

19



Bureau voor de
Industriële Eigendom
Nederland

11 1004824

12 C OCTROOI²⁰

21 Aanvraag om octrooi: 1004824

51 Int.Cl.⁶
C22C3/00, C22B21/06

22 Ingediend: 18.12.96

41 Ingeschreven:
19.06.98

47 Dagtekening:
19.06.98

45 Uitgegeven:
03.08.98 I.E. 98/08

73 Octrooihouder(s):
Nederlandse Organisatie voor
Toegepast-Natuurwetenschappelijk Onderzoek
TNO te Delft.

72 Uitvinder(s):
Dirk Verdoes te Apeldoorn
Hendrik Visscher te Apeldoorn

74 Gemachtigde:
Ir. L.C. de Bruijn c.s. te 2517 KZ Den Haag.

54 **Werkwijze en inrichting voor het scheiden van metalen en/of metaallegeringen met verschillende smeltpunten.**

57 Om metalen en/of metaallegeringen met verschillende smeltpunten van elkaar te scheiden wordt een mengsel van deze metalen en/of metaallegeringen op een temperatuur gebracht waarbij het metaal c.q. de metaallegering van relatief laag smeltpunt is gesmolten en het metaal c.q. de metaallegering van een relatief hoog smeltpunt zich in de vaste toestand bevindt. De vaste delen worden van de smelt afgescheiden waarbij gebruik wordt gemaakt van een waskolom met ten minste één tegen de temperatuur van gesmolten metaal bestand zijnd filter. Elk van de filters is aangebracht in de wand van een afzonderlijke buis die zich uitstrekt door de waskolom. Het mengsel wordt bij één einde van de waskolom toegevoerd en beweegt zich langs de buis of buizen naar aan de tegenover gelegen zijde van de waskolom aangebrachte middelen voor het afnemen van vaste kristal massa. De smelt komt via de filter of de filters in de buis of buizen terecht en stroomt in tegenstroom met het zich aan de buitenzijde van de buis of buizen bevindende mengsel naar een smeltafvoer. Een in een bovendeeel van de waskolom aanwezige suspensiezone gaat over in een gepakt kristalbed. Aan de onderzijde van de waskolom worden de kristallen in tegenstroom gewassen met hun eigen gerecirculeerde smelt.

NL C 1004824

De inhoud van dit octrooi wijkt af van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en). De oorspronkelijk ingediende stukken kunnen bij het Bureau voor de Industriële Eigendom worden ingezien.

Titel: Werkwijze en inrichting voor het scheiden van metalen en/of metaallegeringen met verschillende smeltpunten.

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het scheiden van
5 metalen en/of metaallegeringen met verschillende smeltpunten, waarbij
een mengsel van de genoemde metalen en/of metaallegeringen op een
temperatuur wordt gebracht waarbij het metaal c.q. de metaallegering
van relatief laag smeltpunt is gesmolten en het metaal c.q. de
10 metaallegering van relatief hoog smeltpunt zich in vaste toestand
bevindt, en tenslotte de vaste delen van de smelt worden afgescheiden.

De suspensie van vaste delen in een smelt kan enerzijds gemaakt worden
door een vaste stof te verhitten, zodat alleen de laagsmeltende
componenten smelten en anderzijds door een smelt af te koelen zodat
15 een fraktie van de smelt uitkristalliseert.

Het produceren van aluminium gebeurt in de praktijk met behulp van een
veel energie kostend electrolyseproces. Voorts is bekend een in de
aanhef aangeduid proces waarbij metalen, waaronder aluminium, worden
20 geraffineerd door gefractioneerde kristallisatie uit de smelt (zie
tijdschrift "Metall" nr. 7-8/95, blz. 491-495). Het scheiden van de
kristallen en de smelt vindt daarbij inefficiënt plaats bijvoorbeeld
door de kristallen door een persorgaan naar beneden te drukken tot een
compacte massa.

25 Met de uitvinding wordt beoogd de scheiding van smelt en vaste
(ongesmolten cq. uitgekristalliseerde) delen die afhankelijk van het
proces en de fasediagrammen de produkt- dan wel de rest-stroom van het
proces kunnen zijn, buitengewoon efficiënt en met relatief weinig
30 energie te kunnen uitvoeren.

Volgens de uitvinding wordt voor het afscheiden van de vaste delen
gebruik gemaakt van een waskolom met een of meer tegen de temperatuur
van gesmolten metaal bestand zijnde filters, en is elk van de filters
35 aangebracht in de wand van een afzonderlijke buis die zich uitstrekt
door de waskolom, waarbij het mengsel bij één einde van de waskolom
wordt toegevoerd en zich langs de buis of buizen beweegt naar aan de
tegenover gelegen zijde van de waskolom aangebrachte middelen voor het

afnemen van een vaste kristal massa, waarbij de smelt via het filter of de filters in de buizen terecht komt en in tegenstroom met het zich aan de buitenzijde van de buis of buizen bevindende mengsel naar een smeltafvoer stroomt en een deel van de afgenomen kristal massa na
5 smelting daarvan als wasvloeistof naar het kristalbed wordt vervoerd om dat kristalbed met de eigen smelt in tegenstroom te wassen.

