metallverluste. Auch besteht die Neigung, dass während einem ersten Vorwärmen des AlF_3 Bettes eine Zersetzung aufgrund der Pyrohydrolyse (d.h. eine Umsetzung mit Wasserdampf in den Verbrennungserzeugnissen) entsteht.

Es ist schwierig, eine wirksame Berührung zwischen losen Fluoraluminiumteilchen und des metallenen schmelzflüssigen Aluminiums zu bewirken. Der Grund dazu ist, dass aufgrund der hohen Oberflächenspannung der Aluminiumschmelze und des kleinen Unterschiedes der Dichte zwischen dem Fluoraluminiumpulver und dem schmelzflüssigen Aluminium AlF_3 Pulver auf der Oberfläche, dem Spiegel der Aluminiumschmelze schwimmt. Zusätzliches Fluoraluminiumpulver wird von der Aluminiumschmelze nicht einfach benetzt und ist thermisch sehr stabil, d.h. es schmilzt nicht bei Atmosphärendruck und weist eine Sublimationstemperatur von ungefähr 1270°C auf, so dass bei der Behandlungstemperatur des schmelzflüssigen Aluminiums (660°C – 900°C) eine Umsetzung zwischen den Flüssigkeit-Flüssigkeit oder Gas-Gas Phasen unmöglich ist. Diese physikalischen Eigenschaften erklären das unbefriedigende Arbeiten früherer Versuche, bei denen Fluoraluminium in Form einzelner Körner in die Aluminiumschmelze eingebracht worden sind.

Es ist möglich, Fluoraluminiumteilchen in einem Strahl eines Trägergases in die Aluminiumschmelze einzuspritzen, welches Trägergas beispielsweise Luft oder Stickstoff ist, wozu eine Einspritzlanze verwendet wird. Es hat sich jedoch herausgestellt, dass solche Einspritz- bzw. Einbringverfahren beträchtliche Zeitspannen benötigen, und der hohe Gasdruck, der im Metall vorherrscht, ist eine Gefahrenquelle; zusätzlich kann die Verwendung von Luft als Trägergas zu einem Bilden einer übergrossen Menge Schlacke oder eines übergrossen Oxidfilmes führen.

Es ist auch möglich, auf dem Boden eines leeren Schmelztiegels vor der Zugabe des Metalles eine grosse Menge Fluoraluminiumpulver anzuordnen. Es ist jedoch beobachtet worden, dass das Fluoraluminiumpulver vorzugsweise sich mit dem Elektrolyten der Zelle umsetzt (welcher zusammen mit dem geschmolzenen Aluminiummetall in jedem Fall aus der Reduktionszelle abgezogen wird), um eine feste Masse zu bilden, welche an der Auskleidung des Tiegels haften bleibt. Damit wird eine wirksame Berührung mit dem schmelzflüssigen Aluminium verhindert.

Aus der obigen Erklärung geht hervor, dass eine beträchtliche Zeitspanne notwendig ist, um die wirksame Umsetzung zwischen dem AlF_3 -enthaltenden Stoff, der AlF_3 in Form einzelner Teilchen enthält, und den Alkalimetall und Erdalkalimetall, welche Verunreinigungen in dem geschmolzenen Aluminiummetall bilden, zu bewirken.

Das Verfahren der Erfindung benötigt die Zugabe einer zweckdienlichen Charge des Behandlungsstoffes (AlF_3 oder AlF_3 enthaltender Stoff) in das schmelzflüssige Aluminium bei solchen Zuständen, welche ein Wiederumlaufen und wie-

derholtes Umlaufen des behandelnden Stoffes innerhalb der Metallschmelze zum Inhalt hat, währenddem eine über grosse Störung der Oberfläche des schmelzflüssigen Metalls verhindert wird, um damit ein Oxidieren des Metalles so klein als möglich zu halten. Gemäss des Verfahrens der Erfindung wird der behandelnde Stoff im schmelzflüssigen Aluminium mitgerissen, indem dieser behandelnde Stoff einer Wirbelströmung zugegeben wird, die in der Schmelze, die in einem Behälter angeordnet ist, gebildet wird. Die Einrichtung, die diese Wirbelströmung erzeugt, dient auch dazu, im Bereich der Grenzen des Behälters in der Metallschmelze nach oben schraubenlinienförmig verlaufende Strömungen zu erzeugen, so dass eine längere Berührung der Teilchen des Behandlungsstoffes mit der Metallschmelze stattfindet. Das Umlaufenlassen der Metallschmelze aufgrund der Erzeugung des Wirbels wird während einer Zeitspanne beibehalten, die genügend gross ist, dass der Anteil von Alkalimetallen und Erdalkalimetallen in schmelzflüssigem Metall zu einem erwünschten kleinen Wert vermindert wird, worauf dann die umlaufenden Strömungen beendet werden. Einige der Erzeugnisse der Umsetzung, welche mit übrigbleibendem Behandlungsstoff gemischt sind, werden in Form von Schlacke gegen die Oberfläche aufsteigen, wobei die Metallschmelze von der Schlacke befreit werden kann, indem man die Schlacke abschöpft oder das Metall entleert oder indem entsprechend anderer bekannter Verfahren vorgegangen wird. Jedoch neigt der grössere Teil dazu, während des Rührens an der Auskleidung des Tiegels haften zu bleiben, von welcher Auskleidung dieser Teil dann entfernt werden kann, wenn der Tiegel leer ist.

Im metallurgischen Verfahren ist es bekannt, reaktive Stoffe in Wirbelströmungen der Metallschmelze einzubringen, welche Wirbelströmungen in Gefässen erzeugt werden, aus welchen die Metallschmelze in Form eines ununterbrochenen Stromes entnommen wird. Beim vorliegenden Verfahren dient die Erzeugung einer Wirbelströmung sowohl als Mittel, um teilchenförmigen Stoff in Form eines feinen Pulvers mit einem verhältnismässig tiefen Schüttgewicht in Berührung mit dem geschmolzenen Metall zu bringen und auch als Mittel, um die Teilchen eines solchen Stoffes innerhalb der Metallschmelze verteilt zu halten und dabei eine enge Berührung zwischen der Metallschmelze und dem behandelnden Stoff beizubehalten, so dass dieser Zustand während einer langen Zeitspanne beibehalten wird, bis der Wirbel beendet wird.

Der Wirbel, bzw. die Wirbelströmung wird vorteilhaft erzeugt und aufrechterhalten, indem ein sich drehendes Rührwerk gebraucht wird, das ein mehrflügliges Flügelrad aufweist, das in einer Metallschmelze eingetaucht ist, die in einem Tiegel enthalten ist, welches Flügelrad um eine vertikale Achse gedreht wird, wobei die Flügel derart schiefwinklig angeordnet sind, dass jeder Flügel eine Hauptfläche aufweist, die derart nach unten weist, dass mit der Vertikalen ein spitzer Winkel eingeschlossen ist. Der Rotor des Flügelrades ist im Tiegel vorzugsweise exzentrisch zur vertikalen Mittellinie des Tiegels, d.h. seitlich dazu angeordnet. Es ist auch möglich, ein elektromagnetisches Induktionsrühren zum Erzeugen einer Wirbelströmung zu verwenden. Zweckdienlich angeordnete Induktionswindungen können ausserhalb eines Tiegels oder eines anderen Gefässes, das die Metallschmelze enthält, angeordnet sein.

