

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2012-529565

(P2012-529565A)

(43) 公表日 平成24年11月22日(2012.11.22)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C 2 2 B 21/06 (2006.01)</b>	C 2 2 B 21/06	4 K 0 0 1
<b>C 2 2 B 9/10 (2006.01)</b>	C 2 2 B 9/10 1 0 1	
<b>C 2 2 C 21/06 (2006.01)</b>	C 2 2 C 21/06	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2012-514304 (P2012-514304)  
 (86) (22) 出願日 平成22年6月8日 (2010.6.8)  
 (85) 翻訳文提出日 平成24年2月8日 (2012.2.8)  
 (86) 国際出願番号 PCT/CA2010/000866  
 (87) 国際公開番号 W02010/142025  
 (87) 国際公開日 平成22年12月16日 (2010.12.16)  
 (31) 優先権主張番号 2,668,473  
 (32) 優先日 平成21年6月8日 (2009.6.8)  
 (33) 優先権主張国 カナダ (CA)

(71) 出願人 511299285  
 ピロテック・インコーポレイテッド  
 アメリカ合衆国、ワシントン州 99206、  
 スポーカン・バリー、イー・モン  
 ゴメリー・アベニュー 9503  
 (74) 代理人 100108855  
 弁理士 蔵田 昌俊  
 (74) 代理人 100091351  
 弁理士 河野 哲  
 (74) 代理人 100088683  
 弁理士 中村 誠  
 (74) 代理人 100109830  
 弁理士 福原 淑弘  
 (74) 代理人 100075672  
 弁理士 峰 隆司

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミニウムまたはアルミニウム合金の精製のための NaCl および MgCl<sub>2</sub> の二成分塩フラックスの使用、ならびにその方法

(57) 【要約】

アルミニウムおよびアルミニウム合金から成る群から選択される金属の精製のための使用および方法であって、前記金属は液相の状態であり、NaCl および MgCl<sub>2</sub> の二成分混合物から成る塩フラックスと接触せられる使用および方法。好ましくは、22重量%を超える二成分混合物量はNaCl から成る。

【選択図】 図4

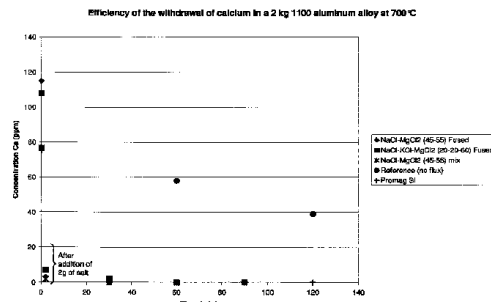


FIGURE 4

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

アルミニウムおよびアルミニウム合金から成る群から選択される金属の精製のための塩フラックスの使用であって、前記金属は液相の状態であり、前記塩フラックスは  $\text{NaCl}$  および  $\text{MgCl}_2$  の二成分混合物である使用。

## 【請求項 2】

前記二成分混合物の 22 重量%超が  $\text{NaCl}$  から成る請求項 1 に記載の使用。

## 【請求項 3】

前記塩フラックスは  $\text{NaCl}$  の粒子と  $\text{MgCl}_2$  の粒子との混合物である請求項 1 または 2 に記載の使用。

10

## 【請求項 4】

記塩フラックスは  $\text{NaCl}$  および  $\text{MgCl}_2$  の融解塩の粉碎によって得られる粒子の形態である請求項 1 から 3 の何れか 1 項に記載の使用。

## 【請求項 5】

前記二成分混合物は、

a) 40 から 50 重量%の  $\text{NaCl}$ 、および

b) 50 から 60 重量%の  $\text{MgCl}_2$

を含む請求項 1 から 4 の何れか 1 項に記載の使用。

## 【請求項 6】

前記二成分混合物は、

a) 45 重量%の  $\text{NaCl}$ 、および

b) 55 重量%の  $\text{MgCl}_2$

を含み、439 の融点を有する共晶二成分混合物を形成する請求項 5 に記載の使用。

20

## 【請求項 7】

前記粒子は  $100 \mu\text{m}$  から  $3.35 \text{mm}$  の平均粒径を有する請求項 1 から 6 の何れか 1 項に記載の使用。

## 【請求項 8】

前記粒子は  $0.85 \text{mm}$  から  $3.15 \text{mm}$  の平均粒径を有する請求項 1 から 6 の何れか 1 項に記載の使用。

## 【請求項 9】

前記粒子は  $100 \mu\text{m}$  から  $1 \text{mm}$  の平均粒径を有する請求項 1 から 6 の何れか 1 項に記載の使用。

30

## 【請求項 10】

前記粒子は、ガス注入装置による注入によって、液相の状態にある前記金属と接触せられる請求項 3 から 9 の何れか 1 項に記載の使用。

## 【請求項 11】

前記塩フラックスは  $\text{NaCl}$  および  $\text{MgCl}_2$  の液体二成分混合物である請求項 1 または 2 に記載の使用。

## 【請求項 12】

前記液体二成分混合物は、

a) 40 から 50 重量%の  $\text{NaCl}$ 、および

b) 50 から 60 重量%の  $\text{MgCl}_2$

を含む請求項 11 に記載の使用。

40

## 【請求項 13】

前記液体二成分混合物は、

a) 45 重量%の  $\text{NaCl}$ 、および

b) 55 重量%の  $\text{MgCl}_2$

を含む請求項 12 に記載の使用。

## 【請求項 14】

前記金属は 3 重量%を超えるマグネシウム分を有するアルミニウム合金である請求項 1

50

から 13 の何れか 1 項に記載の使用。

【請求項 15】

前記金属は 10 重量%を超えるケイ素分を有するアルミニウム合金である請求項 1 から 13 の何れか 1 項に記載の使用。

【請求項 16】

アルミニウムおよびアルミニウム合金から成る群から選択される金属を精製する方法であって、

- ・前記金属を液相まで加熱すること、および
- ・前記液体金属と NaCl および MgCl<sub>2</sub> の二成分混合物から成る塩フラックスとを接触させること