De methode volgens de uitvinding is in het bijzonder geschikt voor het raffineren van aluminium, bijvoorbeeld het scheiden van laag-gelegeerd
10 aluminium (kneedlegeringen) en hoog-gelegeerd aluminium (gietlegering). Echter kan de werkwijze ook voor het raffineren van andere metalen zoals koper, lood, tin en zink worden toegepast.

Opgemerkt wordt dat uit het Zwitserse octrooischrift 168784 een
15 methode voor het zuiveren van lichte metalen of hun legeringen bekend is. In een vat bevindt zich een smelt waarvan de temperatuur zodanig is ingesteld dat de verontreinigingen vast zijn geworden en het zuivere metaal in vloeibare toestand door een zich in het vat bevindend filter wordt afgevoerd. Er is geen sprake van een waskolom
20 en ook niet van tegenstroom van de smelt die via het filter wordt afgevoerd en het zich aan de buitenzijde van het filter bevindende mengsel. Ook is uit deze publicatie niet bekend dat een deel van de afgenomen kristal massa na smelting daarvan als wasvloeistof naar een kristalbed wordt gevoerd om het kristalbed met de eigen smelt in
25 tegenstroom te wassen.

Voorts is uit het Amerikaanse octrooischrift 4043802 een werkwijze voor de continue zuivering van onzuivere metalen bekend. Daarbij bevindt een mengsel van metaalkristallen en vloeistof zich in een
30 kolom die een relatief koele zone en een relatief warme zone heeft. Tussen deze zones bevindt zich een continue temperatuurgradiënt. De temperatuur van de koele zone is zodanig ingesteld dat zowel vloeibaar als kristallijn metaal kan bestaan. De temperatuur van de warme zone is voldoende hoog om de kristallen te smelten. Een deel van de kolom
35 in de genoemde koele zone wordt afgekoeld voor het vormen van een coherente massa van metaalkristallen. Vervolgens wordt een beginnende smelting teweeggebracht om kristallen uit de massa vrij te geven vanaf de massa in de kristalkolom naar het vloeibare metaal in de koele zone

van de kolom. De kristallen worden dan getransporteerd via de temperatuurgradiënt in de warme zone waar smelting van de kristallen optreedt en de warme zone verrijkt wordt met het zuivere vloeibare metaal. Ook hier is geen sprake van een waskolom waarbij filters zijn
5 aangebracht in de wand van een afzonderlijke buis die zich uitstrekt door de waskolom, het mengsel bij één einde van de waskolom wordt toegevoerd en zich langs de buis of buizen beweegt naar aan de tegenover gelegen zijde van de waskolom aangebrachte middelen voor het afnemen van vaste kristalmassa. Voorts is uit dit Amerikaanse
10 octrooischrift niet bekend dat de smeltfilters ^{via} in een buis of buizen terecht komt en in tegenstroom met het zich aan de buitenzijde van de buis of buizen bevindend mengsel naar een smeltafvoer stroomt. Ten opzichte van dit Amerikaanse octrooischrift is bovendien nieuw dat een deel van de afgenomen kristalmassa na smelting daarvan als
15 wasvloeistof naar het kristalbed wordt gevoerd om het kristalbed met de eigen smelt in tegenstroom te wassen.

Het Amerikaanse octrooischrift 4511398 beschrijft een methode om met metalen verontreinigd aluminium met behulp van natrium te zuiveren. Er
20 wordt daarbij gebruik gemaakt van een scheidingskolom en het temperatuurgebied ligt tussen het smeltpunt van het aluminium of de aluminiumlegering en het kookpunt van natrium. Het voorverwarmde natrium wordt ingebracht in de scheidingskolom vanuit een circuit voorzien van een warmtewisselaar, middelen om vaste deeltjes neer te
25 slaan, een pomp en een opslagtank, in hoeveelheden ten minste vijf maal groter dan de massa van het verontreinigde metaal. Het natrium stroomt in tegenstroom met het verontreinigde aluminium dat eveneens wordt ingebracht in de scheidingskolom. Het gezuiverde aluminium dat een kleine resthoeveelheid verontreinigd metaal en een natriumgehalte
30 van niet meer dan 500 ppm bevat, wordt uit de scheidingskolom verwijderd. Natrium met een lage concentratie van verontreinigd metaal wordt teruggevoerd naar het circuit.

35 Bij voorkeur wordt de kristalmassa door een schrapermes afgenomen.

Om de vaste deeltjes te wassen en te voorkomen dat verontreinigingen doorslibben naar de smeltstroom wordt een deel van de smeltstroom als wasvloeistof in de kolom teruggevoerd.

