



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 144065

**[C] (45) PATENT MEDDELT
17.JUNI 1981**

(51) Int' Cl.³ C 22 B 9/05

(21) Patentsøknad nr. 753807

(22) Inngitt 13.11.75

(23) Løpedag 13.11.75

(41) Alment tilgjengelig fra 24.01.77

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 09.03.81

(30) Prioritet begjært 21.07.75, USA, nr. 597806

(54) Oppfinnelsens benevnelse Apparat til raffinering av smeltet metall ved hjelp av innført gass.

(71)(73) Søker/Patenthaver THE CARBORUNDUM COMPANY,
1625 Buffalo Avenue, Niagara Falls, NY,
USA.

(72) Oppfinner MAHESH CHAND MANGALICK,
Solon, OH,
USA.

(74) Fullmektig Siv.ing. Waldemar J. Janset,
Bryn & Aarflot A/S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Norsk (NO) patent nr. 128073 (C 22 B 9/02)
USA (US) patent nr. 3743500 (75/93)

Denne oppfinnelse vedrører et apparat til raffinering av smeltet metall ved hjelp av innført gass, omfattende to etter hverandre anordnede kammere forbundet med hverandre ved en ledning under metallsmeltenivået, innretninger for tilførsel av smeltet metall, en gasstilførselsledning, en pumpe for å pumpe metallsmelten fra det første kammer til det andre kammer og innretninger til opphetning av metallsmelten i apparatet.

Ved rensing av smeltet metall, særlig aluminium, er det ofte ønskelig å fjerne oppløste gasser, såsom hydrogen eller oppløste metaller, hovedsakelig magnesium. Fjernelse av oppløst gass er kjent som avgassing. Fjernelse av magnesium fra aluminium er bl.a. beskrevet i en artikkel av M.C.Mangalick med tittel "Demagging Aluminum" i "Die Casting Engineer" - januar/februar 1974.

For å fjerne magnesium fra aluminium benyttes klorgass fordi magnesiumklorid har en mer negativ fri dannelsesenergi enn aluminiumklorid, slik at klor fortrinnsvis vil reagere med magnesium istedenfor å danne aluminiumtriklorid. Kinetiske faktorer ved diverse av de tidligere kjente fremgangsmåter tillater ikke at det til slutt dannes magnesiumklorid. Således kan aluminiumtriklorid og fritt klor sendes ut i atmosfæren etter de tidligere kjente fremgangsmåter. Både aluminiumtriklorid og klor er imidlertid luftforurensende midler.

Tidligere praksis omfatter bl.a. oppfangning av forurensninger i en innelukket omhylling som er i forbindelse med et vannbehandlingsanlegg som arbeider med undertrykk. Hvert kilogram magnesium f.eks. reagerer med omtrent 2,95 kg klor for dannelsen av $MgCl_2$, og "fjernelsesvirkningsgraden" for magnesium er derfor bestemt som 2,95 delt med den aktuelle mengde klor benyttet for å fjerne 1 kg magnesium. Virkningsgraden for denne fremgangsmåte med fjernelse ved hjelp av klor har vært mindre enn 75% og i de værste tilfelle med lavt magnesiuminnhold har den vært helt ned til 0.

Et apparat for raffinering av aluminium med flussmiddel

er beskrevet i US patent 3 650 730. Apparatet ifølge nevnte patent krever vedlikehold og kontinuerlig overvåkning av flussens sammensetning, viskositet og andre variabler. Et annet apparat for raffinering av smeltet aluminium er beskrevet i US patent 3 767 382. Ved dette apparat innføres gass gjennom en roterende hulaksel og en impelleranordning som skaper problemer med å opprettholde en lekkasjesikker forbindelse ved den roterende aksel. I US patent 3 743 500 er det beskrevet et apparat for raffinering av aluminium som omfatter to kammere som er forbundet med hverandre og hvor det ene kammer tilføres inert gass gjennom bunnen. Norsk patent 128 073 beskriver bl.a. et apparat for fjerning av forurensninger fra aluminium. Apparatet har to kammere og gass tilføres det første av kamrene i nærheten av kammerets bunn. Overføring av smelten fra kammer til kammer skjer som følge av hydrostatisk trykkdifferanse.

