(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3721793号
(P3721793)
(45)発行日　平成17年11月30日(2005.11.30)　(24)登録日　平成17年9月22日(2005.9.22)

(51)Int.Cl.[7]	F I
C22B 21/06	C22B 21/06
C22B 9/16	C22B 9/16
H01G 9/042	H01G 9/04　331

請求項の数 6　(全 10 頁)

(21)出願番号　特願平10-222874
(22)出願日　平成10年8月6日(1998.8.6)
(65)公開番号　特開平11-124637
(43)公開日　平成11年5月11日(1999.5.11)
審査請求日　平成15年4月22日(2003.4.22)
(31)優先権主張番号　特願平9-214667
(32)優先日　平成9年8月8日(1997.8.8)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

(73)特許権者　000002093
住友化学株式会社
東京都中央区新川二丁目２７番１号
(74)代理人　100093285
弁理士　久保山　隆
(72)発明者　田中　一郎
茨城県つくば市北原６　住友化学工業株式会社内
(72)発明者　田渕　宏
茨城県つくば市北原６　住友化学工業株式会社内
(72)発明者　高橋　明彦
茨城県つくば市北原６　住友化学工業株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】アルミニウムの精製方法およびその用途

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

溶融アルミニウム中に冷却体を浸漬し、その冷却体の表面の温度が該溶融アルミニウムの液相線温度未満になるように冷却してその冷却体の表面に精製されたアルミニウムを晶出成長させるアルミニウムの精製方法において、冷却体を回転させるとともに冷却体の周囲で該溶融アルミニウムに働く遠心加速度が０．０１ｍ／ｓ^{2}以上、１５００ｍ／ｓ^{2}以下の範囲になるように該溶融アルミニウムを旋回させ、かつガス気泡を形成するガスの導入量が精製して回収されるアルミニウム１ｋｇ当たりにつき０．０１～１５０リットル（２５℃、１気圧）の範囲になるようにガス気泡を該溶融アルミニウム中に導入して冷却体の表面に精製アルミニウムを晶出させることを特徴とするアルミニウムの精製方法。