Nachfolgend wird der Erfindungsgegenstand anhand der Zeichnungen beispielsweise näher erläutert. Es zeigt:

Fig. 1 vereinfacht einen waagrecht verlaufenden Schnitt einer Vorrichtung zum Durchführen des erfindungsgemässen Verfahrens, und

Fig. 2 einen vertikalen Schnitt entlang der Linie 2-2 der Fig. 1.

Gemäss den Zeichnungen enthält ein zylindrischer Tiegel 10 eine Aluminiumschmelze 11. Ein gesonderter Deckel 12 trägt ein exzentrisch, d.h. seitlich angeordnetes Flügelrad 14, das von einem Motor 16 angetrieben ist. Das Flügelrad 14⁵ weist eine Welle 18 auf, welche Flügel 20 trägt, die dazu bestimmt sind, in der Aluminiumschmelze 11 eingetaucht zu sein. Der Deckel 12 weist zusätzlich einen Kanal 22 auf, durch welchen dem Tiegel Behandlungsstoff zugeführt wird; weiter weist er einen Auslasskanal 24 auf, durch den im Tiegel entstehende Abgase ausgebracht werden. Üblicherweise weist der Tiegel eine stählerne Schale auf und ist mit einer Auskleidung aus einem feuerfesten Stoff versehen, der sich mit dem schmelzflüssigen Aluminium nicht umsetzt. Der Deckel 12 und dazugehörige Bauteile enthalten eine Vorrichtung zum¹⁵ Erzeugen einer Wirbelströmung und kann transportiert werden, so dass dasselbe Rührwerk dazu gebraucht werden kann, Chargen von Metallschmelzen, die in einer Folge verschiedener fahrbaren Tiegel enthalten sind, zu rühren.

Zum Entfernen der verunreinigenden Alkalimetallen und/²⁰ oder Erdalkalimetallen aus der Aluminiumschmelze wird schmelzflüssiges Aluminiummetall in einer zweckdienlichen Menge in den Tiegel 10 eingebracht. Darauf wird der Deckel 12 auf den Tiegel aufgesetzt, so dass der Flügel aufweisende Abschnitt des Flügelrades 14 eingetaucht ist. Teilchenförmiger²⁵ Behandlungsstoff, der Fluoraluminium (AlF_3) enthält oder ist, welcher Stoff bei der Temperatur des schmelzflüssigen Aluminiums einen festen Aggregatzustand aufweist, wird dann durch Schwerkraft durch den Kanal 22 hindurch eingebracht. Das Rotieren des Flügelrades sollte vorzugsweise³⁰ vor dem Einbringen des Behandlungsstoffes begonnen werden (kann jedoch auch nach diesem Einbringen in Betrieb genommen werden), welches Rotieren in der Aluminiumschmelze 11 eine stabile Wirbelströmung, einen stabilen Wirbel aufrecht hält. Die Erzeugung des Wirbelstromes bewirkt,³⁵ dass in der Metallschmelze eine Kombination von axial gerichteten und radial gerichteten Strömungskomponenten vorhanden ist. Die AlF_3 -Teilchen werden in die Wirbelströmung hereingezogen und dann entlang Strömungswegen durch die Schmelze geführt und im Umlauf gehalten, die bei 28 angedeutet sind. Es ist nicht notwendig, das Fluoraluminium unmittelbar in die Wirbelströmung einzubringen, weil der Stoff aufgrund des hohen Masses des Umlaufes des Metalles bei der Oberfläche der Schmelze zur Wirbelströmung bewegt⁴⁰ wird.

Das Rotieren des Flügelrades wird fortgesetzt, wobei⁴⁵ auch die Wirbelströmung 26 und das Umlaufen der Fluoraluminiumteilchen fortgesetzt wird, bis eine genügend grosse Umsetzung zwischen dem Fluoraluminium und den gelösten verunreinigenden Alkalimetallen und/oder Erdalkalimetallen⁵⁰ geschehen ist, so dass der Anteil dieser Verunreinigungen in der Schmelze bis zu einem erwünschten tiefen Wert vermindert worden ist. Die Zeitspanne, die zum Erreichen dieses Ergebnisses notwendig ist, beträgt kennzeichnenderweise nicht mehr als ungefähr 10 Minuten und beträgt tatsächlich oft⁵⁵ beträchtlich weniger als 10 Minuten. Stoffe, Stoffgemische, wie beispielsweise kryolithionitische Zusammensetzungen, welche durch die Umsetzung der verunreinigenden Alkalimetallen und Erdalkalimetallen mit dem Fluoraluminium erzeugt werden, schwimmen auf der Oberfläche der Schmelze und können mittels eines Abschöpfens oder irgendwelchen anderen⁶⁰ Verfahren dann sehr einfach entfernt werden, wenn das Rotieren des Flügelrades beendet und der Deckel vom Tiegel weggehoben worden ist. Darauf kann die gesäuberte Metallschmelze aus dem Tiegel ausgegossen oder sonstwie daraus⁶⁵ entfernt werden.

Mittels dieses Verfahrens ist es möglich, das Ausmass der Verunreinigungen von einem kennzeichnenden Gehalt von

ungefähr 20 ppm Lithium und ungefähr 30–60 ppm Natrium zu weniger als 1 ppm zu vermindern, und dies während einer Zeitspanne von 10 Minuten oder weniger, während welcher mit dem Flügelrad dauernd gerührt wird. Weil eine gewisse Verminderung der Anteile dieser Verunreinigungen an sich während des Durchführens weiterer Schritte entsteht, die üblicherweise beim Behandeln einer Aluminiumschmelze durchgeführt werden, ist es oft möglich, eine befriedigende Verminderung des Anteiles der verunreinigenden Metalle innerhalb sogar einer kürzeren Zeitdauer zu z.B. 2 ppm Li zu erreichen. Obwohl das Fluoraluminium einen Anteil an Tonerde, an Aluminiumoxid aufweisen kann, dient die Spülwirkung des fluoraluminatischen Reaktionsproduktes dazu, die unlösliche Tonerde zu entfernen. Es ist in der Tat beobachtet worden, dass das Verfahren nach der vorliegenden Erfindung zufälligerweise auch die Wirkung hat, Einschlüsse bildende Stoffe, beispielsweise Aluminiumcarbid (Al_4C_3) zu entfernen, welche Stoffe in der Schmelze vor der genannten Behandlung vorhanden waren.