Hensikten med oppfinnelsen er å tilveiebringe et raffineringsapparat av den innledningsvis nevnte art som sikrer en større virkningsgrad når det gjelder forbruket av innført gass og større kontroll over gassutslippet fra apparatet til atmosfæren.

Apparatet ifølge oppfinnelsen utmerker seg ved at metallpumpen er anordnet i det første kammer med innløpet under smeltenivået og med utløpet forbundet med ledningen som munner ut i det andre kammer og at ledningen for innføring av gass er anordnet med sitt utløp i forbindelse med ledningen, slik at gassen kommer i berøring med metallet i forbindelsesledningen mellom apparatets to kammere, og at pumpen og gasstilførselsledningen er utstyrt med innretninger for tilpasning av mengdeforholdet mellom smeltet metall og gass i forbindelsesledningen.

Oppfinnelsen skal forklares nærmere ved hjelp av et eksempel som viser skjematisk et snitt gjennom et gassinnsprøytningssapparat utført i samsvar med oppfinnelsen.

Som det vertikale snitt på tegningen viser, omfatter apparatet et første metallbadkammer 11 og et annet metallbadkammer 12. Det finnes også innretninger betegnet med 13 for pumping

av metallet 14 fra det første metallbadkammer 11 gjennom en metalloverføringskanal 15 som er i det minste delvis nedsenket i det første metallbadkammer 11. Det finnes også en gassinnføringskanal 16 med to ender, hvor den ene ende 17 er nedsenket i det første metallbadkammer 11 og er i forbindelse med metalloverføringskanalen 15, idet gassinnsprøytningskanalen 16 er konstruert og anordnet slik at metallet 14 fra det første metallbadkammer 11 kan forflyttes forbi den nedsenkede ende 17 av innføringskanalen 16, hvis andre ende 18 beliggende motsatt den nedsenkede ende 17 er i forbindelse med innretninger 19 for tilførsel av gass som gjennom enden 19 skal føres inn i det smeltede metall.

Innretningen 13 til å bevege metallet 14 mellom kamrene 11 og 12 omfatter fortrinnsvis en pumpe for smeltet metall, stort sett av den type som er beskrevet i U.S. patent 2 948 524.

For visse anvendelser foretrekkes at gassinnføringen 16 er utstyrt med en kjemisk bestandig for gass gjennomtrengelig, men for metall ugjennomtrengelig propp 20 beliggende inne i det nedsenkede endeparti 17 av kanalen 16. Hvis en sådan propp er anordnet, kan den fortrinnsvis bestå av glass og aluminiumoksyd, f.eks. av den type som er kjent under varemerket "Aloxite" fra The Carborundum Company.

Hovedanvendelsesområdet for oppfinnelsen er fjernelse av oppløst gass eller magnesium fra aluminium. Gassen velges i samsvar med hva slags fjernelse som skal skje. Om det er ønskelig å fjerne f.eks. magnesium, vil en reaktiv gass, såsom fluor eller fortrinnsvis klor, benyttes. På den annen side hvis det er avgassing av aluminium som skal utføres, kan en inert gass, såsom nitrogen eller argon også benyttes. I det første tilfelle reagerer klor eller fluor med magnesiumforurensningene for å danne magnesiumhalogenid. I det andre tilfelle oppløses hydrogenet til gassbobler i nitrogen, argon, klor eller aluminiumklorid som bare passerer gjennom aluminiumet og bobler ut ved toppen og bærer med seg det tidligere oppløste hydrogen eller annen forurensningsgass.

I det tilfelle hvor klor benyttes for å fjerne magnesium fra aluminium, danner klor magnesiumklorid som har et smeltepunkt på 712°C og som på grunn av sin lave tetthet ($2,325 \text{ g/cm}^3$ sammenlignet med $2,70 \text{ g/cm}^3$ for aluminium) stiger opp til smeltens overflate hvorfra det lett kan fjernes. På den annen side sublimerer aluminiumklorid ved 178°C . Det er derfor mulig under visse forhold ved prosessen at klor (eller fluor) og eventuelt aluminium-