を含む方法。

【請求項 17】

前記二成分混合物の 22 重量%超が NaCl から成る請求項 16 に記載の方法。

【請求項 18】

前記塩フラックスは NaCl の粒子と MgCl<sub>2</sub> の粒子との二成分混合物である請求項 16 または 17 に記載の方法。

【請求項 19】

前記塩フラックスは NaCl および MgCl<sub>2</sub> の融解塩の粉碎によって得られる粒子の形態である請求項 16 または 17 に記載の方法。

【請求項 20】

前記粒子は 100 μm から 3.35 mm の平均粒径を有する請求項 18 または 19 に記載の方法。

【請求項 21】

前記粒子は 0.85 mm から 3.15 mm の平均粒径を有する請求項 18 または 19 に記載の方法。

【請求項 22】

前記粒子は 100 μm から 1 mm の平均粒径を有する請求項 18 または 19 に記載の方法。

【請求項 23】

前記粒子は、ガス注入装置による注入によって、前記液体金属と接触させられる請求項 18 から 22 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 24】

前記塩フラックスは NaCl および MgCl<sub>2</sub> の液体二成分混合物である請求項 16 または 17 に記載の方法。

【請求項 25】

前記二成分混合物は、

- a) 40 から 50 重量%の NaCl、および
- b) 50 から 60 重量%の MgCl<sub>2</sub>

を含む請求項 24 に記載の方法。

【請求項 26】

前記二成分混合物は、

- a) 45 重量%の NaCl、および
- b) 55 重量%の MgCl<sub>2</sub>

を含み、約 439 の融点を有する共晶二成分混合物を形成する請求項 25 に記載の方法。

【請求項 27】

前記金属は 3 重量%を超えるマグネシウム分を有するアルミニウム合金である請求項 16 から 26 の何れか 1 項に記載の方法。

【請求項 28】

前記金属は 10 重量%を超えるケイ素分を有するアルミニウム合金である請求項 16 か

10

20

30

40

50

ら 26 の何れか 1 項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、アルミニウムおよびアルミニウム合金から成る群から選択される金属の精製のための、より具体的にはアルカリおよびアルカリ土類金属の除去のための、 $\text{NaCl}$  および  $\text{MgCl}_2$  を含む二成分塩フラックスの使用に関する。本発明は、また、前記二成分塩フラックスにより前記金属を精製する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

フラックスの使用は冶金学の分野で周知であり、これらのフラックスは様々な機能を果たす。

【0003】

酸化を防ぐための保護層を合金の表面に形成するために、フラックスを使用することができる。フラックスが化学的に活性な薬剤を含む場合、それらは、蓄積されたコランダム層を柔らかくすることによる炉壁の清浄化に使用することができる。幾つかの発熱性フラックスもまた、ドロスを取り除き、酸化被膜に閉じ込められたアルミニウムを除去するために使用される。

【0004】

アルカリ塩化物およびアルカリ土類塩化物に基づくフラックスも合金の精製に使用される。当業者は、一般に、精製を、合金からのアルカリおよびアルカリ土類金属、非金属介在物および水素の除去と定義する。

【0005】

ホール-エル-法によって得られるアルミニウムには、ナトリウムおよびカルシウムが不純物として常に存在する。フッ化リチウムは、槽の効率を向上させるために電解槽にしばしば添加される。しかしながら、少量が金属の状態ではアルミニウムに溶解していることが見受けられる。これらの不純物は質の問題を伴う。例えば、マグネシウムを含む合金において、ナトリウムの存在は熱間圧延プロセスの際の妨げになる可能性がある。アルミニウムおよびケイ素の合金におけるナトリウムの存在は、結晶の微細化に使用されたリンの効果を中和する。上記のような理由のため、ナトリウムを含むフラックスの使用は、アル

【0006】

また、高すぎる濃度の水素の存在は、アルミニウムが凝固する際に、高すぎる孔隙率をもたらす可能性がある。アルミニウムのリサイクルの際、非金属介在物の存在は重要である。

【0007】

アルミニウム合金中のカルシウムおよびナトリウムの回収についての反応の動力学は十分に研究されている。本来、これらの合金において、不純物はともに、低濃度の場合オーダー 1 および高濃度の場合オーダー 0 の動力学にしたがって消失する。蒸気圧が高いため、ナトリウムは、カルシウムよりも早く自身を酸化させるが、このため、カルシウムは洗浄試験に使用される。フラックスの添加は、反応定数の上昇をもたらす、それにより不純物の含有量のより速い減少をもたらす。混合もまた、不純物の低下において無視できない効果を有する。混合は、不純物と塩フラックスとの間の接触の増大により不純物の回収を促進する。

【0008】

$\text{MgCl}_2$  は、合金中の不純物の回収に使用される化学的に活性な薬剤の 1 つである。その濃度はカルシウムおよびナトリウムの回収の動力学に対して直接的な効果を有する。その融点は 714 であるが、一般的なフラックスでは、その他の塩類と混合され、400 から 550 の間の融点とされる。しかしながら、 $\text{MgCl}_2$  は吸湿性であり、周囲