Dit kan worden bereikt door met behulp van een klep, die de afvoer van smelt (kan het produkt zijn) controleert, de druk zodanig te regelen dat een gedeelte van de smelt het kristalbed binnendringt en dat bed in tegenstroom wast. Door een juiste instelling van het
5 wasvloeistofdebiet zal de wasvloeistof uitkristalliseren voordat de wasvloeistof de filters bereikt. Enerzijds treedt daardoor geen verlies aan wasvloeistof op en anderzijds wordt voorkomen, dat de filters dichtvriezen. Het niveau waar de wasvloeistof kristalliseert - het zogenaamde wasfront - kan vastgesteld worden aan de hand van de
10 scherpe temperatuursverandering onder en boven het wasfront.

De buizen, elk met een eigen filter, zijn gelijkmatig over de dwarsdoorsnede van de cilindrische waskolom aangebracht.

15 Het kan voordelen hebben om in de afvoer van de buis of buizen een pulserende vloeistofstroom op te wekken. In het bijzonder kan daardoor de wrijving langs de wand bij de filters worden verminderd.

De voor het uitvoeren van de werkwijze geschikte inrichting omvat
20 volgens de uitvinding een smelt- c.q. kristallisatievat met temperatuurregelmiddelen om de temperatuur van zich in dat vat bevindende hoog- en laagsmeltende metalen of legeringen op een waarde tussen de smelt- c.q. kristallisatietemperatuur van die hoog- en laagsmeltende metalen of legeringen te houden, een waskolom met één of
25 meer zich daarin uitstrekkende, aan één einde gesloten buizen in een deel van de wand waarvan een filter is aangebracht, dat de enige directe verbinding voor de smelt tussen de ruimte buiten de buizen en de ruimte binnen de buizen vormt, middelen om een mengsel van smelt en kristallen vanuit het genoemde smeltvat naar één einde van de waskolom
30 te voeren, middelen om bij het tegenover gelegen einde van de waskolom kristal massa af te nemen, middelen om smelt uit de buis of buizen af te voeren, en middelen om vaste deeltjes in tegenstroom te wassen met hun eigen smelt.

35 De filters bestaan bij voorkeur uit poreus keramisch materiaal.

De uitvinding zal nu aan de hand van de twee schematische figuren en een aantal voorbeelden worden toegelicht.

In figuur 1 hebben de verwijzigingscijfers de volgende betekenis:

- 1 = toevoer voor te behandelen mengsel van metaal,
 2 = smelt- of kristallisorvat met regelmiddelen om door toe- of
 5 afvoer van calorieën de temperatuur op een waarde te houden
 gelegen tussen de smelttemperatuur van het metaal of de
 legering met relatief hoog smeltpunt en de smelttemperatuur van
 het metaal
 of de legering met relatief laag smeltpunt,
 10 3 = waskolom,
 4 = leiding om mengsel (suspensie) van smelt en vaste deeltjes in
 de waskolom 3 te leiden,
 5 = pomp in leiding 4,
 6 = buizen die in hoofdzaak gelijkmatig over de dwarsdoorsnede van
 15 de kolom 3 zijn verdeeld,
 7 = filters voor het doorlaten van smelt en het tegenhouden van
 vaste delen,
 8a = top van het kristalbed
 8b = wasfront,
 20 9 = schraapmes,
 10 = afvoerleiding voor filtraat uit de buizen 6,
 11 = filtraatrecirculatieleiding van de waskolom
 11a = pomp in leiding 11,
 12 = filtraatrecirculatieleiding van het smelt- cq.
 25 kristallisatievat,
 13 = afvoerleiding voor afgeschraapte deeltjes,
 14 = smelter,
 15 = pomp in afvoerleiding 13,
 16 = afvoer voor gesmolten afgeschraapte deeltjes,
 30 17 = wasvloeistofleiding,
 18 = regelklep.
 19 = waszone
 20 = concentratie/indikzone
 21 = suspensiezone.

35

De van het vat 2 afkomstige suspensie wordt in de waskolom 3 gevoerd. Deze suspensie stroomt aan de buitenzijde van de buizen 6 neerwaarts in de zogenaamde suspensiezone 21. De laatstgenoemde zone 21 gaat ter