triklorid kan slippe ut fra aluminiumet i det andre metallbadkammer 12 før det reagerer med metallisk aluminiumlegering for å danne magnesiumhalogenid. For å beskytte seg mot denne mulighet foretrekkes i noen tilfelle å ta i bruk et flussmateriale 21 for dekning av det andre metallbadkammer 12. Det foretrekkes at flussmaterialet er et metallisk salt eller blanding av metallsalter. Salter som særlig foretrekkes, er natriumklorid, kaliumklorid, kryolitt og deres blandinger. Flussmaterialet kan f.eks. være natriumklorid, kaliumklorid eller en blanding av natriumklorid og kaliumklorid. Et eksempel på et flussmiddel som har vært brukt med gode resultater, er 47,5 vekt% natriumklorid, 47,5 vekt% kaliumklorid og 5% kryolitt, som er vanlig kjent som Martinov-flussmiddel.

Hvis apparatet ifølge oppfinnelsen benyttes til å bringe en reaktiv gass til å reagere med en forurensning i smeltet metall, kan det være ønskelig å utstyre apparatet med slike innretninger som en ventil 22 og en kontroll 23 for styring av strømningsmengden av smeltet metall gjennom metalloverføringskanalen og for innføring av gass i gassinnsprøytningsskanalen. Grunnen til hvorfor det skulle være ønskelig å styre disse mengder, er f.eks. å forhindre overskytende klor fra å komme inn i metallbadkamrene 11 og 12 og overskride den mengde som kunne reagere med magnesiumet i aluminiumet, slik at klore ville slippe ut i atmosfæren, særlig hvis det ikke ble benyttet noe flussmateriale 21.

Når apparatet ifølge oppfinnelsen benyttes til innføring av gass i et smeltet metall ved at smeltet metall 14 overføres fra det første metallbadkammer 11 gjennom metalloverføringsledningen 15 til det andre metallbadkammer 12 og en gass, såsom klor, fluor, nitrogen eller argon, som skal sprøytes inn i metallsmelten, føres inn i gassinnsprøytningsskanalen 16 som har to ender, hvorav den ene ende 17 er nedsenket i det første metallbadkammer 11 og forbundet med metalloverføringskanalen 15 mellom det første og det andre metallbadkammer 11 hhv. 12. Det foretrukne materiale for metalloverføringskanalen 15 og gassinnsprøytningsskanalen 16 samt for innretningene 13 til overføring av metallet er grafitt. Kanskje vil den mest alminnelige bruk av oppfinnelsen omfatte fjernelse av magnesium fra aluminium som inneholder fra 1 til omtrent 4 vekt% magnesium. Når dette gjøres, vil magnesiuminnholdet reduseres til et akseptabelt nivå, f.eks.

0,1vekt%. Som nevnt ovenfor vil ventilen 22 og kontrollen 23 være nyttige til styring av de relative strømningsmengder av metallsmelte og gass i forhold til magnesiummengden i aluminium. Særlig den innførte mengde av klor burde holdes ved 2,95 kg klor pr. kg. magnesium fjernet fra aluminium som føres gjennom metalloverføringskanalen 15, for å sikre fullstendig reaksjon med klor slik at intet klor slipper ut i atmosfæren. Strømningsmengden for klorelet kan variere f.eks. fra omtrent 9 til 115 kg/time ved en strømningsmengde for aluminium på omtrent 1820 kg/minutt.

Apparatet ifølge oppfinnelsen er selvfølgelig like anvendelig for bortføring av oppløste gasser fra smeltede metaller som for tilveiebringelse av reagenser til å reagere med oppløste forurensninger, såsom magnesium. I et slikt tilfelle kan det metall som føres gjennom metalloverføringskanalen, f.eks. være aluminium som inneholder oppløste gasser. Den oppløste gass som mest sannsynlig skal fjernes er hydrogen og gasser som er å foretrekke for innføring i det smeltede metall i prosessen ifølge oppfinnelsen for å fjerne slike oppløste gasser, er argon og nitrogen. Til slike formål kan mengden av innført gass i gassinnføringskanalen være fra ca. 2,2 til 25 kg/time, fortrinnsvis omtrent 9 kg/time.

I forbindelse med apparatet som er vist på fig. 1, er det nødvendig å benytte innretninger til å smelte metallet i kammerene 11 og 12. Dette er vist skjematisk på tegningen ved brennerne 24. I praksis foretrekkes det å benytte til dette formål en flammeovn.