【請求項２】

ガス気泡を形成するガスの種類が不活性ガス、窒素、空気、塩素ガス、塩化物ガス、またはこれらの混合物である請求項１記載のアルミニウムの精製方法。

【請求項３】

ガス気泡を形成するガスの種類が空気である請求項１記載のアルミニウムの精製方法。

【請求項４】

ガス気泡を形成するガスの種類が不活性ガスおよび／または窒素であって、該ガスの露点が－８℃以上、３０℃以下である請求項１記載のアルミニウムの精製方法。

【請求項５】

請求項１乃至４記載の方法により得られた精製アルミニウムを原料として用いた電解コン

デンサー用アルミニウム箔。
【請求項６】
精製アルミニウム中のＳｉ含有量が３５重量ｐｐｍ以下、かつＦｅ含有量が３０重量ｐｐｍ以下である請求項５記載の電解コンデンサー用アルミニウム箔。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明はアルミニウムの精製方法に関する。詳しくは、偏析原理を利用して、Ｓｉ、Ｆｅ等の共晶不純物を含む溶融アルミニウムから、より高純度なアルミニウムを晶出させてアルミニウムを精製する方法およびその用途に関する。
【０００２】
【従来の技術】
これ迄、偏析原理を利用したアルミニウムの精製方法としては、溶融アルミニウムを下方または周辺から冷却凝固させる際に，その凝固界面近傍の該溶融アルミニウムを攪拌する方法や、該溶融アルミニウム中に冷却体を浸漬し、その冷却体内に冷却媒体を供給しつつこの冷却体を回転し、その周面に高純度の精製アルミニウムを晶出させる方法等が知られている。
【０００３】
偏析原理を利用した精製方法においては、凝固界面近傍の溶融アルミニウム中に排出された不純物の濃縮層をできる限り除去することにより薄くし、溶融アルミニウム全体に不純物を分散させることにより精製効率が向上するが，比較的速い生産速度でこれを達成するためには晶出したアルミニウムと溶融アルミニウムとの相対速度を増加させ、濃縮された不純物を不純物の少ない溶融アルミニウム中に洗い流し去る効果を高める手法が提案されている。例えば、特公昭６１－３３８５号公報には、冷却体の外周部と溶融アルミニウムとの相対速度が１６００ｍｍ／ｓ～８０００ｍｍ／ｓとなるように冷却体を回転させることによって凝固界面近傍の不純物の濃縮層を薄くし、精製アルミニウムの純度を高くすることが提案されており、また、特公昭６３－６４５０４号公報には、溶融アルミニウムを下方より凝固させる際に、凝固界面近傍の溶融アルミニウム中に回転体の下部中央から気泡を放出させ、不純物の濃縮層中における不純物の拡散を促進させ、溶融アルミニウム全体に分散させることによって精製アルミニウムの純度を高くすることが提案されている。
【０００４】
さらに、特公平５－８５２５８号公報には、溶融アルミニウム中から水素を効率よく除去する方法として、溶融アルミニウムを撹拌するとともに、水素除去処理ガスを溶融アルミニウム中に吹き込みながら溶融アルミニウムを一方向凝固させる方法が提案されている。
【０００５】
【発明が解決しようとする課題】
しかしながら、これら従来の技術においては得られる精製アルミニウム中の不純物を十分には除去できない。すなわち、回転する冷却体を用いる方法においては、精製アルミニウムの純度を上げるためには冷却体外周部と溶融アルミニウムとの相対速度をできるだけ大きくすることが望ましいが、冷却体の回転に伴って溶融アルミニウムも同方向に流れるため、実質的に不純物の濃縮層を薄くする効果には限界がある。また、溶融アルミニウムを下方より凝固させる際に、凝固界面近傍の液相中に回転体の下部中央から気泡を放出させたとしても、気泡は溶融アルミニウムよりも軽いために上昇し、凝固界面近傍の不純物の濃縮層への到達および撹拌作用は十分ではない。溶融アルミニウムを撹拌するとともに、水素除去処理ガスを溶融アルミニウム中に吹き込みながら溶融アルミニウムを一方向凝固させても溶融アルミニウム中から水素は効率よく除去されるがＳｉ、Ｆｅ等の共晶不純物の除去効率は必ずしも十分ではない。
本発明の目的は、上記問題を解決したアルミニウムの精製方法をよびその用途を提供することである。
【０００６】