plaatse van het niveau 8a over in de concentratie/indikzone 20. Daaronder bevindt zich een gepakt kristalbed met bijvoorbeeld 50 tot 70 vol. % kristallen. Via de filters 7 stroomt smelt in de buizen 6, waarbij bovengenoemd gepakt bed van vaste deeltjes wordt gevormd in de
5 concentratie/indikzone 20. Met behulp van het schraapmes 9 wordt vaste massa afgeschraapt. De aldus gevormde vaste deeltjes worden met behulp van een nader toe te lichten recirculerende smeltstroom via de leiding 13 in de smelter 14 gevoerd. Het grootste deel van de smelt wordt middels de pomp 15 via de klep 18 en de leiding 16 afgevoerd. Een
10 klein deel wordt via de leiding 17 gerecirculeerd naar de onderzijde van de kolom 3. Deze recirculatiestroom dient voor het in de waszone 19 wassen van de kristaldeeltjes, waarmee wordt voorkomen dat ongewenste bestanddelen uit de smelt doorsijpelen naar de onderzijde van de kolom 3. De vloeistof in de waszone is pure smelt. Door
15 instelling van de regelklep 18 kan de wasdruk zodanig worden geregeld dat de via de leiding 17 toegevoerde stroom het kristalbed in de waszone in tegenstroom wast. In feite is er in de waskolom 3 een neerwaartse suspensiestroom (S + L) aan de buitenzijde van de buizen 6, een opwaartse stroming in de buizen 6 van smelt (L) die via de
20 filters 7 in de buizen 6 terecht is gekomen, en de genoemde recirculerende wasstroom uit zuivere smelt die via de leiding 17 in de waszone wordt toegelaten.

Zoals uit de volgende voorbeelden blijkt, kan de schematisch
25 weergegeven inrichting op verschillende wijzen worden toegepast.

Voorbeeld 1

Een vast mengsel van in hoofdzaak zuivere aluminiumdeeltjes en
30 deeltjes van aluminiumlegeringen (bijvoorbeeld AlSi) of andere metalen (bijvoorbeeld Zn) die een lager smeltpunt hebben dan zuiver aluminium wordt via de toevoer 1 in het vat 2 gevoerd, dat als smeltvat is uitgevoerd. Bij voorkeur hebben de deeltjes een grootte tussen 100 en 1000 mm. Er wordt warmte in het vat 2 gevoerd zodanig dat de
35 temperatuur op een waarde tussen het relatief lage smeltpunt van de verontreinigingslegering en het relatief hoge smeltpunt van het zuivere aluminium komt te liggen. De temperatuur is in elk geval lager dan 660°C. Er ontstaat een suspensie van in hoofdzaak zuivere vaste

aluminiumdeeltjes in een onzuivere smelt. Deze suspensie wordt via de leiding 4 middels de pomp 5 in het bovineinde van de waskolom 3 gevoerd. De verontreinigingssmelt stroomt via de filters 7 in de buizen 6 en de zuivere vaste deeltjes verzamelen zich in een gepakt bed beginnend boven de filters en eindigend onder in de waskolom 3, bij het schraapmes 9. Het schraapmes 9 schraapt de vaste massa af en de aldus gevormde deeltjes worden via de leiding 13 met behulp van een recirculerende smeltstroom naar de smelter 14 gevoerd. De deeltjes worden gesmolten en de resulterende smelt wordt middels pomp 15 gerecirculeerd. Het grootste gedeelte van de smelt wordt als produkt via de leiding 16 afgevoerd. Een klein deel van de smelt wordt via de leiding 17 als wasvloeistof in de kolom 3 geleid om de aluminiumrijke deeltjes onder in de kolom in tegenstroom te wassen en om daarmee te voorkomen dat verontreinigingen naar de produktstroom aan de onderzijde van de kolom doorsijpelen. Het binnendringen van de wasvloeistof aan de onderkant van het bed wordt geregeld via de wasdruk die instelbaar is met regelklep 18. De warme wasvloeistof kristalliseert uit op de deeltjes in het bed omdat deze deeltjes kouder zijn. Het wasvloeistofdebiet wordt zo ingesteld, met behulp van wasdruk en regelklep, dat de kristallisatie van de wasvloeistof plaatsvindt voordat de wasvloeistof de filters bereikt zodat er geen verlies aan wasvloeistof optreedt.

Een filtraat van gesmolten verontreinigingen stroomt via de buizen 6 omhoog naar de afvoerleiding 10.

De regelklep 18 is zo ingesteld dat onder in de spoelkamer onder het schraapmes een overdruk heerst (bijvoorbeeld 2 bar). Onder het met de stippellijn 8b aangeduide wasfront bevinden zich zuivere vaste deeltjes en zuivere smelt (wasvloeistof). Door de wasdruk (2 bar) onder in de kolom wordt de zuivere smelt omhoog gedrukt tot aan het niveau 8b. Bij het wasfront kristalliseert de als zuivere smelt toegevoerde wasvloeistof op de koude vaste deeltjes. Er staat ook druk aan de voedingszijde van het bed. Deze druk is gekoppeld met het stromen van de smelt door het gepakte bed van de deeltjes.

Het drukverschil in de kolom zorgt ook voor de opwaartse stroming van het verontreinigde filtraat in de buizen 6.

Van de filtraatstroom kan via een pomp 11a in de leiding 11 een deel afgetakt worden om in de bovenste zone van de waskolom 3 te worden teruggevoerd en aldaar enige (extra) druk op te bouwen. Voorts wordt van de filtraatstroom via de leiding 12 een relatief grote
5 recirculatiestroom afgetapt en naar het smeltvat 2 gevoerd om daar voor een werkbaar vaste-stofpercentage tussen 15 en 50% te zorgen. De resterende filtraatstroom kan als residu voor verdere verwerking of als afval worden afgevoerd.