Om ønskelig kan metallet fra kammeret 12, som har en mindre forurensningsgehalt enn metallet i kammeret 11, resirkuleres gjennom kammeret 11 et ubestemt antall ganger eller føres gjentatte ganger gjennom separate rensingsoperasjoner for suksessiv reduksjon av forurensningene til et akseptabelt nivå.

Oppfinnelsen skal forklares ytterligere ved hjelp av et eksempel.

Et gassinnsprøytningsapparat av den type som er forklart ovenfor og vist på tegningen utstyrt med en flammeovn med kapasitet 49 940 kg ble benyttet til reduksjon av magnesiumgehalten i aluminium. Som vist i nedenstående tabell I ble magnesiuminnholdet variert i løpet av tre prosessløp fra 0,13 til 0,2. Innføringsmengden av klor varierte fra 54,5 til 91 kg/time og pumpen leverte omtrent 1820 kg/min smeltet aluminium som passerte gjennom overføringskanalen 15. Smeltens temperatur ble holdt mellom 794°C og

810°C og den nøyaktige temperatur fremgår av tabell I. Reaksjonsforholdene under hvert løp var slik at hele klormengden ble brukt opp. Magnesiuminnholdet i det raffinerte aluminium som ble tatt ut fra det andre metallbadkammeret fremgår også av tabellen.

TABELL I

Prosess- Løp	Opprinnelig Mg innhold vekt%	Klortilsetning kg/time	Temperatur °C	Endelig Mg innhold vekt%
1	0,2	59-74,9	794-807	0,13
2	0,145	56,8-91	807	0,107
3	0,13	55	810	0,095

Ved klorinnsprøytningsmengde på 55 kg/time (0,91 kg/min) ble det fjernet 0,31 kg/min magnesium fra aluminiumet. Ved pumpekapasitet på 1816 kg/min skulle reduksjonen i magnesiuminnhold derfor være omtrent 0,017%, hvilket har vist seg å være tilfelle.

Operasjonsbetingelsene kan varieres om ønskelig. Hvis f. eks. metallddybden er liten, kan strømningsmengden for metallet holdes stor ved at pumpen drives med større hastighet, for å slynge klor eller annen gass lenger bort i horisontalretningen fra innløpet til overføringskanalen 15. Hvis magnesiuminnholdet er lavt, bør innsprøytningsmengden av klor holdes liten, slik at det sikres 100% utnyttelse av klorete for å hindre forurensning fra klorgass som slipper ut.

En ytterligere fordel ved oppfinnelsen like overfor de tidligere kjente fremgangsmåter er at gass kan sprøytes inn samtidig som ovnen fylles og smelting pågår. I tillegg til at gassinnsprøytningsapparatet kan brukes til å fjerne gasser og oppløst metallisk materiale, kan det også benyttes til å fjerne inneslutninger (faste partikler) ved hjelp av en hensiktsmessig filtermekanisme koblet til overføringskanalen, f.eks. ved innløpet til metallbadkammeret 12. Foruten magnesium kan selvfølgelig andre forurensninger, såsom oppløst natrium o.l. fjernes fra metallsmelten ved at det treffes et hensiktsmessig valg av gass som skal sprøytes inn.

P a t e n t k r a v

Apparat til raffinering av smeltet metall ved hjelp av innført gass, omfattende to etter hverandre anordnede kammere (11,12) forbundet med hverandre ved en ledning (15) under metallsmeltenivået, innretninger for tilførsel av smeltet metall, en gasstilførselsledning (16), en pumpe (13) for å pumpe metallsmelten fra det første kammer (11) til det andre kammer (12) og innretninger til opphetning av metallsmelten i apparatet, k a r a k t e r i s e r t ved at metallpumpen (13) er anordnet i det første kammer (11) med innløpet under smeltenivået og med utløpet forbundet med ledningen (15) som munner ut i det andre kammer (12) og at ledningen (16) for innføring av gass er anordnet med sitt utløp i forbindelse med ledningen (15), slik at gassen kommer i berøring med metallet i forbindelsesledningen (15) mellom apparatets to kammere, og at pumpen (13) og gasstilførselsledningen (16) er utstyrt med innretninger (23 hhv. 22) for tilpasning av mengdeforholdet mellom smeltet metall og gass i forbindelsesledningen (15).

144065