【課題を解決するための手段】
本発明者等は、偏析原理を利用したアルミニウムの精製について鋭意検討した結果、冷却体を用いた極めて精製効率の高いアルミニウムの精製方法を見出し本発明を完成させるに至った。
【０００７】
すなわち、本発明は、溶融アルミニウム中に冷却体を浸漬し、その冷却体の表面の温度が該溶融アルミニウムの液相線温度未満になるように冷却してその冷却体の表面に精製されたアルミニウムを晶出成長させるアルミニウムの精製方法において、冷却体を回転させるとともに冷却体の周囲で該溶融アルミニウムに働く遠心加速度が０．０１ｍ／ｓ^{2}以上、１５００ｍ／ｓ^{2}以下の範囲になるように該溶融アルミニウムを旋回させ、かつガス気泡を形成するガスの導入量が精製して回収されるアルミニウム１ｋｇ当たりにつき０．０１～１５０リットル（２５℃、１気圧）の範囲になるようにガス気泡を該溶融アルミニウム中に導入して冷却体の表面に精製アルミニウムを晶出させることを特徴とするアルミニウムの精製方法、および本発明方法により得られる精製アルミニウムを原料として用いた電解コンデンサー用アルミニウム箔を提供する。
以下、本発明を詳細に説明する。
【０００８】
【発明の実施の形態】
本発明方法において、冷却体を回転させることによって冷却体の周囲で溶融アルミニウムを旋回させて、該溶融アルミニウムに働く遠心力の反作用の力によって、導入ガスの気泡が、冷却体の表面に晶出した精製アルミニウムと該溶融アルミニウムとの凝固界面へ移動、浮上しながら該凝固界面およびその近傍を擦過して、上記の凝固界面において導入ガスの気泡によって不純物の濃縮層が効率よく除去される結果、アルミニウムの精製効率を著しく向上させることができる。すなわち、本発明方法は、該溶融アルミニウムに働く遠心力の反作用の力を利用して、該溶融アルミニウム中に導入したガス気泡を効率的に上記の凝固界面に到達させ、ガス気泡を凝固界面に擦り付けながら上昇させて、上記の凝固界面に生じる不純物の濃縮層を効率よく除去できる。
【０００９】
本発明において、冷却体の周囲で溶融アルミニウムを旋回させるにあたり、冷却体を回転させることに加え、該溶融アルミニウム保持容器の回転による伴流効果、冷却体とは独立したインペラー、回転磁界などを組み合わせることも可能である。
【００１０】
本発明方法においては、通常、該溶融アルミニウムに働く遠心加速度が、０．０１ｍ／ｓ^{2}以上、１５００ｍ／ｓ^{2}以下の範囲になるような旋回速度で該溶融アルミニウムを冷却体周囲で旋回させるが、好ましくは０．１ｍ／ｓ^{2}以上、８００ｍ／ｓ^{2}以下の範囲になるような旋回速度で、より好ましくは１ｍ／ｓ^{2}以上、５００ｍ／ｓ^{2}以下の範囲になるような旋回速度で該溶融アルミニウムを冷却体周囲で旋回させる。該溶融アルミニウムに働く遠心加速度が０．０１ｍ／ｓ^{2}未満の場合には導入したガスの気泡が、冷却体の表面に晶出した精製アルミニウムと該溶融アルミニウムとの凝固界面およびその近傍へ到達することが不十分であり、逆に１５００ｍ／ｓ^{2}を越える場合には遠心力が大き過ぎるためにガス気泡が浮上離脱し難いので、冷却体の表面に空洞ができて、アルミニウムが晶出、成長しにくくなるので好ましくない。
【００１１】
本発明方法において、該溶融アルミニウム中へのガス気泡の導入は、冷却体とは別個のガス気泡導入管を用いる方法や、保持容器の底部に微細なガス気泡導入口を設置する方法、冷却体の底部の開孔から導入する方法等を用いることができ、該溶融アルミニウムに働く遠心加速度が０．０１ｍ／ｓ^{2}以上、１５００ｍ／ｓ^{2}以下の範囲になるように冷却体周囲で旋回している該溶融アルミニウム中にガス気泡が導入されるようにガス気泡導入口を設置する。
【００１２】

本発明において、該溶融アルミニウムを冷却体を中心に冷却体の周囲で旋回させる好ましい距離範囲は、溶融アルミニウムを旋回させる方法によって異なるが、該溶融アルミニウム中に導入したガス気泡を効率的に上記の凝固界面に到達させ、ガス気泡を凝固界面に擦り付けながら上昇させて、該溶融アルミニウムに働く遠心力の反作用の力を利用して、上記の凝固界面に生じる不純物の濃縮層を効率よく除去できるようにガスを導入できればよい。冷却体の表面に晶出したアルミニウムと該溶融アルミニウムとの凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が冷却体の近傍、１ｍｍ～１０ｍｍの範囲で該溶融アルミニウムが旋回していることが好ましい。

【００１３】

より精製効率を向上させるためには、旋回させる該溶融アルミニウムは、できるだけ広い領域がより好ましく、上記の凝固界面と該溶融アルミニウム保持容器の内壁までの範囲が本発明の旋回速度で旋回していればより好適である。

【００１４】

本発明において、溶融アルミニウム中に導入するガス気泡を形成するガスの種類としては、基本的にはその温度で溶融アルミニウム中で気体状態であるガスであれば何でも良いが、溶融アルミニウム中に多量に溶解しないガスが好ましく、ヘリウムガス、アルゴンガス等の溶融アルミニウムに対して不活性なガス、窒素ガス等の溶融アルミニウムに対して実質的に不活性なガス、空気、塩素ガス、塩化物ガス、またはこれらの混合ガスが利用可能である。