10

20

30

40

50

の大気に長い間暴露させることはできない。塩化マグネシウムを含む塩類の溶解によって得られたフラックスは吸湿性を有する。それゆえ、パッケージングは、そのようなフラックスの生産の際に湿度の吸収を制限する重要な要素である。

【0009】

塩化マグネシウムに基づくフラックスの例が存在する。米国特許第1,377,374号は、マンガンまたはマグネシウムの合金の生産のための、塩化ナトリウムおよび塩化マグネシウムの等モルの組成物を有するフラックスの使用に関する。米国特許第1,754,788号は、マグネシウムの洗浄のプロセスにおけるこの同様のフラックスの使用に関する。米国特許第1,519,128号はこの組成物への塩化カルシウムの添加に関し、米国特許第2,262,105号は塩化カルシウムに加えて塩化カリウムおよび酸化マグネシウムの添加に関する。米国特許第5,405,427号は、金属の処理のための塩化ナトリウム、塩化マグネシウム、塩化カリウムおよび炭素に基づいたフラックスを記述している。

10

【0010】

David H. DeYoungによる「Salt Fluxes for Alkali and Alkali and Alkaline Earth Element Removal from Molten Aluminum」と題された記事では、アルミニウム合金からのナトリウム、カルシウムおよびリチウムの除去のための塩化マグネシウム、塩化ナトリウムおよび塩化カリウムに基づく三成分塩の使用が示されている。しかしながら、Gruzleskiらによる「The Treatment of Liquid Aluminum-Silicon Alloys」と題された記事(204-205頁)では、ナトリウム塩を含んでいるフラックスを使用しないことは、当業者にとって重要であると示されている。したがって、低い含有量のナトリウム塩を有する三成分フラックス塩が許容される可能性があるものの、当業者はナトリウム塩を使用しないことが特に推奨される。

20

【0011】

最初に、アルミニウムの精製は、液体金属中で塩素およびアルゴンの通気により実行された。しかしながら、これは、懸濁液中の塩素、塩化水素酸および粒子の放出による環境問題をもたらした。その後、塩フラックスの使用が、より環境に配慮された溶液として採用された。

30

【0012】

精製フラックスは、通常、アルカリ塩化物またはアルカリ土類塩化物から成り、これらは混合され、合金の作業温度よりも低い融点を得られる - - 純粋な化合物の融点は、通常、非常に高い。

【0013】

合金に塩フラックスを組み込むために、いくつかの方法を使用することができる。米国特許第4,099,965号は、アルミニウムの添加の前に、あらかじめ熱せられた容器の底に、KClおよびMgCl<sub>2</sub>のフラックスを固体の形態で添加する方法に関する。さらに現在では、フラックスは、金属表面の下のパイプ中の不活性ガスによって添加される(ランスフラクシング)。近年、中空軸により、ガスキャリアーとともに塩フラックスを合金に導入し、塩フラックスを攪拌器によって分散する方法が開発されている(回転式フラックス注入)。この方法は、合金におけるこの塩フラックスの分散を増大する一方、精製を行うために必要な塩フラックスの量を減らす。金属への塩フラックスの添加の後、不純物および塩類が液体金属の表面に浮遊し、容易に除去することができる。

40

【0014】

好都合に、塩類の融解により得られた固体物質の使用はグラニュロメトリーを制御する。粒子はパッチ操作または連続工程において使用されてもよい。

【0015】

しかしながら、塩化マグネシウムおよび塩化カリウムの二成分混合物のような塩フラックスに関するコストは高い。その上、かなりの含有量の塩化ナトリウムを有している塩フ

50

ラックスの使用は、得られたアルミニウムまたはアルミニウム合金におけるナトリウム分による負の効果が認識されているため、当業者には推奨されていない。実際、塩化ナトリウムがアルミニウムまたはアルミニウム合金の精製のためのフラックスに存在する場合、当業者は現在塩化ナトリウムの使用を回避するか、または制限するだろう。特に、例えば、10重量%を超えるケイ素分を有するアルミニウム合金、より具体的には3重量%を超えるマグネシウム分を有するアルミニウム合金といった特定の種の合金の場合、当業者は、現在、塩フラックスにおいて塩化ナトリウムを使用しないことを推奨する。

【0016】

精製の問題に対するより有効な溶液についての出願人の調査において、驚くべきことに、当業者の現在の懸念および確信に反し、 $MgCl_2$ を含む塩フラックスにおいて、高価な $KCl$ を安価な $NaCl$ に交換できることがわかった。それゆえ、本発明は、現在使用されている方法と等価な精製効率を有するアルミニウムまたはアルミニウム合金の処理のための経済的な溶液を提供する。実際、当業者の懸念に反し、ここに記載される本発明の精製方法を使用する場合、得られたアルミニウムまたはアルミニウム合金中には、著しい量のナトリウムは存在しない。

10

【0017】

本発明の実施形態は、以下の利益を示す：

- 経済的利益
  - ・フラックスの融点により低いことによる、より低い生産コスト
  - ・原材料のより低いコスト
- Promag (40重量%の $KCl$  - 60重量%の $MgCl_2$ )の商標を有する従来の周知の塩フラックス固体を使用する精製方法に相当する効率
- アルミニウムまたはアルミニウム合金内におけるナトリウムの著しい蓄積を行うことのない、Promagの商標を有する従来の製品固体の経済的な代替。

20

【発明の概要】

【0018】

本発明の第1の好ましい側面は、アルミニウムおよびアルミニウム合金から成る群から選択される金属の精製のための塩フラックスの使用であって、前記金属は液相の状態であり、前記塩フラックスは $NaCl$ および $MgCl_2$ の二成分混合物である使用に関する。