Die optimale Kombination der axial und radial gerichteten Strömungskomponenten zum Erreichen einer hohen Mischwirkung der Feststoffteilchen AlF_3 mit bzw. in das schmelzflüssige Aluminium wird durch eine zweckdienliche lokale Anordnung des Flügelrades relativ zum Tiegel und/oder durch die Abmessungen und Ausbildung der Flügel des Flügelrades erzielt. Dazu kann das Flügelrad eine Mehrzahl im selben Winkelabstand angeordnete, schiefwinklig angeordnete Flügel 20 aufweisen, die jeweils eine Hauptfläche 20a aufweisen, welche nach unten weist und mit der Vertikalen einen spitzen Winkel einschliesst. Die Axe der Welle des Flügelrades ist relativ zur geometrischen Axe des Tiegels exzentrisch, d.h. seitlich dazu angeordnet und die Drehrichtung des Flügelrades ist derart, dass die Flügelflächen 20a die vorlaufenden Flächen der Flügel sind derart, dass auf die Aluminiumschmelze eine Kraft ausgeübt wird, die eine nach unten gerichtete Komponente aufweist. In der Zeichnung bezeichnet Θ den Anstellwinkel der Flügelflächen 20a, d bezeichnet den Aussendurchmesser des mit Flügel ausgerüsteten Abschnittes des Flügelrades, h bezeichnet die Höhe der Flügel des Flügelrades, x bezeichnet die Exzentrizität, d.h. den seitlichen Abstand der Welle des Flügelrades y bezeichnet den vertikalen Abstand vom Boden des Innenraumes des Tiegels bis zum Mittelpunkt der Flügel des Flügelrades, H bezeichnet den vertikalen Abstand vom Boden des Innenraumes des Tiegels bis zum ruhenden Spiegel der Metallschmelze im Tiegel, D bezeichnet den Innendurchmesser des Tiegels und der Pfeil R bezeichnet die Drehrichtung des Flügelrades.

Gemäss der Erfindung werden als besondere oder bevorzugte Eigenschaften derselben folgende Bereiche von Verhältnissen und Abmessungen bei der Ausbildung und Anordnung eines Flügelrades der dargestellten Ausführungsform eingehalten.:

<u>Verhältnis oder Abmessung</u>	<u>Bereichs- grenzen</u>	<u>Bevorzugter Bereich</u>
d/D	0, 1– 0,6	0,15 –0,40
h/H	0, 1– 0,7	0, 2 –0,40
Y	0,12– 0,75 H	0,4H–0,6H
Θ	0° –45°	30° –40°

Obwohl zufriedenstellende Ergebnisse erhalten werden können, wenn das Flügelrad in der Mitte angeordnet ist oder auch, wenn das Flügelrad nur eine kleine Strecke von der Mit-

te angeordnet ist, befindet sich die Exzentrizität, der seitliche Abstand x der Welle des Flügelrades üblicherweise in einem Bereich von 0,1–0,25D und bevorzugterweise beträgt dieser Bereich 0,25–0,7 d. Insbesondere bevorzugt ist die Verwendung von 3 Flügeln, die jeweils einen Winkelabstand von 120° aufweisen und mit der Vertikalen einen Winkel von 30°–35° aufweisen, wobei das Verhältnis d/D ungefähr 0,25 beträgt. Bevorzugterweise ist die Exzentrizität, der seitliche Abstand x des Flügelrades 0,5d.

Die beschriebene Anordnung des Flügelrades ist zur Erzeugung einer stabilen Wirbelströmung ohne die Verwendung von Leitblechen vorteilhaft, welche Leitbleche bei austauschbaren, fahrbaren Tiegeln unpraktisch wären. Die Funktion der herkömmlichen Leitbleche im Bezug auf das Erzeugen von Wirbelströmungen, indem ein hohes Mass der relativen Rotation zwischen dem Flügelrad und der Flüssigkeit beibehalten wird, wird in der vorliegenden Flügelradanordnung durch die Kombination von radial gerichteten und axial gerichteten Strömungskomponenten, die durch das Flügelrad erzeugt werden, erreicht.

Weil Winkel Θ , welche die Flügel mit der Vertikalen einschliessen, die 45° oder grösser sind, dazu neigen, ein Spritzen und Wellen auf der Oberfläche der Schmelze zu erzeugen, ist es bevorzugt, einen kleineren Winkel zur Vertikalen zu verwenden, beispielsweise 30°–35°, so dass das Metall nach unten gedrückt, bzw. geleitet wird, so dass das Fluoridpulver in das schmelzflüssige Aluminium hereingezogen wird.

Die notwendige axiale Komponente der Strömung des schmelzflüssigen Metalls kann sogar mit einem Flügelrad, das vertikal angeordnete Flügel aufweist, angeordnet werden, indem das Flügelrad exzentrisch, d.h. seitlich angeordnetes Flügelrad mit schiefwinklig verlaufenden Flügel zu verwenden, so dass Schwingungen und Wellen bei der Oberfläche, d.h. des Spiegels des Metalles so klein als möglich gehalten werden können. Es hat sich herausgestellt, dass diese seitliche Anordnung des Flügelrades erlaubt, dass der Tiegel zu einem grösseren Mass gefüllt werden kann, ohne dass die Gefahr eines Spritzens entsteht, wobei dieses Einfüllen während des Rührens des Metalles in fahrbaren Tiegeln mit grossen Abmessungen durchgeführt werden kann. Diese seitliche, d.h. exzentrische Anordnung des Flügelrades bildet eine wichtige Eigenschaft einer bevorzugten Anordnung gemäss der Erfindung, weil dieses zulässt, dass in einem Tiegel einer vorgegebenen Grösse eine wesentlich grössere Charge Metall behandelt werden kann.

Bei einem gegebenen Flügelrad ist das kleinste Mass der Rotation ein solches, das eine stabile Wirbelströmung erzeugt und aufrecht erhalten wird, währenddem das grösste Mass an Rotation dasjenige ist, oberhalb welchem Luft in die Schmelze, die gerührt wird, hereingezogen wird. Diese Werte sind durch den Durchmesser d des Flügelrades bestimmt. Das optimale Mass an Rotation ist dasjenige, welches eine gute Wirbelströmung erzeugt, ohne dass ein übermässiges Spritzen des Metalles und Verlust desselben erzeugt wird oder das für eine Erosion, d.h. Abtragung entweder der feuerfesten Auskleidung des Tiegels oder des Werkstoffes, aus dem das Flügelrad gefertigt ist, verantwortlich wäre. Setzt man ein Flügelrad ein, das ein d/D-Verhältnis innerhalb des bevorzugten Bereiches von 0,15–0,40 aufweist, ist es zur Zeit bevorzugt, ein solches Flügelrad mit einer Drehzahl von ungefähr 100–300 upm zu rotieren. Jedoch können Drehzahlen ausserhalb dieses Bereiches ebenfalls verwendet werden, solange sie die erwünschte Wirbelströmung erzeugen, ohne dass ein übermässiges grosses Spritzen stattfindet. Die Verwendung eines seitlich zur Mittelachse des Tiegels angeordneten Flügelrades, das schräg verlaufende Flügel, d.h. Flügel mit einem Anstellwinkel aufweist, welches Flügelrad im oben genannten Drehsinn gedreht wird, hat sich als besonders zufriedenstellend zum Er-

zeugen der stabilen Wirbelströmung mit einer stark wirksamen Kombination von axialen und radialen Strömungskomponenten herausgestellt, welches das Eindringen der festen Fluoraluminiumteilchen in die Metallschmelze unterstützt bzw. fördert.