10 Bijvoorbeeld wordt in totaal circa 10% van de vaste stof omgesmolten.

Deeltjes groter dan 1000 mm zijn in de waskolom in het algemeen niet of moeilijk te hanteren. In dat geval kan de smelt op eenvoudige wijze via een grove zeef of een filter worden gedraineerd.

15

Voorbeeld 2

In tegenstelling tot voorbeeld 1 bestaat het te verwerken materiaal uit een deeltjesmengsel waarvan de verontreiniging wordt gevormd uit
20 een legering of metaal met een hoger smeltpunt dan het zuivere aluminium. Bijvoorbeeld bestaat de verontreiniging uit een AlFe-legering of uit vermalen stalen schroeven. Ook hier wordt bij voorkeur een deeltjesgrootte tussen 100 en 1000 mm toegepast.

25 De temperatuur in het smeltvat 2 ligt hoger dan 660°C (het smeltpunt van zuiver aluminium) en lager dan het smeltpunt van de verontreiniging. Er ontstaat een suspensie van onzuivere aluminiumarme vaste deeltjes en een zuivere aluminiumrijke smelt. Het aluminiumarme residu wordt met het mes 9 afgeschraapt en in de smelter 14 gesmolten.
30 Het grootste deel wordt via de leiding 16 afgevoerd als residu en een klein gedeelte wordt via de leiding 17 als wasvloeistof in de onderzijde van de kolom 3 teruggeleid om te voorkomen dat aluminiumrijke smelt naar de residustroom sijpelt. De aluminiumrijke produktstroom verlaat de kolom 3 via de poreuze filters 7 en de buizen
35 6. Een deel van die stroom kan via een pomp in de leiding 11 in de bovenzijde van de kolom 3 teruggeleid worden. De recycling via de leiding 12 ontbreekt.

Naar schatting wordt 80-95% van de vaste stof in het smeltvat gesmolten.

Voorbeeld 3

5

De kristallisator 2 wordt via toevoer 1 gevoed met een stroom die zowel het aluminium als de verontreinigingen in gesmolten toestand bevat. In de kristallisator wordt dit materiaal zodanig gekoeld dat fractionerende kristallisatie plaats vindt: er worden aluminiumrijke
10 kristallen gevormd, terwijl de verontreinigingen achterblijven in de smelt. De werking van de waskolom om de relatief zuivere kristallen van relatief onzuivere smelt te scheiden komt overeen met die beschreven onder voorbeeld 1. Het aluminiumrijke produkt wordt als
15 vaste stof door het mes 9 afgeschraapt en verlaat na smelten de kolom via leiding 16, terwijl het residu wordt onttrokken via de filters 7 en de buizen 6. Een deel van het filtraat (onzuivere smelt) wordt gerecirculeerd naar de kristallisator 2 om er voor te zorgen dat het
20 massapercentage aan kristallen (10-50%) in de kristallisator tot een werkzame situatie leidt en het percentage verontreinigingen in de smelt instelbaar is waardoor de opbrengst van het proces groter wordt. De uit de aluminiumkristallen verkregen smelt is zeer zuiver. Een klein gedeelte van deze produktsmelt wordt gebruikt als wasvloeistof.

Voorbeeld 4

25

Een Fe bevattend Al (bijvoorbeeld verkregen bij de recycling van verpakkingen) wordt als smelt in de kristallisator 2 toegevoerd. Om de oplosbaarheid van ijzer in aluminium te verlagen wordt mangaan bijgemengd. Door koeling wordt fractionerende kristallisatie bereikt,
30 waarbij de Fe-rijke fase eerst uitkristalliseert. Er ontstaat dus een suspensie van Fe-rijke kristallen in Al-Mn-rijke smelt. De scheiding vindt plaats zoals in voorbeeld 2 beschreven. Omdat de waskolom 3 een gesloten apparaat is, dat direct aan de kristallisator 2 is gekoppeld, is een nauwkeurige beheersing van de temperatuur gemakkelijk.

35 Een bekende methode om door fractionerende kristallisatie van Fe-rijke verontreinigingen, afkomstig van te recyclen blikverpakkingen, af te scheiden met behulp van een keramisch filter vertoont ten opzichte van de methode met een waskolom de volgende nadelen:

1. er wordt een onvolledige scheiding tussen de vaste stof en de vloeistof bereikt waardoor een gedeelte van de aluminiumrijke smelt in de uit verontreinigingsdeeltjes bestaande filterkoek achterblijft en
- 5 2. het is moeilijk om tijdens de werking met een open filter de plaatselijke afkoeling van het filter aan de rand daarvan te voorkomen; daardoor begint ook de aluminiumrijke smelt uit te kristalliseren hetgeen de werking van het filter benadeelt en de opbrengst aan aluminiumrijk produkt verlaagt.