【0019】

本発明の第2の好ましい側面は、アルミニウムおよびアルミニウム合金から成る群から選択される金属の精製のための方法であって、前記方法は

30

- ・前記金属を液相まで加熱すること、および
  - ・前記液体金属と、 $NaCl$ および $MgCl_2$ の二成分混合物から成る塩フラックスとを接触させること
- を含む方法に関する。

【0020】

本発明の別の実施形態は、前記二成分混合物の22重量%超が $NaCl$ から成る、上記の通り定義される使用または方法に関する。

【0021】

本発明の別の実施形態は、前記塩フラックスが、

40

- ・ $NaCl$ の粒子と $MgCl_2$ の粒子との二成分混合物であるか、または
  - ・固体状態の $NaCl$ および $MgCl_2$ の融解塩の粉碎により得られる粒子から成るか、または
  - ・ $NaCl$ および $MgCl_2$ の液体混合物である
- 上記の通り定義される使用または方法に関する。

【0022】

本発明の別の実施形態は、前記二成分混合物はa) 40から50重量%の $NaCl$ およびb) 50から60重量%の $MgCl_2$ を含む上述の実施形態の何れか1つに定義された使用または方法に関する。より具体的には、この二成分混合物は、45重量%の $NaCl$

50

および55重量%の $MgCl_2$ を含み、約439の融点を有する共晶混合物を形成する。

【0023】

本発明の別の実施形態は、前記塩フラックスは粒子の形態である上述の実施形態の何れか1つに定義された使用または方法に関し、これらの粒子は $100\mu m$ から $3.35mm$ の平均粒径を有する。好ましくは、前記粒子は $0.85mm$ から $3.15mm$ のまたは $100\mu m$ から $1mm$ の平均粒径を有する。

【0024】

本発明の別の実施形態は、前記粒子は、ガス注入装置による注入によって、前記液体金属と接触させられる上述の実施形態の何れか1つに定義された使用または方法に関する。ガス注入装置の非限定的な例は、本願の出願人から市販されるSNIF PHD-50という商標で知られるロータリーインジェクターから成つてよい。

10

【0025】

本発明の別の実施形態は、前記金属は3重量%を超えるマグネシウム分を有するアルミニウム合金である上述の実施形態の何れか1つに定義された使用または方法に関する。

【0026】

本発明の別の実施形態は、前記金属は10重量%を超えるケイ素分を有するアルミニウム合金である上述の実施形態の何れか1つに定義された使用または方法に関する。

【図面の簡単な説明】

【0027】

【図1】図1は、融解塩 $KCl/NaCl/MgCl_2$ の状態図である。図1から3の状態図は、factsageウェブサイト(<http://factsage.com>)から抽出した。

20

【図2】図2は、融解塩 $KCl/MgCl_2$ の状態図である。図1から3の状態図は、factsageウェブサイト(<http://factsage.com>)から抽出した。

【図3】図3は、融解塩 $NaCl/MgCl_2$ の状態図である。図1から3の状態図は、factsageウェブサイト(<http://factsage.com>)から抽出した。

【図4】図4は、例5から8に関する比較図である。

30

【発明の詳細な説明】

【0028】

以下の例では、出願人は、当業者の懸念に反し、 $NaCl$ および $MgCl_2$ の二成分混合物を含む塩フラックスの配合物は、マグネシウム分を有するアルミニウム合金における金属ナトリウムの濃度の増大を伴わないことに注目した。そのようなアルミニウム合金の非限定的な例は、5重量%の含有量のマグネシウムを有するアルミニウム合金から成つてよい。したがって、特に高いマグネシウム分を有するアルミニウム合金の場合における、アルミニウムの洗浄のための $NaCl$ および $MgCl_2$ を含む二成分塩フラックスの使用に対する反対の示唆は存在しないようである。

【0029】

本発明に関して提案される $NaCl$ および $MgCl_2$ に基づく配合物は、不純物の回収のための化学的に活性な薬剤である $MgCl_2$ の等価な量について、出願人によって商標Promag(40重量%の $KCl$ 、60重量%の $MgCl_2$ )のもと市販される塩フラックス組成物の融点よりも低い融点を示す。融点の低下は、固体塩フラックスを融解するときのエネルギーコストの低下を意味する。

40

【0030】

2つの融解塩、すなわち以下の二成分系塩フラックスおよび三成分系塩フラックス(先行技術)(重量に基づく)を、後述の例において評価した:

- ・45%の $NaCl$ および55%の $MgCl_2$ 、439の融点;並びに
- ・20%の $NaCl$ 、20%の $KCl$ および60%の $MgCl_2$ 、396の融点。

50

## 【 0 0 3 1 】

また、例 1 は、液体アルミニウム合金に  $\text{NaCl}$  を添加したときのアルミニウム合金中のナトリウム濃度に関する予想を超える効果、すなわち、合金中のナトリウム分は増大しないことを示している。

## 【 0 0 3 2 】

それぞれの塩フラックスの製造は、適した炉において、無水固体相の塩を混合することにより行った。次に、炉の温度を上げることにより、液体の形態における溶融した化合物を得た。次に、液体を急速に冷却し、破碎し、ふるいにかけることで、選択した方法に適したグラニューロメトリーを得た。後述の例 7 では、無水固体相の塩を混合することのみにより塩フラックスを得た。

10

## 【 0 0 3 3 】

塩フラックスは、出願人 (Pyrotek) から市販される S N I F P H D - 5 0 (商標) といったロータリーインジェクターを使用した場合に、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Na}$  および  $\text{Li}$  の回収について最適な効率を示した。当然、当業者に周知であり、従来 of 精製方法に関する使用について既に記述されているその他の添加の方法を、精製を行うために使用することができる。精製を行うために必要な塩フラックスの濃度は、選択される方法に依存して異なってもよい。