塩化物ガスとしては、溶融アルミニウム中で気体状態の塩化亜鉛、塩化アルミニウム、四塩化チタン、六塩化エタン、四塩化炭素、六塩化ベンゼン等の揮発性のフラックスを利用することができる。

【００１５】

特に空気は、気泡の表面に硬い酸化皮膜を形成するので凝固界面およびその近傍を擦過する効果が高く、凝固界面における不純物の濃縮層がより効率よく除去される結果、アルミニウムの精製効率をより向上させることができる上、上記のその他のガスよりもに安価に手に入れることができるので好ましい。

また、上記ガスの露点は特に限定されないが、不活性ガスおよび実質的に不活性なガスの場合、水蒸気を含んでいることが好ましく、より好ましい露点の範囲は－８℃以上、３０℃以下である。該露点が－８℃以上であると極めて精製効率が高くなるので好ましい。該露点が３０℃を超えると、配管内や装置の周辺に結露しやすくなり、結露によって付着した水分が溶融アルミニウム中に滴下すると水蒸気爆発を起こしやすくなるので好ましくない。その他のガスも同様に水分含量が多くなると水蒸気爆発を起こし易くなるので好ましくない。

【００１６】

本発明において、溶融アルミニウム中に導入するガス気泡を形成するガスの量は、厳密にはガス種によって異なるが、一般には精製して回収されるアルミニウム１ｋｇ当たりにつき０．０１～１５０リットル（２５℃、１気圧）の範囲であり、好ましくは０．１～１００リットルの範囲である。ガスの導入量が精製して回収されるアルミニウム１ｋｇ当たりにつき０．０１リットル未満では精製効果が小さく、１５０リットル以上ではガス気泡の浮上速度より導入速度の方が大きくなり、溶湯表面での溶融アルミニウムの飛散が激しく、メタルロスも大きくなるので好ましくない。

【００１７】

【作用】

冷却体の周囲を旋回する溶融アルミニウムには溶融アルミニウム自体の旋回運動によって遠心力が生ずる。この遠心力の大きさは、遠心加速度をａとすると次式で表される。

【００１８】

【数１】

$$a = r\omega^2 = \frac{v^2}{r}$$

【００１９】
上式においてｒは旋回運動の中心からの距離、ωは溶融アルミニウムの角速度、ｖは溶融アルミニウムの旋回速度である。旋回運動している溶融アルミニウム中に導入されたガス気泡は上式で表される遠心力の反作用の力によって旋回運動の中心、すなわち、冷却体の表面に晶出した精製アルミニウムと溶融アルミニウムとの凝固界面に向かって加速され、該凝固界面に到達し、押しつけられる。ガス気泡が該凝固界面に到達する際には、該凝固界面近傍に生じる不純物の濃縮層にも作用し、該不純物の濃縮層への激しい撹拌効果が生ずるとともに、遠心力の反作用の力によってガス気泡が該凝固界面を擦過しながら浮上することで該不純物の濃縮層を除去し、該不純物の濃縮層から不純部濃度の低い溶融アルミニウム中への不純物の拡散が促進される。
【００２０】
前記遠心加速度は、旋回運動の中心からの距離と、該溶融アルミニウムの旋回速度を得れば導き出すことができるが、一般に、溶融アルミニウムの旋回速度を直接測定することは極めて困難である。そこで、レイノルズの相似法則を利用して溶融アルミニウムの旋回速度を推定した。お互いの系で、代表的な長さのスケールＬ、速さのスケールＵ、流体の密度ρ、粘性係数μは異なっていても、レイノルズ数Ｒｅが同じであれば、流れ場は力学的に相似であるというのがレイノルズの相似法則である。前記Ｒｅは次式で表される。
【００２１】
【数２】