Währenddem die Aluminiumschmelze mit AlF_3 -Pulver behandelt wird, setzen sich die Alkalimetalle und Erdalkalimetalle mit AlF_3 um, um gemischte alkalische kryolithionische Zusammensetzungen bzw. Stoffgemische zu bilden, beispielsweise $\text{Na}_3\text{Al}_3\text{F}_{14}$, $\text{Na}_2\text{LiAlF}_6$, und $\text{Li}_3\text{Na}_3\text{Al}_2\text{F}_{12}$. Diese Stoffe bzw. Gemische oder Gemenge, die einen verhältnismässig tiefen Schmelzpunkt aufweisen, können sich sehr einfach ansammeln oder können sehr einfach an den Wänden des Tiegels anhaften oder auf der Oberfläche der Metallschmelze schwimmen, an welcher Stelle sie sich mit Metalloxid oder Teilchen des Elektrolyten des Tiegels umsetzen, welche Stoffe nach dem Ausschöpfen, d.h. Entleeren der Elektrolysisreduktionszellen immer vorhanden sind. Bei einem nachfolgenden Überführen von Metall mittels eines Abschöpfens bzw. eines Ablassens verbleibt der grösste Anteil dieser Stoffe bzw. Stoffzusammensetzungen innerhalb des Tiegels und werden damit von der Aluminiumschmelze getrennt.

Obwohl es erwünscht ist, ein AlF_3 hoher Güte für ein schnelles Umsetzen mit den Alkalimetallen zu verwenden, könnte ein höheres Zugabeverhältnis von AlF_3 -Al ein Pulver kleiner Güte ausgleichen. Andere Gemische, welche verwendet werden können sind AlF_3 kleinerer Güte (z.B. AlF_3 gemischt mit Al_2O_3) oder ein Elektrolysenbadstoff, der einen hohen Überschuss an AlF_3 (d.h. Na_3AlF_6 mit einem Überschuss an AlF_3) enthält.

Um die Erfindung noch weiter zu erläutern wird nun auf die folgenden Beispiele Bezug genommen:

Beispiel 1

130 kg-Proben einer Aluminiumschmelze mit einem Reinheitsgehalt von 99,7%, die zwischen ungefähr 20 und 25 p.p.m Li enthielten wurden mit festem AlF_3 behandelt, bis zu einer Siebfeinheit – 35 gemahlen, wobei jedes der nachstehenden Verfahren durchgeführt wurde:

A. 300 g AlF_3 Teilchen der Oberfläche der Schmelze zugeben ohne ein Umrühren.

B. 200 g AlF_3 Teilchen der Oberfläche der Schmelze zugeben, wobei die Schmelze mittels eines Rotors umgerührt wird, der mit 900 u.p.m. rotiert; ohne Erzeugung einer Wirbelströmung.

C. 300 g AlF_3 Teilchen in der Schmelze unterhalb ihrer Oberfläche durch eine Graphitlanze eingebracht, wobei Stickstoff als Trägergas verwendet wurde.

D. 200 g AlF_3 Teilchen wie in C. eingebracht, wobei jedoch die Schmelze mittels eines Rotors umgerührt wird (oberhalb des Mundstückes der Lanze angeordnet), welcher Rotor mit 900 u.p.m. rotiert.

E. 200 g (E-1) und 300 g (E-2) AlF_3 Teilchen der Oberfläche der Schmelze hinzugegeben, währenddem in der Schmelze eine stabile Wirbelströmung erzeugt und beibehalten wird, wozu ein Rührwerk verwendet wird, das mit 225 u.p.m. rotiert, dies gemäss des vorliegenden Verfahrens.

Bei einer weiteren Ausführung (F) wurde kein AlF_3 verwendet, jedoch wurde die Schmelze umgerührt (ohne dass eine Wirbelströmung erzeugt wurde) indem ein Rotor verwendet wurde, der mit 900 u.p.m. dreht. Die Ergebnisse waren die folgenden:

Vorgang	Li(p.p.m) verbleibend nach einer Behandlungsdauer von:				
	0 Min. (Beginn)	3 Min.	6 Min.	9 Min.	12 Min.
A	24	14	9	6	4
B	22	10	7	5	3
C	23	9	4	2	1
10 D	15	7	2	1	1
E-1	20	2	2	1	1
E-2	24	3	2	1	1
F	22	16	14	12	11

15 Die Vorgänge, die eine Ausführung des vorliegenden Verfahrens sind (E-1 und E-2) brachten eine merkbar schnellere Verminderung des Gehaltes an Lithium denn irgendwelcher anderer Vorgang, um das Ausmass an Lithium, das nach 9 Min. (1 p.p.m.) mittels der Vorgänge gemäss des vorliegenden 20 Verfahrens erreicht wurde, wurde nur durch das Vorgehen (D) erreicht, bei dem in Kombination ein Einbringen und ein Umrühren verwendet wurde, wobei das ursprüngliche Ausmass an verunreinigendem Lithium viel tiefer war.

Die Abmessungen und die Anordnung des Rührwerkes, 25 d.h. dessen Flügelrades in diesem Beispiel waren die folgenden:

Der Durchmesser des Flügelrades d, betrug 12,5 cm und das Flügelrad war ein vierblättriges Flügelrad, wobei die Flügelhöhe 8,8 cm betrug und die Flügel um einen Winkel von 30 35° zur Vertikalen schiefwinklig angeordnet war.

Der Durchmesser des Tiegels betrug 50 cm und die Werte von H und x waren 37,5 cm bzw. d/2.