## 【 0 0 3 4 】

## 例 1

グラファイトから成るるつぼの中で、5 重量%のマグネシウムが添加された 1.5 kg の液体 AA 1 1 0 0 アルミニウム合金 (商標 Alcan のもと市販される) 中で、商標 S I F T O I N D U S T R I A L のもとで市販される粉末形態の 100 グラムの  $\text{NaCl}$  を攪拌した。全試験期間中るつぼを 850 に維持した。7 日間毎日、サンプルを取得した。これらの毎日の分析によると、得られたアルミニウム合金のナトリウム分は全試験の間、2 ppm の最小レベルであり、このことは、当業者の懸念に反して、 $\text{NaCl}$  の添加は、マグネシウム分の高いアルミニウム合金中におけるナトリウムの吸着を伴わないことを示している。

20

## 【 0 0 3 5 】

## 例 2

グラファイトのるつぼの中で、5 重量%のマグネシウムが添加された 1.5 kg の液体 AA 1 1 0 0 アルミニウム合金 (商標 Alcan のもと市販される) 中で、45 重量%の  $\text{NaCl}$  および 55 重量%の  $\text{MgCl}_2$  の二成分混合物から成る 15 グラムの塩フラックスを攪拌した。るつぼを 720 に 90 分間維持し、30 分ごとにサンプルを取得した。るつぼ中のナトリウムレベルは、全実験の間、3 ppm の最小レベルに維持され、 $\text{NaCl}$  を含むフラックスの添加は、マグネシウム分の高いアルミニウム合金中におけるナトリウムの吸着を伴わないことが示された。塩フラックスは、商標 S I F T O I N D U S T R I A L のもとで市販される粉末形態の  $\text{NaCl}$  および商標 S K Y L I N E のもとで市販されるフレーク状の  $\text{MgCl}_2$  から作製した。

30

## 【 0 0 3 6 】

## 例 3 (先行技術)

グラファイトるつぼの中で、20 重量%の  $\text{NaCl}$ 、20 重量%の  $\text{KCl}$  および 60 重量%の  $\text{MgCl}_2$  の三成分混合物から成る 15 グラムの塩フラックスを攪拌し、5 重量%のマグネシウムが添加された 1.5 kg の液体 AA 1 1 0 0 アルミニウム合金 (商標 Alcan のもと市販される) に添加した。るつぼを 720 に 90 分間維持し、30 分ごとにサンプルを取得した。るつぼ中のナトリウムレベルは、全実験の間、3 ppm の最小レベルに維持され、少量の  $\text{NaCl}$  の添加は、マグネシウム分の高いアルミニウム合金中におけるナトリウムの吸着を伴わないことが示された。塩フラックスは、商標 S I F T O I N D U S T R I A L のもとで市販される粉末形態の  $\text{NaCl}$ 、商標 I M C K A L I U M のもとで市販される粉末形態の  $\text{KCl}$  および商標 S K Y L I N E のもとで市販されるフレーク状の  $\text{MgCl}_2$  から作製した。

40

50

## 【 0 0 3 7 】

## 例 4

約 7 5 k g の A 3 5 6 合金を、炭化ケイ素で作られたるつぼの中で、7 0 0 で溶解し、液体状態に維持した。その後、1 0 重量%のカルシウムを含む 5 3 5 g のアルミニウム合金を、直線状のブレードを有した攪拌器により混合しながら、液体 A 3 5 6 合金に添加した。次に、るつぼに含まれる生成されたアルミニウム合金を、攪拌することなく、5 時間放置した。この間、生成されたアルミニウム合金のカルシウム分は、3 5 0 p p m から 1 5 0 p p m に減少した。次に、更なる精製のために、4 5 重量%の NaCl および 5 5 重量%の MgCl<sub>2</sub> から成る 3 6 0 グラムの塩フラックスを、攪拌しながら、生成された合金に添加した。塩フラックスを、商標 S I F T O I N D U S T R I A L のもとで市販される粉末形態の NaCl および商標 S K Y L I N E のもとで市販されるフレーク状の MgCl<sub>2</sub> から作製した。

10

## 【 0 0 3 8 】

精製されたアルミニウム合金において行われた分析から、塩フラックスの添加の直後において、Ca 分が 1 5 0 p p m から 7 0 p p m に減少したこと、すなわち 5 3 % 減少したこと、および、添加から 3 時間後において、この Ca 分が 2 5 p p m に減少したことが示された。また、分析から、ナトリウム分は、2 p p m のオーダーであることが示された。

## 【 0 0 3 9 】

## 例 5

商標 S I F T O I N D U S T R I A L のもとで市販される粉末形態の 2 2 . 5 グラムの NaCl と、商標 S K Y L I N E のもとで市販されるフレーク状の 2 7 . 5 グラムの MgCl<sub>2</sub> とを小さなアルミニウムるつぼの中で混合することで、5 0 グラムのフラックスを作製した。混合物を、5 5 0 の温度に 4 5 分間さらした。その後、得られる液体混合物を、迅速な凝固のために、エナメルコートされたボールに注いだ。得られた塩フラックスを乳鉢により破碎し、ふるいにかけた。3 1 5 0 ミクロンより小さく 1 0 5 ミクロンより大きい粒径を有する画分を回収した。