10

Figuur 2 toont een drietraps-scheidingsproces voor het recyclen van aluminium. De drie processtappen zijn achtereenvolgens met A, B en C aangeduid. In proces A worden overeenkomstig voorbeeld 1 de laagsmeltende verontreinigingen verwijderd middels selectief smelten
15 bij een temperatuur lager dan 660°C . Het produkt (de vaste fase) van proces A wordt na verlaten van de S-L-scheider of waskolom 3A gevoerd naar de smelter 2B (temperatuur groter dan 660°C) van de processtap B, in welke stap overeenkomstig voorbeeld 2 als vaste stof overblijvende de hoogsmeltende verontreinigingen worden afgescheiden van de
20 aluminiumrijke smelt. Het residu van de S-L-scheider 3B van processtap B wordt naar de kristallisator 2C van processtap C gevoerd en daarin gekoeld (bijv. bij een temperatuur lager dan 660°C). Door fractionerende kristallisatie van aluminium worden zeer zuivere kristallen gemaakt, die met waskolom 3C efficiënt worden afgescheiden
25 van de verontreinigingen die achterblijven in de smelt.

De toepassing van de beschreven waskolom voor raffinage van aluminium en andere metalen is een belangrijke technologische doorbraak in de recycling van metalen. Voordelen zijn: probleemloze opschaalbaarheid,
30 geen verlies aan wasvloeistof, grote doorzet van de vaste stof per vierkante meter kolomoppervlak, nauwkeurige aanpassingsmogelijkheden aan de samenstelling van het te recyclen metaal.

Van belang is dat de waskolom 3 tot een nagenoeg volledige scheiding
35 van vaste stof en smelt kan leiden en het product zowel vaste stof als smelt kan zijn.

Conclusies

1. Werkwijze voor het scheiden van metalen en/of metaallegeringen met verschillende smeltpunten, waarbij een mengsel van de genoemde metalen en/of metaallegeringen op een temperatuur wordt gebracht waarbij het metaal c.q. de metaallegering van relatief laag smeltpunt is gesmolten en het metaal c.q. de metaallegering van relatief hoog smeltpunt zich in vaste toestand bevindt, en tenslotte de vaste delen van de smelt worden afgescheiden, met het kenmerk, dat voor het afscheiden van de vaste delen gebruik wordt gemaakt van een waskolom met één of meer tegen de temperatuur van gesmolten metaal bestand zijnde filters, waarbij elk van die filters is aangebracht in de wand van een afzonderlijke buis die zich uitstrekt door de waskolom, dat het mengsel bij één einde van de waskolom wordt toegevoerd en zich langs de buizen beweegt naar aan de tegenover gelegen zijde van de waskolom aangebrachte middelen voor het afnemen van vaste kristalmassa, dat de smelt via de filters in de buizen terecht komt en in tegenstroom met het zich aan de buitenzijde van de buizen bevindende mengsel naar een smeltafvoer stroomt, en dat een deel van de afgenomen kristalmassa na smelting daarvan als wasvloeistof naar het kristalbed wordt gevoerd om dat kristalbed met de eigen smelt in tegenstroom te wassen.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de kristalmassa door een schrapermes wordt afgenomen.
3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat een aantal buizen, elk met een filter, gelijkmatig verdeeld over de dwarsdoorsnede van de cilindrische waskolom is aangebracht.
4. Werkwijze volgens één van de conclusies 1 t/m 3, met het kenmerk, dat een deel van de uit de buis of buizen afgevoerde smelt als filtraatrecirculatie wasvloeistof in de waskolom wordt teruggevoerd.
5. Werkwijze volgens één van de conclusies 1 t/m 4, met het kenmerk, dat in de afvoer van de buis of buizen een pulserende vloeistofstroom wordt opgewekt.
6. Inrichting voor het uitvoeren van de werkwijze volgens één van de

conclusies 1 t/m 5 omvattende:

- een smelt- c.q. kristallisatievat (2) met temperatuurregelmiddelen om de temperatuur van zich in dat vat bevindende hoog- en laagsmeltende metalen of legeringen op een waarde tussen de smelt- c.q. kristallisatietemperatuur van die hoog- en laagsmeltende metalen of legeringen te houden,
 - een waskolom (3) met één of meer zich daarin uitstreckende, aan één einde gesloten buizen (6) in een deel van de wand waarvan een filter (7) is aangebracht, dat de enige directe verbinding voor de smelt tussen de ruimte buiten de buizen en de ruimte binnen de buizen vormt,
 - middelen (4, 5) om een mengsel van smelt en kristallen vanuit het genoemde smeltvat naar één einde van de waskolom te voeren,
 - middelen om bij het tegenover gelegen einde van de waskolom kristal massa (9, 13) af te nemen,
 - en middelen (10) om smelt uit de buis of buizen (6) af te voeren,
 - middelen om vaste deeltjes in tegenstroom te wassen met hun eigen smelt.
7. Inrichting volgens conclusie 6, gekenmerkt door middelen (11) om een deel van de uit de buizen afgevoerde smelt als filtraatrecirculatievloei stof in de waskolom terug te leiden.
8. Inrichting volgens conclusie 6 of 7, met het kenmerk, dat de middelen voor het afnemen van kristal massa bestaan uit een schrapermes (9).
9. Inrichting volgens één van de conclusies 6 t/m 8, met het kenmerk, dat de filters (7) uit poreus keramisch materiaal bestaan.
10. Meertrapsscheidingsinstallatie voor metalen en/of metaallegeringen omvattende: een aantal in serie geplaatste inrichtingen volgens één van de conclusies 6 t/m 9.