$$Re = \frac{UL}{\nu}$$

【００２２】
Ｕは代表速度、Ｌは代表長さ、νは動粘性係数（＝μ／ρ）である。具体的には、スケールおよび流体を旋回させる条件が精製装置と同じで、溶融アルミニウムと同じ動粘性係数を持つ流体を用いて、Ｒｅが等しくなる旋回速度測定装置を用意する。室温付近の温度において溶融アルミニウムと同じ動粘性係数を持つ透明な流体を用いれば、溶融アルミニウムの流れ場を室温で再現し、観察が可能となる。この流体中に流体と密度がほぼ等しい樹脂粉末粒子を混合分散させて、その粒子の速度を測定することによって溶融アルミニウムの旋回速度を推定することができる。
【００２３】
本発明の方法により得られる精製アルミニウムは、電解コンデンサー用アルミニウム箔の原料として使用することができる。電解コンデンサー用アルミニウム箔の原料として使用される、本発明の方法により得られる精製アルミニウムは、好ましくはＳｉ含有量が３５重量ｐｐｍ以下、かつＦｅ含有量が３０重量ｐｐｍ以下であり、より好ましくはＳｉ含有量が３０重量ｐｐｍ以下、かつＦｅ含有量が１５重量ｐｐｍ以下である。
【００２４】
本発明の方法においては、冷却体の周囲で旋回する溶解アルミニウムに働く遠心加速度に依存して、精製アルミニウム中のＳｉおよびＦｅ含有量が変動するので、精製アルミニウムの必要な純度に応じて遠心加速度、旋回速度を選択することが可能である。
【００２５】
本発明の方法により得られる精製アルミニウムは、例えば「アルミニウム材料の基礎と工業技術」（社団法人軽金属協会）の第３４７頁～第３５０頁に記載されているように、ス

ラブ鋳造、熱間圧延、冷間圧延、箔圧延などの工程を経て電解コンデンサー用アルミニウム箔に加工される。

【００２６】

【実施例】

以下に本発明の実施例を示すが、本発明はこれに限定されるものではない。

【００２７】

実施例１

内径１００ｍｍの黒鉛製のるつぼに不純物としてＳｉ２００ｐｐｍ、Ｆｅ３７０ｐｐｍを含む溶融アルミニウムを入れてヒーターによって６６５℃に加熱保持した。そして、露点－７．５℃の空気を０.５ｌ／ｍｉｎの流量でるつぼ底部中央から導入し、外径３０ｍｍの黒鉛製の冷却体を溶融アルミニウム中に浸漬して、内部に冷却用窒素ガスを供給しながら回転速度１０００ｒｐｍで回転させた。晶出初期の凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が１０ｍｍの位置にある溶融アルミニウムの旋回速度は０．４０ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は６．４ｍ／ｓ^{2}であった。凝固界面に接している溶融アルミニウムは冷却体と同じ速度で旋回しているので、冷却体および晶出したアルミニウムの外径と回転速度から計算される前記溶融アルミニウムの旋回速度は、アルミニウムが晶出していない時点で、１．５７ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は１６４ｍ／ｓ^2、晶出終了時で、２．７５ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は２８８ｍ／ｓ^{2}であった。導入したアルゴンガスの量は、回収されたアルミニウム１ｋｇ当たりにつき５６リットル、凝固速度は２２ｍｍ／hであった。このようにして、１５０gのアルミニウムが晶出したのち冷却体の回転を停止し、引き上げて、晶出したアルミニウムを回収した。回収したアルミニウム中の不純物濃度を測定したところ、Ｓｉ２６ｐｐｍ、Ｆｅ１３ｐｐｍであった。

【００２８】

実施例２

導入ガスが露点－３５℃の空気であるほかは上記実施例１と同じ条件で精製実験を行った。晶出初期の凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が１０ｍｍの位置にある溶融アルミニウムの旋回速度は０．４０ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は６．４ｍ／ｓ^{2}であった。凝固界面に接している溶融アルミニウムの旋回速度は１．５７～３．００ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は１６４～３１４ｍ／ｓ^{2}であった。導入した窒素ガスの量は、回収されたアルミニウム１ｋｇ当たりにつき５４リットル、凝固速度は２３ｍｍ／hであった。得られた１９０gのアルミニウム中の不純物濃度はＳｉ２３ｐｐｍ、Ｆｅ１４ｐｐｍであった。