Beispiel 2

35 Indem eine Vorrichtung der Ausführung verwendet wurde, die in der Zeichnung gezeigt ist, welche Vorrichtung einen zylindrischen Tiegel aufweist, der einen Innendurchmesser von ungefähr 160 cm und ein Nennfassungsvermögen von ungefähr 4500 kg Aluminiumschmelze aufweist, wurde eine Folge von Mengen schmelzflüssigen Aluminiums, das jeweils mit Lithium und Natrium verunreinigt war, gemäss des vorliegenden Verfahrens behandelt. Bei jedem Versuch bzw. in jedem Fall war der Tiegel mit dem schmelzflüssigen Aluminium bis zu einer Höhe von 100 cm angefüllt und es wurde 40 AlF_3 Pulver in einen Mengenstrom von ungefähr 1,7 kg pro metrische Tonne Aluminium der Oberfläche des schmelzflüssigen Aluminiums zugegeben. Ein Flügelrad mit schräggestellten Flügeln, die eine Flügelhöhe von 25 cm aufwiesen, und welches Flügelrad einen Durchmesser von 45 cm aufwies, wurde 45 in die Aluminiumschmelze eingetaucht, wobei das Flügelrad eine Exzentrizität, d.h. eine seitlich verschobene Stellung von 20–30 cm (vorzugsweise 22,5 cm) aufwies, wobei der Mittelpunkt der Flügel des Flügelrades 37,5 cm oberhalb des Bodens des Tiegels angeordnet war, derart, dass die oberen Räder der Flügel in der Mitte zwischen dem Spiegel der Schmelze und dem Boden des Tiegels angeordnet waren (womit entsprechend die Flügel vollständig in der unteren Hälfte der Schmelze angeordnet waren); in jedem Fall bzw. bei jedem Versuch wurde das Flügelrad während 10 Minuten in einer 50 Drehzahl zwischen ungefähr 130 und 135 u.p.m. rotiert, um eine stabile Wirbelströmung zu erzeugen und aufrechtzuerhalten. Die Art und Weise der Zugabe der AlF_3 Teilchen und die Temperatur der Metallschmelze wurden von Prüfung zu Prüfung unterschiedlich gehalten. Die Ergebnisse 20 aufeinanderfolgender Prüfungen waren die folgenden.: 65

Art und Weise der Zugabe von AlF_3 zum Spiegel der Schmelze **	Lithium (p.p.m.)			Natrium (p.p.m.)			Metalltem- peratur (°C)
	Beginn	Nach 10 Min.	% entfernt	Beginn	Nach 10 Min.	% entfernt	
a	19.9	0.9	95	63	<1	~100%	743
a	16.2	1.1	93	43	<1	~100%	780
b	19.7	0.5	97	42	<1	~100%	705
b	18.1	1.0	94	35	<1	~100%	765
b	18.5	0.4	98	33	<1	~100%	735
b	20.6	0.8	96	47	<1	~100%	720
b	15.4	0.3	98	39	<1	~100%	722
b	15.7	0.9	94	39	<1	~100%	720
b	14.9	1.3	91	44	<1	~100%	800
b	12.1	1.4	88	31	<1	~100%	725
b	21.0	0.5	98	61	<1	~100%	730
c	16.5	1.2	93	28	<1	~100%	745
d	21.2	1.0	95	48	<1	~100%	785
d	19.8	2.4	88	58	1	~100%	870
e	17.7	1.7	90	32	<1	~100%	810
f	16.7	1.2	93	41	<1	~100%	*
f	17.6	1.6	91	42	<1	~100%	*
g	6.8	0.8	88	7	<1	~100%	*
g	13.2	2.3	83	43	2	~100%	*
g	16.8	1.7	90	35	<1	~95%	*

* nicht gemessen

** a 50% AlF_3 beim Beginn zugegeben;

b 33% nach dem das Flügelrad 1 Minute lang im Betrieb war

c 33% beim Beginn hinzugegeben,

d fortlaufendes Zugeben während 1,5 Minuten beginnend mit dem Betrieb des Flügelrades

e fortlaufendes Zugeben während 1,0 Minuten vom Beginn des Betriebes des Flügelrades

f 33% beim Beginn, 33% nach Ablauf von 15 Sekunden, 33% nach Ablauf von 30 Sekunden nach Beginn des Betriebes des Flügelrades,

g 33% bei Beginn, 33% nach Ablauf von 10 Sekunden, 33% nach Ablauf von 20 Sekunden hinzugegeben.

Die Daten zeigen die nachteilige Einwirkung einer erhöhten Metalltemperatur im Bezug auf die Wirksamkeit der Entfernung von Lithium, welches einem thermodynamisch gesteuerten Lithiumgleichgewicht zwischen dem Fluoridstoff und dem Metall zuzuschreiben ist, welches ein 100% wirksames Entfernen von Lithium aus dem heissen Metall verhindert; eine gleiche Wirkung konnte für Natrium nicht beobachtet werden, weil Natrium den höheren Dampfdruck aufweist, welcher das Entfernen des Natriums unterstützt.

Für die 20 Prüfungen, die in der vorstehenden Tabelle angeführt sind, war die durchschnittliche Wirksamkeit im Bezug auf das Entfernen von Lithium nach einer Behandlungszeit von 10 Minuten 93%. Dieses entspricht einem Lithiumanteil (für das behandelte Metall) der zufriedenstellend ist, d.h. für die meisten Zwecke unterhalb des maximalen annehmbaren Grenzwertes.

Beispiel 3

Mehrere Behandlungsfolgen wurden in fahrbaren Tiegeln in Aluminium durchgeführt, welches Aluminium aus Elektrolysisreduktionszellen in die Tiegel überführt worden war. Das verwendete Fluoraluminiumpulver (92% Gew.-% AlF_3 , ungefähr 8 Gew.-% Al_2O_3) wies ein Schüttgewicht von 1,5–1,7 g/cm^3 auf und die Verteilung der Korngrösse war die folgende: 25% grösser als 100 Mikron, 50% grösser als 80 Mi-

kron, 75% grösser als 65 Mikron. Bei diesen Behandlungsverfahren enthielten die Tiegel jeweils ungefähr 3,500 kg geschmolzenes Aluminium. Ein Flügelrad mit 3 Flügeln mit einem Winkel zur Vertikalen der Flügel (Winkel Θ) von 35° , einen Durchmesser (d) von 46 cm und eine Flügelhöhe (h) von 25 cm wurde verwendet und in Drehung versetzt, um eine stabile Wirbelströmung zu erzeugen und aufrecht zu erhalten; Die Verhältnisse d/D und h/H betragen jeweils 0,25 und die maximale Behandlungsdauer betrug 6 Minuten. Die Exzentrizität des Flügelrades, d.h. dessen Seitenstellung x betrug d/2. In jeder Prüfungsfolge wurden mehrere Tiegel behandelt. Aus Vergleichsgründen wurde eine Folge (Folge 1) ohne Verwendung von Fluoraluminium durchgeführt. Die verbleibenden 6 Folgen der Behandlung waren Ausführungen des erfindungsgemässen Verfahrens. In den Folgen 2–5 wurde die gesamte Menge Fluoraluminium beim oder vor dem Beginn des Rührens hinzugegeben; in den Folgen 6 und 7 wurde $\frac{1}{3}$ des Fluoraluminiums bei Beginn des Rührens zugegeben, $\frac{1}{3}$ nach einer halben Minute und ein drittes Drittel nach Ablauf einer Minute nach Beginn des Rührens. Das Metall in den Tiegeln der Folgen 7 enthielt ursprünglich 101 p.p.m. Magnesium; das Metall in den anderen 6 Folgen enthielt weniger als 10 p.p.m. Magnesium.