20

## 【 0 0 4 0 】

2 k g の A A 1 1 0 0 アルミニウム合金（商標 A l c a n のもとで市販される）をグラファイトるつぼの中で、7 0 0 で溶解し、液体状態を維持した。この合金に対し、液体金属中で攪拌器により形成される渦の中で、9 0 重量%のアルミニウムおよび 1 0 重量%のカルシウムから成るアルミニウム合金（商標 K B A l l o y s のもとで市販される）を 2 グラム添加した。この攪拌器は直線状のブレードを有する。攪拌を 2 分間維持した。金属のサンプルを分析のために取得した。上記の通り形成した 2 グラムのフラックスを、2 分間攪拌しながら、カルシウムがドープされた液体アルミニウム合金に添加した。攪拌終了直後並びに 3 0、6 0 および 9 0 分後において、サンプルを取得した。

30

## 【 0 0 4 1 】

サンプルの分析から、塩フラックスの添加後、Ca レベルが 1 1 5 p p m から 3 p p m に減少することが示された。3 0 分後、カルシウムレベルは 2 p p m 未満となった。ナトリウム分の増大は試験において記述されなかった。合金中のナトリウムのレベルは 2 p p m のオーダーであった。

40

## 【 0 0 4 2 】

## 例 6（先行技術）

商標 S I F T O I N D U S T R I A L のもとで市販される粉末形態の 1 0 グラムの NaCl、商標 I M C K A L I U M のもとで市販される粉末形態の 1 0 グラムの KCl および商標 S K Y L I N E のもとで市販されるフレーク状の 3 0 グラムの MgCl<sub>2</sub> を小さなアルミニウムるつぼの中で混合することで、5 0 グラムの塩フラックスを作製した。混合物を、5 5 0 の温度に 4 5 分間さらした。その後、得られる液体混合物をエナメルコートされたボールに注ぎ、急速に凝固させた。得られた塩フラックスを乳鉢により破碎し、ふるいにかけた。3 1 5 0 ミクロンより小さく 1 0 5 ミクロンより大きい粒径を有する画分を回収した。

50

## 【 0 0 4 3 】

2 kg の A A 1 1 0 0 アルミニウム合金（商標 A l c a n のもとで市販される）をグラファイトるつぼの中で、700 で溶解し、液体状態を維持した。この合金に対し、液体金属中で攪拌器により形成される渦の中で、90重量%のアルミニウムおよび10重量%のカルシウムから成るアルミニウム合金（商標 K B A l l o y s のもとで市販される）を2グラム添加した。この攪拌器は直線状のブレードを有する。攪拌を2分間維持した。金属のサンプルを分析のために使用した。上記の通り形成した2グラムの塩フラックスを、2分間攪拌しながら、カルシウムがドーブされた液体アルミニウム合金に添加した。攪拌を停止し、攪拌終了直後並びに30、60および90分後において、サンプルを取得した。

10

## 【 0 0 4 4 】

サンプルの分析から、塩フラックスの添加後、Caレベルが108 ppmから7 ppmに減少することが示された。30分後、カルシウムレベルは2 ppmとなり、60分後、カルシウムレベルは1 ppm未満となった。ナトリウム分の増大は試験において認められなかった。ナトリウムレベルは2 ppmのオーダーであった。この例から、低い含有量のNaClを有する三成分フラックスは、合金中のナトリウムのレベルを増大させないことが示される。

## 【 0 0 4 5 】

## 例 7

粒度分析において95%が840ミクロン未満であり、95%が300ミクロンより大きく、商標 S I F T O I N D U S T R I A L のもとで市販される22.5グラムの粉末形態のNaClと、粒度分析において90%が4.7 mm未満であり、85%が1 mmより高く、商標 S K Y L I N E のもとで市販される27.5グラムのフレーク状のMgCl<sub>2</sub>とを混合することのみにより、50グラムの塩フラックスを作製した。

20

## 【 0 0 4 6 】

2 kg の A A 1 1 0 0 アルミニウム合金（商標 A l c a n のもとで市販される）をグラファイトるつぼの中で、700 で溶解し、液相を維持した。この合金に対し、液体金属中で攪拌器により形成される渦の中で、90重量%のアルミニウムおよび10重量%のカルシウムから成るアルミニウム合金（商標 K B A l l o y s のもとで市販される）を2グラム添加した。この攪拌器は直線状のブレードを有する。攪拌を2分間維持した。金属のサンプルを分析のために使用した。上記の通り形成した2グラムの塩フラックスを、2分間攪拌しながら、カルシウムがドーブされた液体アルミニウム合金に添加した。攪拌を停止し、攪拌終了直後並びに30、60および90分後において、サンプルを取得した。

30

## 【 0 0 4 7 】

サンプルの分析から、塩フラックスの添加後、Caレベルが77 ppmから2 ppmに減少することが示された。30分後、カルシウムレベルは1 ppm未満となった。ナトリウム分の増大は試験において記述されなかった。ナトリウムレベルは2 ppmのオーダーであった。

## 【 0 0 4 8 】

## 例 8

2 kg の A A 1 1 0 0 アルミニウム合金（商標 A l c a n のもとで市販される）をグラファイトるつぼの中で、700 で溶解し、液体状態を維持した。この合金に対し、液体金属中で攪拌器により形成される渦の中で、90重量%のアルミニウムおよび10重量%のカルシウムから成るアルミニウム合金（商標 K B A l l o y s のもとで市販される）を2グラム添加した。この攪拌器は直線状のブレードを有する。攪拌を2分間維持した。金属のサンプルを分析のために使用した。40重量%のKClおよび60重量%のMgCl<sub>2</sub>から形成され、粒度分析において99%が3150ミクロン未満であり、95%が850ミクロンを超える2グラムのP R O M A G S I（商標）を、2分間攪拌しながら、カルシウムがドーブされた合金に添加した。攪拌を停止し、攪拌終了直後並びに30、60および90分後において、サンプルを取得した。