【００２９】

実施例３

導入ガスが露点－３５℃のアルゴンガスであるほかは上記実施例２１と同じ条件で精製実験を行った。晶出初期の凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が１０ｍｍの位置にある溶融アルミニウムの旋回速度は０．４０ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は６．４ｍ／ｓ^{2}であった。凝固界面に接している溶融アルミニウムの旋回速度は１．５７ｍ／ｓ～２．４１ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は１６４～２５２ｍ／ｓ^{2}であった。導入したアルゴンガスの量は、回収されたアルミニウム１ｋｇ当たりにつき６５リットル、凝固速度は２８ｍｍ／hであった。得られた１００gのアルミニウム中の不純物濃度はＳｉ２９ｐｐｍ、Ｆｅ１６ｐｐｍであった。

【００３０】

実施例４

導入ガスが流量０.２ｌ／ｍｉｎ、露点－３５℃の窒素ガスであるほかは上記実施例１と同じ条件で精製実験を行った。晶出初期の凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が１０ｍｍの位置にある溶融アルミニウムの旋回速度は０．４０ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は６．４ｍ／ｓ^{2}であった。凝固界面に接している溶融アルミニウムの旋回速度は１．５７～２．４１ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は１６４～２５２ｍ／

ｓ^{2}であった。導入した窒素ガスの量は、回収されたアルミニウム１ｋｇ当たりにつき２８リットル、凝固速度は２８ｍｍ／hであった。得られた１００gのアルミニウム中の不純物濃度は、Ｓｉ２８ｐｐｍ、Ｆｅ１５ｐｐｍであった。

【００３１】

実施例５

冷却体を回転速度５００ｒｐｍ（相対速度は７８５ｍｍ／ｓ）で回転させ、導入ガスが露点－７．５℃の窒素ガスであるほかは上記実施例１と同じ条件で精製実験を行った。晶出初期の凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が１０ｍｍの位置にある溶融アルミニウムの旋回速度は０．２０ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は１．５ｍ／ｓ^{2}であった。凝固界面に接している溶融アルミニウムの旋回速度は０．７９～１．５４ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は４１～８１ｍ／ｓ^{2}であった。導入した窒素ガスの量は、回収されたアルミニウム１ｋｇ当たりにつき４０リットル、凝固速度は３２ｍｍ／hであった。得られた２１０gのアルミニウム中の不純物濃度はＳｉ２４ｐｐｍ、Ｆｅ１１ｐｐｍであった。

【００３２】

実施例６

導入ガスが露点－３５℃の空気であるほかは上記実施例５と同じ条件で精製実験を行った。晶出初期の凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が１０ｍｍの位置にある溶融アルミニウムの旋回速度は０．２０ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は１．５ｍ／ｓ^{2}であった。凝固界面に接している溶融アルミニウムの旋回速度は０．７９～１．２５ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は４１～６５ｍ／ｓ^{2}であった。導入した窒素ガスの量は、回収されたアルミニウム１ｋｇ当たりにつき６７リットル、凝固速度は２６ｍｍ／hであった。得られた１１０gのアルミニウム中の不純物濃度はＳｉ２６ｐｐｍ、Ｆｅ１３ｐｐｍであった。

【００３３】

実施例７

導入ガスが露点－３５℃の窒素であるほかは上記実施例５と同じ条件で精製実験を行った。晶出初期の凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が１０ｍｍの位置にある溶融アルミニウムの旋回速度は０．２０ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は１．５ｍ／ｓ^{2}であった。凝固界面に接している溶融アルミニウムの旋回速度は０．７９～１．４５ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は４１～７６ｍ／ｓ^{2}であった。導入した窒素ガスの量は、回収されたアルミニウム１ｋｇ当たりにつき５６リットル、凝固速度は２４ｍｍ／hであった。得られた１８０gのアルミニウム中の不純物濃度はＳｉ２９ｐｐｍ、Ｆｅ１６ｐｐｍであった。