Die Ergebnisse waren die folgenden:

Prüffolge Nr.	Anzahl behandelter Tiegel	Menge von zugegebenen AlF_3	kg AlF_3 /metrische Tonne/Al	Rührgeschwindigkeit (u.p.m.)	Metalltemperatur ($^{\circ}\text{C}$)	Lithium			Natrium			Calcium											
						Beginn	3 min	% Entfernung	ppm	6 min	% Entfernung	ppm	3 min	6 min	% Entfernung	ppm	3 min	6 min	% Entfernung				
1	7	0	0	175	811	21	17.9	15%	17	19%	54	21	61%	15	72%	2	1	1	72%	2	1	1	72%
2	10	0.7	0.7	100	771	17.9	10.2	43%	8.0	55%	36	8.7	76%	4.9	86%	3	1	1	86%	3	1	1	86%
3	11	2.0	2.0	100	744	18.1	7.6	58%	4.7	74%	30	6.8	77%	3.2	89%	3	2	2	89%	3	2	2	89%
4	4	3.3	3.3	100	759	15.0	5.3	65%	3.3	78%	34	6.5	81%	3.3	90%	2	1	1	90%	2	1	1	90%
5	4	2.0	2.0	150	752	18.5	6.6	64%	2.7	85%	42	7.1	83%	3.2	92%	3	1	1	92%	3	1	1	92%
6	7	2.0	2.0	175	765	17.0	5.5	68%	2.2	87%	37	6.6	82%	1.5	96%	2	1	1	96%	2	1	1	96%
7	7	2.0	2.0	175	780	14.1	5.1	64%	2.4	83%	37	7.2	81%	2.5	93%	2	1	1	93%	2	1	1	93%

Die Folgen 1 illustrieren das Entfernen von Alkalimetallen aufgrund ausschliesslich des Umrührens des Aluminiums. Die höhere Wirksamkeit im Bezug auf das Entfernen von Natrium nach 3 und 6 Minuten (61% und 72%) verglichen mit der kleineren Wirksamkeit in Bezug auf das Entfernen von Lithium (15% und 19%) ist dem viel kleineren Dampfdruck von Lithium im Vergleich mit Natrium zuzuschreiben. In der Tat weist Natrium bei Umgebungsdruck einen Siedepunkt von 882 °C im Vergleich mit 1,329 °C für Lithium auf.

Die Folgen 2, 3 und 4 vergleichen die Auswirkung der Menge von AlF_3 im Bezug auf die Entfernung von Natrium und Lithium. Es ist ersichtlich, dass ein Erhöhen des Mengenverhältnisses kg AlF_3 /metrische Tonne Al von 0,7 bis 3,3 eine spürbare Auswirkung auf das Entfernen von Lithium aufweist. Diese Wirkung ist im Bezug auf Natrium nicht so stark augenfällig, weil ein schnelleres Entfernen von Natrium aufgrund von lediglich Oxidation erfolgt.

Die Folgen 5 sind dieselben wie die Folgen 3 mit der Ausnahme, dass die Drehzahl, u.p.m. von 100 zu 150 erhöht wurde. Dieses erhöhte die Wirkungszeit im Bezug auf das Entfernen von Natrium und Lithium von 89% zu 92%, bzw. 74% zu 85%. Die Folgen 6 zeigen den Einfluss einer nachfolgenden Zugabe von AlF_3 Pulver auf die Menge Alkalimetalle, die entfernt wird für 7 fahrbare Tiegel. Es ist ersichtlich, dass dieses ebenfalls zu einer Erhöhung des Ausmasses des Entfernens beihilft, möglicherweise, indem die Kontaktfläche zwischen dem Pulver und dem Aluminium erhöht wird (die Zugabe einer grossen Menge AlF_3 in einer Charge kann bewirken, dass sich das Pulver zusammenballt und damit die wirksame Berührung mit dem Aluminium vermindert wird.

Die Folgen 7 zeigen den Einfluss von Mg Metall, das zusätzlich zu Li, Na und Ca vorhanden ist. Der Gehalt an Mg betrug nach einem 3-minütigen Umrühren 46 p.p.m. (54% entfernt) und nach einer Umrühdauer von 6 Minuten 30 p.p.m. (70% entfernt). Daraus kann geschlossen werden, dass

wenn Mg vorhanden ist, sogar in einer Konzentration, die grösser ist als die anderen Alkalimetalle, dieses Mg die Wirksamkeit des Verfahrens nicht spürbar beeinflusst. Der Grund, dass in diesen Prüfungen Mg vorhanden war, war die Verwendung eines LiF-MgF_2 Elektrolyten in den Elektrolyse-
5 reaktionszellen. Das Vorhandensein von Magnesium im Metall aufgrund anderer Gründe (z.B. Verunreinigungen, die von Al-Mg Legierungen stammt) könnte auch toleriert werden. Falls jedoch die Mg-Konzentration ansteigt, müsste die
10 Zugabe von AlF_3 entsprechend geändert werden, so dass eine bleibende Wirksamkeit im Bezug auf das Entfernen von Lithium und Natrium aufrecht erhalten wird.

Beispiel 4

In zwei weiteren Prüfungen, in welchen dieselbe Ausrüstung verwendet wurde, die in dem Beispiel 3 beschrieben ist, wurden Gruppen von fahrbaren Tiegeln, die jeweils ungefähr 3400 kg geschmolzenen Aluminiums enthielten, gemäss der
20 vorliegenden Erfindung behandelt. Jedem Tiegel wurde AlF_3 Pulver in einem Ausmass von 2,0 kg AlF_3 /metrische Tonne Al in drei gleichen Teilen zugegeben, ein erster Teil beim Beginn, ein zweiter 30 Sekunden nach dem Beginn des Rührens und der dritte Teil nach Ablauf einer Minute nach Beginn des
25 Rührens. Das Rühren wurde 6 Minuten lang bei 175 u.p.m. durchgeführt, wobei eine stabile Wirbelströmung wie in der Prüfung 6 des Beispiels 3 erzeugt und aufrechterhalten wurde. Das behandelte Metall der einen Folge wurde zum Herstellen einer ersten Legierung verwendet (die bei der Aluminium Association als AA-1350 definiert ist) und das behandelte
30 Metall der zweiten Folge wurde zum Herstellen einer zweiten Legierung verwendet (von der Aluminium Association als AA-5154 definiert). Nach dem Herstellen der Legierung wurde der Anteil an Alkalimetall und an Erdalkalimetall gemessen. Die Ergebnisse waren die folgenden:

Durchschnittliche Analyse

Hergestellte Legierung	Gesamtgewicht des behandelten Metalles (metrische Tonnen)	Vor der Behandlung ppm	Nach der Behandlung ppm	% Entfernung	Vor dem Giessen (Nach dem Legieren) ppm
AA-1350	7.1 (21 Tiegel)	Na-29	1.7	94%	<1
		Li-17	2.6	85%	0.2
		Ca-2	<1		<1
AA-5154	85 (25 Tiegel)	Na-37	2.1	94%	<1
		Li-17	2.7	84%	0.6
		Ca-3	<1		<1

Beispiel 5

Es ist ersichtlich, dass die Wirksamkeit dieselbe Grössenordnung wie die der Prüfung 6 des Beispiels 3 aufweist. Es kann auch aus geschlossen werden, dass die Konzentration von Natrium und Lithium nach der Behandlung weiterhin abnimmt. Dieses kann verschiedenen Bearbeitungen des Metalles und anderer darauf einwirkender Einflüsse zugeschrieben werden (Überführen, Legieren, Rühren, Wärmen, bei einer Temperaturhaltung etc.), welche Einwirkungen das Oxidieren der Alkalimetalle im Ofen beschleunigen.