40

50

## 【 0 0 4 9 】

サンプルの分析から、塩フラックスの添加後、Caレベルが75 ppmから7 ppmに減少することが示された。30分後、カルシウムレベルは5 ppm未満となった（図4参照）。これらの分析は、NaClおよびMgCl<sub>2</sub>の二成分フラックスが、NaCl、KClおよびMgCl<sub>2</sub>の三成分フラックスまたはKClおよびMgCl<sub>2</sub>の二成分フラックスよりも効率的であることを示している。

## 【表1】

表1

	例 5 NaCl-MgCl <sub>2</sub> (45-55) 熔融	例 6 NaCl-KCl-MgCl <sub>2</sub> (20-20-60) 熔融	例 7 NaCl-MgCl <sub>2</sub> (45-55) 混合	例 8 Promag SI* (KCl - MgCl <sub>2</sub> ) (40-60)	参考 (フラックスなし)
時間					
添加後のCa	115	108	77	75	77
添加後の塩	3	7	2	7	-
30 min	<1	2	<1	<5	58
60 min	<1	<1	<1	<5	-
90 min	<1	<1	<1	<5	-
120min	-	-	-	-	39

\* 商標

10

20

## 【 0 0 5 0 】

本発明は、その好ましい実施形態に関して記述されている。明細書および図面は、本発明の理解を助けることのみが意図されており、その範囲を限定することは意図されていない。本発明の範囲を逸脱することなく、本発明の実施において多数の変更および修正することが可能であることは当業者に明らかであるだろう。そのような変化および修正は本発明の範囲である。本発明は、特許請求の範囲に記載されるだろう。

【 図 1 】

図 1

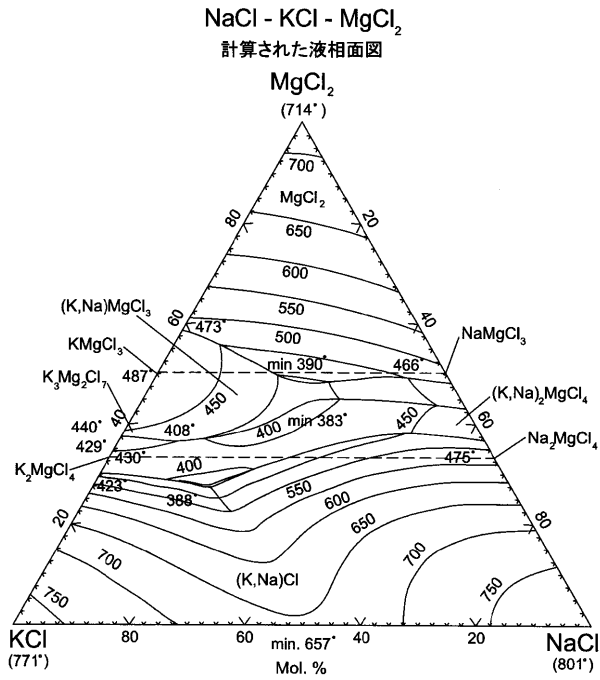


FIGURE 1  
(先行技術)

【 図 2 】

図 2

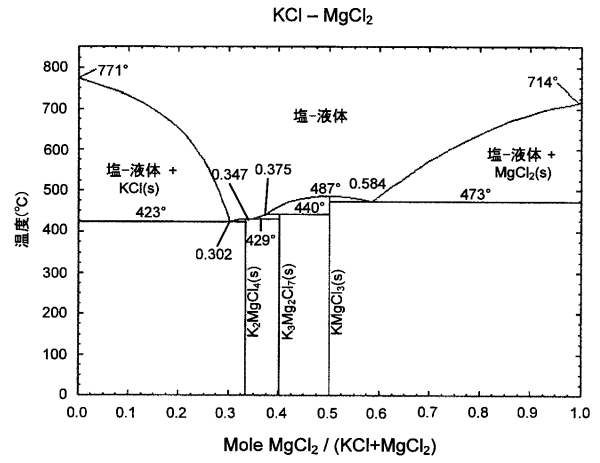


FIGURE 2  
(先行技術)

【 図 3 】

図 3

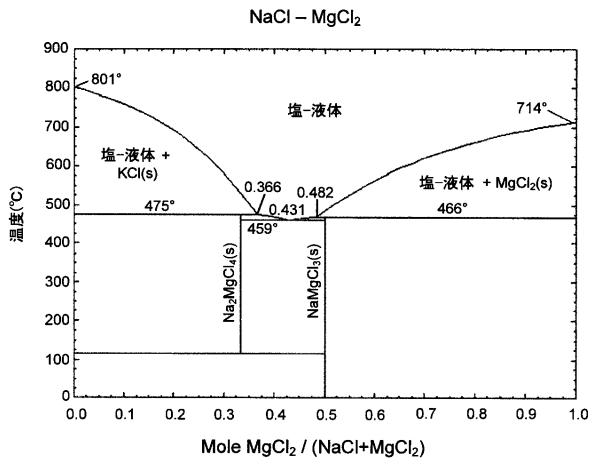


FIGURE 3  
(先行技術)