【００３４】

比較例１

溶融アルミニウム中にガスを導入しないほかは上記実施例１と同じ条件で精製実験を行った。晶出初期の凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が１０ｍｍの位置にある溶融アルミニウムの旋回速度は０．４０ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は６．４ｍ／ｓ^{2}であった。凝固界面に接している溶融アルミニウムの旋回速度は１．５７～２．４１ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は１６４～２５２ｍ／ｓ^{2}であった。凝固速度は３６ｍｍ／hであった。得られた１００gのアルミニウム中の不純物濃度はＳｉ３６ｐｐｍ、Ｆｅ２４ｐｐｍであった。

【００３５】

比較例２

溶融アルミニウム中にガスを導入しないほかは上記実施例５と同じ条件で精製実験を行った。晶出初期の凝固界面から溶融アルミニウム方向への距離が１０ｍｍの位置にある溶融アルミニウムの旋回速度は０．４０ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は６．４ｍ／ｓ^{2}であった。凝固界面に接している溶融アルミニウムの旋回速度は０．７９～１．２１ｍ／ｓであり、この位置での遠心加速度は４１～６３ｍ／ｓ^{2}であった。凝固速度は３２

ｍｍ／ｈであった。得られた１００ｇのアルミニウム中の不純物濃度はＳｉ３６ｐｐｍ、Ｆｅ３０ｐｐｍであった。
以上の結果を下表に纏める。
【００３６】
【表１】

	導入ガス				冷却体の回転速度 (rpm)	遠心加速度 (界面から0～10mm) (m/s2)	凝固速度 (mm/h)	不純物	
	ガス種	露点 (℃)	流量 (l/min)	導入量 (l/kgAl)				Si (ppm)	Fe (ppm)
実施例１	空気	-7.5	0.5	56	1000	0.2～285	22	26	13
実施例２	空気	-35	0.5	54	1000	0.2～314	23	23	14
実施例３	アルゴン	-35	0.5	65	1000	0.2～252	28	29	16
実施例４	窒素	-35	0.2	28	1000	0.2～252	28	28	15
比較例１	なし		0	0	1000	0.2～252	36	36	24
実施例５	窒素	-7.5	0.5	40	500	0.4～81	32	24	11
実施例６	空気	-35	0.5	67	500	0.4～65	26	26	13
実施例７	窒素	-35	0.5	56	500	0.4～77	24	29	16
比較例２	なし		0	0	500	0.4～63	32	36	30
初期濃度								200	370

【００３７】
上記の表に示された結果から明らかなように、本発明によれば、冷却体を回転させて導入

したガス気泡を凝固界面へ作用させることによってアルミニウム中の共晶不純物を効率よく除去できる。これに対して、比較例のように冷却体を回転させて冷却体の周囲で溶融アルミニウムを旋回させても、ガス気泡を導入しないとアルミニウム中の共晶不純物は十分には除去できない。

【００３８】

【発明の効果】

本発明は、Ｓｉ，Ｆｅ等の共晶不純物を含む溶融アルミニウムから効率よく高純度のアルミニウムを晶出させてアルミニウムを精製することができる。

また、得られた高純度アルミニウムは、電解コンデンサー用箔、スパッタリングターゲット、ハードディスク用基板、超伝導安定化材、ボンディングワイヤー等に好適に使用される。

フロントページの続き

審査官　鈴木　正紀

(56)参考文献　特開昭５０－１１４３２１（ＪＰ，Ａ）
特開昭５８－０１１７５２（ＪＰ，Ａ）
特開昭５８－１８１８３４（ＪＰ，Ａ）
特開昭６２－２８０３３４（ＪＰ，Ａ）
特開平０６－００２０５４（ＪＰ，Ａ）
特開平０６－１３６４７０（ＪＰ，Ａ）
特開平０７－０９０４０７（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.^{7}，ＤＢ名)
C22B 9/00-9/22
C22B 9/16
H01G 9/042