Indem wieder dieselbe Ausrüstung und dasselbe AlF_3 Pulver gemäss den Beispielen 3 und 4 verwendet wurden, wurde schmelzflüssiges Aluminium in fahrbaren Tiegeln, von denen jeder 3500 kg Aluminium enthielt, während 10 Minuten bei 100 u.p.m. gerührt, wobei eine stabile Wirbelströmung erzeugt und beibehalten wurde. Nach der Behandlung wurde
65 das Metall für 10 Minuten stehen gelassen und darauf der Anteil an Alkalimetallen gemessen. Die Ergebnisse waren die folgenden:

Analyse (p.p.m.)

Prüfung Nr.	AlF ₃ kgs/Tonne	Temp. (°C)		Während der Behandlung (Min.)			10 Min. nach der Behandlung
				Beginn	6	10	
A	2.0	760	Li	18.3	6.0	3.6	3.1
			Na	43	9.0	4.0	3
B	2.6	825	Li	15	4.3	2.7	2.5
			Na	40	5	2	1

Die beobachtete weitere Abnahme des Gehaltes an Alkalimetallen, nachdem das Rühren beendet worden war, kann durch das hohe Mass der Wirksamkeit der AlF₃-reichen Umsetzungserzeugnisse, die in Berührung mit dem schmelzflüssigen Aluminium standen erklärt werden. Sogar, falls dieses Abnehmen dieser Alkalimetalle während des Stehenlassens nach der Behandlung nicht stark wichtig ist im Vergleich der Verminderung des Gehaltes während der Behandlung selbst, ist dennoch zu schliessen, dass während des Haltens der Schmelze im fahrbaren Tiegel zwischen der Behandlung der Schmelze und dem Überführen zum Gussöfen die Gefahr einer Rückumsetzung (Aufnahme alkalischer Metalle) nicht vorhanden ist. Dieses würde nicht der Fall sein, falls die Alkalimetalle entfernt werden würden, indem eine Behandlung mit Chlorgas, d.h. eine Umsetzung mit Chlorgas durchgeführt würde.

Beispiel 6

Um die Auswirkung der Schrägstellung der Flügel des Flügelrades zu erläutern, wurde eine Folge Prüfungen mit Proben von jeweils 125 kg schmelzflüssigem Aluminiums mit einem Reinheitsgrad von 99,7% bei einer Temperatur von 825 °C durchgeführt, wobei ein Fluoraluminiumpulver mit einer Korngrösse entsprechend einer Siebfeinheit von - 35 Mesh zugegeben wurde, wobei die Zugabe im Verhältnis 0,8 kg/metrische Tonne Al betrug. Es wurden Flügelräder mit Flügeln unterschiedlicher Winkel zur Vertikalen verwendet. In jedem Falle war d = 1,5 cm; h = 11 cm; d/D = 0,25; und h/H = 0,25 und x = d/2. Das Rühren wurde während 6 Minuten bei 250 u.p.m. durchgeführt. Die Ergebnisse waren die folgenden:

Anzahl Flügel	Winkel, der mit der Vertikalen eingeschlossen ist Θ	Lithium Konzentration ppm (% Entfernung)		Zeitdauer des Rührens - Min.
		Beginn		
		3	6	
4	0°	27	13 (52%)	11 (60%)
4	30°	40	12 (70%)	8 (80%)
4	35°	26	5 (81%)	3.5 (86%)
4	45°	26	4 (85%)	3 (88%)
3	35°	26	4 (85%)	1 (96%)

Ein Vergrössern des Anstellwinkels erhöhte die prozentuale Entfernung von Li nach 3 und 6 Minuten und die An-

zahl Flügel schien ebenfalls die Wirksamkeit des Entfernens zu beeinflussen.

Beispiel 7

Eine künstliche Mischung, die jeweils 50% Kryolit (Na₃AlF₆) und AlF₃ (Gewichtsverhältnis von NaF/AlF₃ = 0,43) enthielt, wurde hergestellt, indem man diese zwei Stoffe zusammen brachte und dann zu einer Korngrösse entsprechend einer Siebfeinheit von - 35 Mesh mahlte und darauf zur Behandlung des schmelzflüssigen Aluminiums entsprechend des vorliegenden Verfahrens verwendete. Es wurden zwei Proben Aluminium von jeweils 150 kg bei jeweils 825 °C behandelt, indem ein Rührwerk verwendet wurde, das vier Flügel aufwies, wobei ein Winkel Θ von 30° und ein Durchmesser (d) von 12,5 cm gewählt wurde; Höhe der Flügel h war 11 cm und der, in welchem die Behandlung durchgeführt wurde, war derart bemessen, dass die Verhältnisse D/d und h/H jeweils = 0,25 waren; bei einer der zwei Prüfungen wurde ein Fluorid enthaltender Stoff verwendet, der aus 85 Gew.-% AlF₃ und 15 Gew.-% Al₂O₃ bestand und die andere wurde mit dem oben erwähnten Kryolit-AlF₃ Gemisch verwendet, wobei beide in einem Anteil von 2,0 kg pro metrische Tonne Aluminium zugegeben wurde. Die Ergebnisse waren die folgenden:

AlF ₃ -enthaltender Stoff	Lithium-Konzentration (ppm) bei Dauer des Rührens (min).					
	Beginn	1	2	3	4	5
85% AlF ₃ 15% Al ₂ O ₃	21	6.3	3.8	2.5 (88%)	1.5	1.0 (95%)
50% AlF ₃ / 50% Na ₃ AlF ₆	30	7.5	3.6	2.4 (92%)	1.5	1 (> 97%)

Die hohe Wirksamkeit des AlF₃/Na₃AlF₆ Gemisches ist möglicherweise der Bildung von Phasen mit einem tiefen Schmelzpunkt (ungefähr 700 °C) zuzuschreiben. Dieses Gemisch schmilzt daher, nachdem es in Berührung mit dem schmelzflüssigen Aluminium gekommen ist, so dass eine Flüssigkeit-Flüssigkeitsumsetzung und nicht die Feststoff-Flüssigkeitsumsetzung mit dem AlF₃-Pulver stattfand, welches die Verdünnung des Fluoraluminiums ausgleicht.