【 図 4 】

図 4

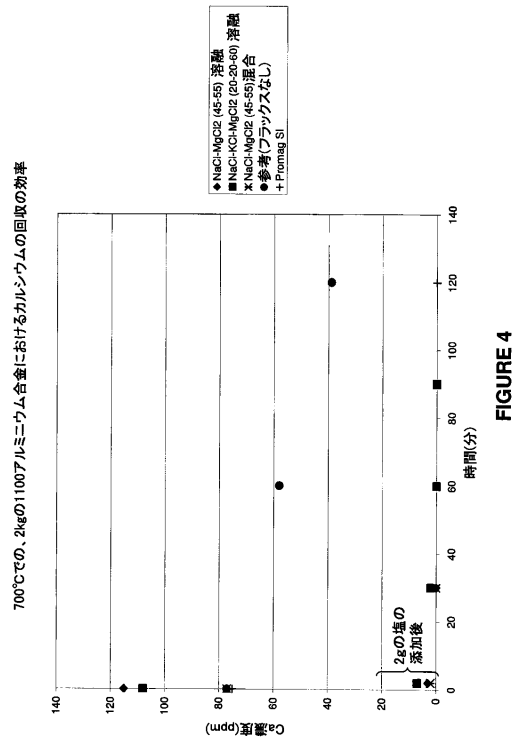


FIGURE 4

## 【 国際調査報告 】

<b>INTERNATIONAL SEARCH REPORT</b>		International application No. PCT/CA2010/000866
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC: <i>C22B 21/06</i> (2006.01) , <i>C22B 9/10</i> (2006.01) According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC: <i>C22B 21/06</i> (2006.01)      USPC: 75/308, 75/685		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic database(s) consulted during the international search (name of database(s) and, where practicable, search terms used) Epoque (Epodoc, TXTEN), WEST, Scopus, Google Scholar      Keywords: nacl, mgcl2, "sodium chloride" "magnesium chloride", flux, alumin?um		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US4138245A (STARY) 06 February 1979 (06-02-1979) * Example 1 *	1, 11, 16, 24
X	US4790873A (GESING et al.) 13 December 1988 (13-12-1988) * col.3, l. 50-59 *	1, 16
A	US1476192A (VBAZEY) 04 December 1923 (04-12-1923)	1-28
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 17 August 2010 (17-08-2010)		Date of mailing of the international search report 24 September 2010 (24-09-2010)
Name and mailing address of the ISA/CA Canadian Intellectual Property Office Place du Portage I, C114 - 1st Floor, Box PCT 50 Victoria Street Gatineau, Quebec K1A 0C9 Facsimile No.: 001-819-953-2476		Authorized officer  Jay Fothergill (819) 997-4842

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

International application No.  
**PCT/CA2010/000866**

Patent Document Cited in Search Report	Publication Date	Patent Family Member(s)	Publication Date		
US4138245A	06 February 1979 (06-02-1979)	AT913477A	15 November 1979 (15-11-1979)		
		AT357339B	10 July 1980 (10-07-1980)		
		CH599979A5	15 June 1978 (15-06-1978)		
		DE2701260A1	22 June 1978 (22-06-1978)		
		DE2701260B2	30 October 1980 (30-10-1980)		
		DE2701260C3	20 August 1981 (20-08-1981)		
		FR2375329A1	21 July 1978 (21-07-1978)		
		FR2375329B1	19 October 1984 (19-10-1984)		
		GB1542359A	14 March 1979 (14-03-1979)		
		IT1088996B	10 June 1985 (10-06-1985)		
		NO774345A	22 June 1978 (22-06-1978)		
		NO149509B	23 January 1984 (23-01-1984)		
		NO149509C	02 May 1984 (02-05-1984)		
		YU279277A1	30 June 1982 (30-06-1982)		
		ZA7706956A	27 September 1978 (27-09-1978)		
		US4790873A	13 December 1988 (13-12-1988)	AU568668B2	07 January 1988 (07-01-1988)
				AU3195984A	21 February 1985 (21-02-1985)
BR8404086A	16 July 1985 (16-07-1985)				
CA1223743A1	07 July 1987 (07-07-1987)				
DE3472973D1	01 September 1988 (01-09-1988)				
EP0134705A1	20 March 1985 (20-03-1985)				
EP0134705B1	27 July 1988 (27-07-1988)				
ES535152D0	16 July 1985 (16-07-1985)				
ES8506485A1	16 November 1985 (16-11-1985)				
GB8322020D0	21 September 1983 (21-09-1983)				
GB8322021D0	21 September 1983 (21-09-1983)				
JP60059027A	05 April 1985 (05-04-1985)				
JP3006969B	31 January 1991 (31-01-1991)				
JP1645804C	13 March 1992 (13-03-1992)				
NO843264A	18 February 1985 (18-02-1985)				
NO169501B	23 March 1992 (23-03-1992)				
NO169501C	01 July 1992 (01-07-1992)				
ZA8406351A	27 March 1985 (27-03-1985)				
US1476192A	04 December 1923 (04-12-1923)			US1476192A	04 December 1923 (04-12-1923)

## フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(74)代理人 100095441

弁理士 白根 俊郎

(74)代理人 100084618

弁理士 村松 貞男

(74)代理人 100103034

弁理士 野河 信久

(74)代理人 100140176

弁理士 砂川 克

(72)発明者 トレムブレイ、シルバイン

カナダ国、ジー7ジー・5シー8、ケベック、シクティミ、テラッス・デュ・フィヨルド 193

(72)発明者 デスロジエール、リュック

カナダ国、ジェイ1エヌ・2ケー2、ケベック、シャルブルック、リュ・フランシュビル 852

(72)発明者 ルベスク、ダニエル

カナダ国、ジェイ1エヌ・4ケー2、ケベック、シャルブルック、リュ・マルセル - マルコット  
1427

Fターム(参考) 4K001 AA02 BA23 EA04