Zusätzlich wurde Fluoraluminiumpulver in Mischungen mit einem grossen Bereich unterschiedlicher Teilchengrössenverteilung verwendet, wobei die durchschnittliche Abmessung der Teilchen sich zwischen 1 und 0.05 mm bewegte.

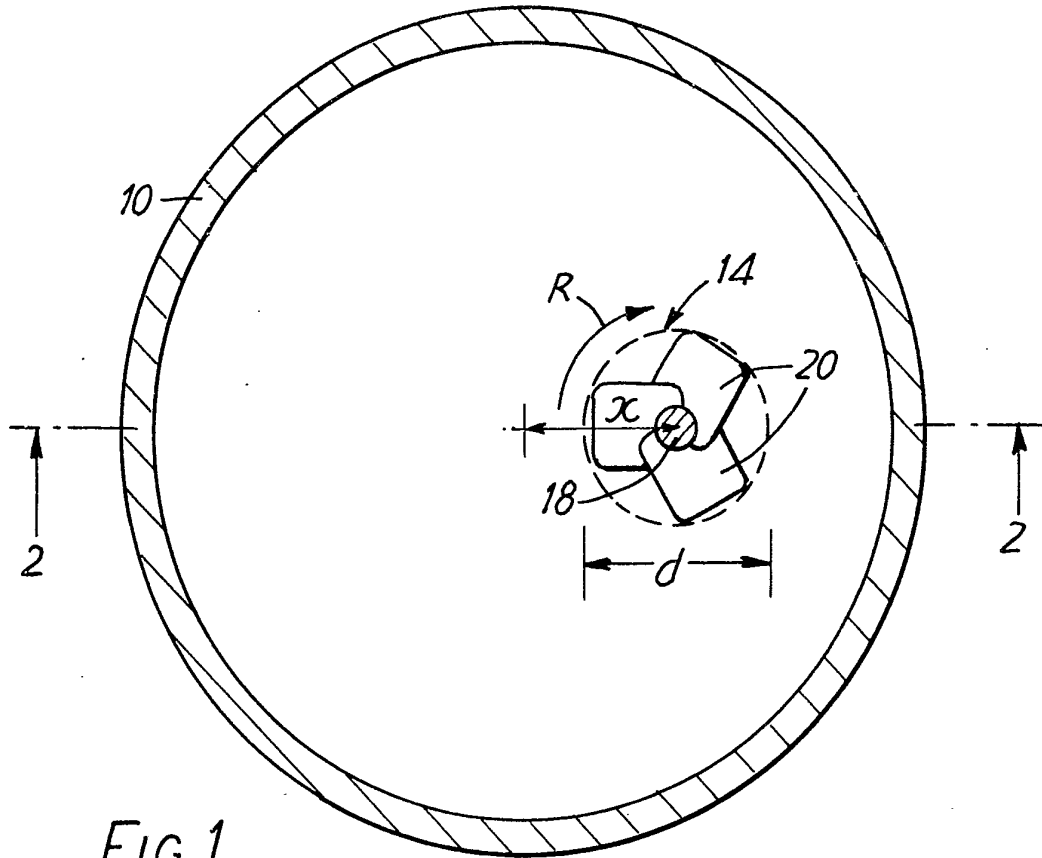


FIG. 1

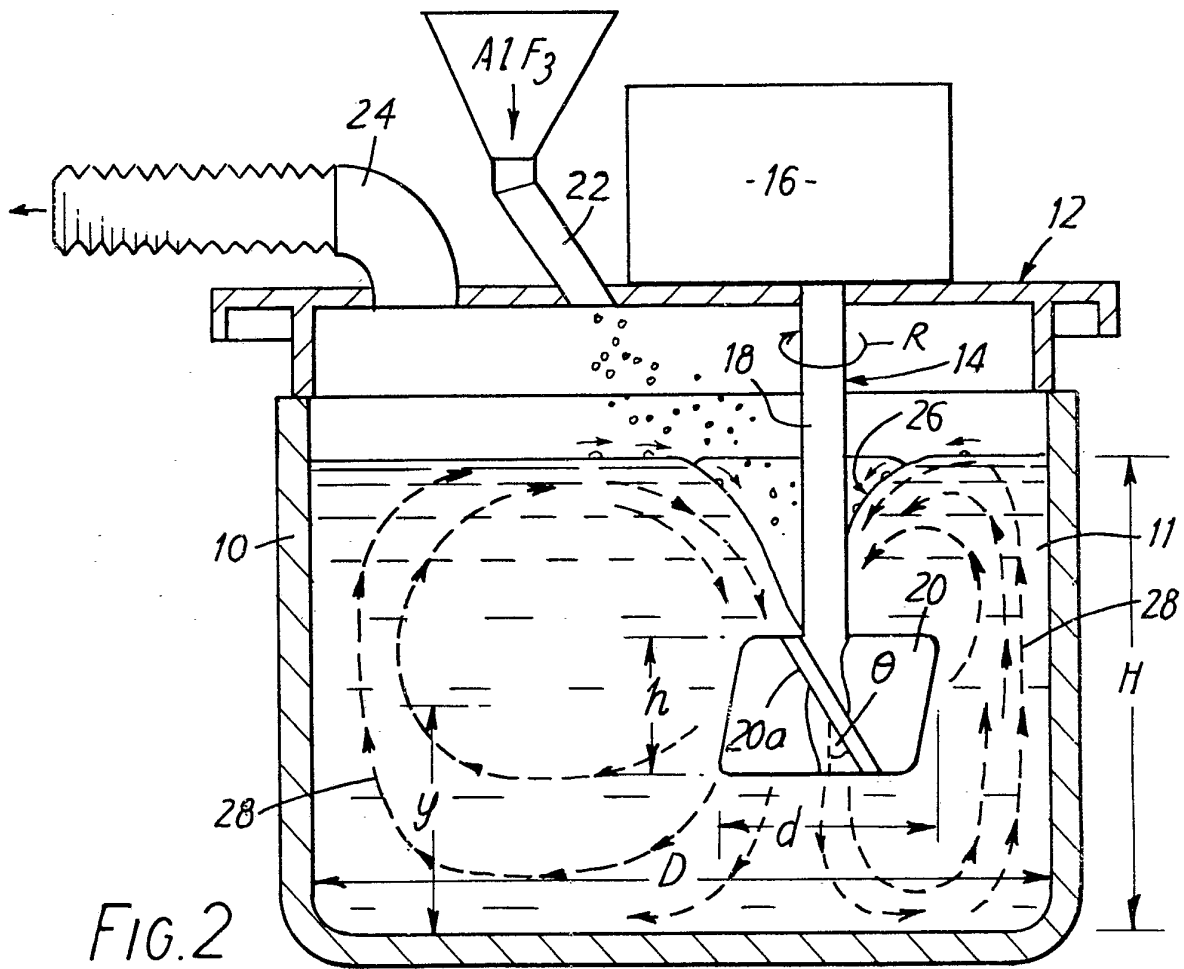


FIG. 2