fig-1

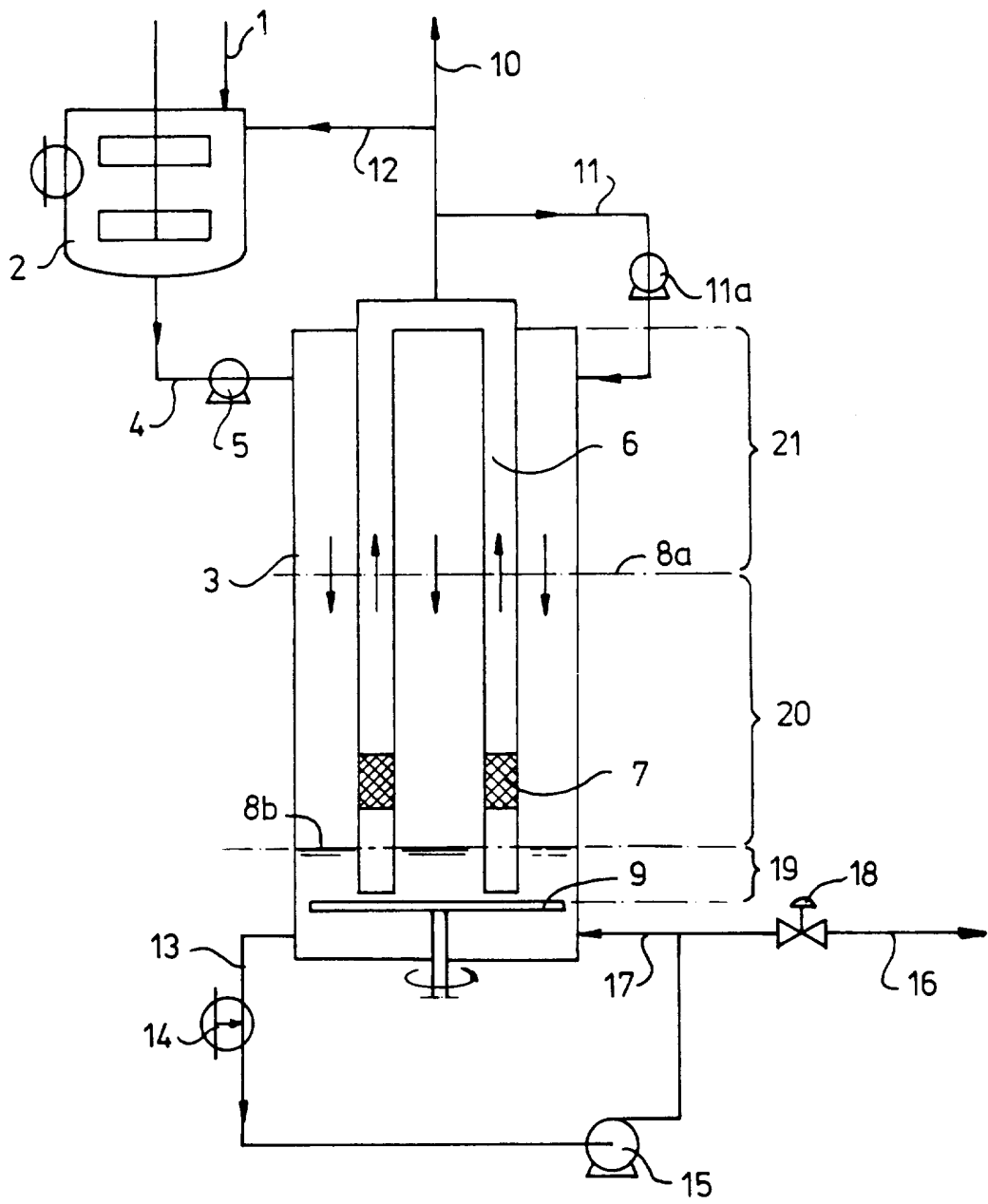
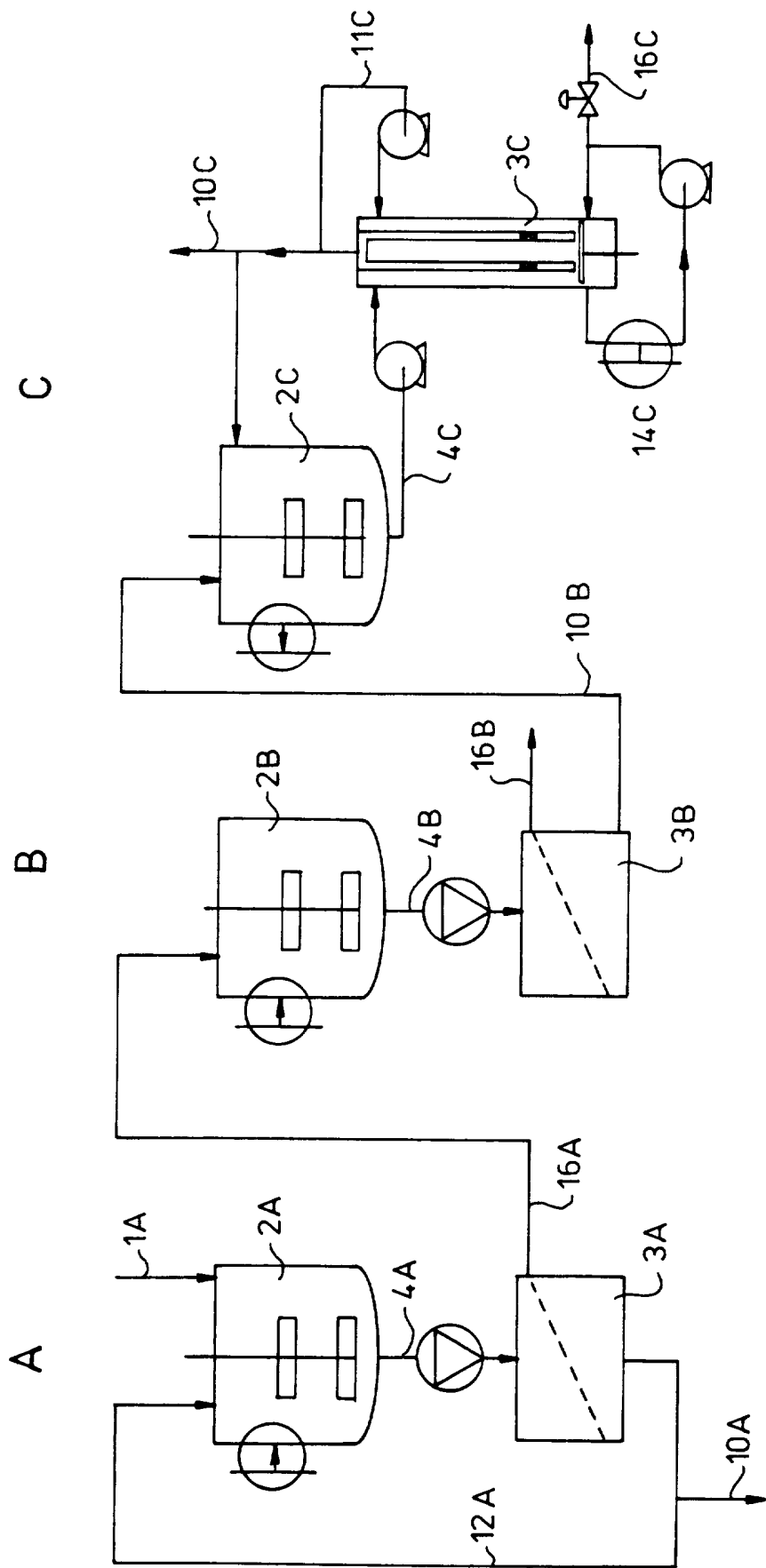


fig-2



SAMENWERKINGSVERDRAG (PCT)
RAPPORT BETREFFENDE
NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN INTERNATIONAAL TYPE

IDENTIFIKATIE VAN DE NATIONALE AANVRAGE	Kenmerk van de aanvrager of van de gemachtigde N.O. 40705 TM
Nederlandse aanvraag nr. 1004824	Indieningsdatum 18 december 1996
	Ingeroepen voorrangsdatum
Aanvrager (Naam) NED. ORGANISATIE VOOR TOEGEPAST-NATUURWETENSCHAPPELIJK ONDERZOEK TNO	
Datum van het verzoek voor een onderzoek van internationaal type --	Door de Instantie voor Internationaal Onderzoek (ISA) aan het verzoek voor een onderzoek van internationaal type toegekend nr. SN 29083 NL
I. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP (bij toepassing van verschillende classificaties, alle classificatiesymbolen opgeven)	
Volgens de Internationale classificatie (IPC) Int.Cl.6: C 22 B 21/06, C 22 B 9/02, B 01 D 9/00	
II. ONDERZOCHE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK	
Onderzochte minimum documentatie	
Classificatiesysteem	Classificatiesymbolen
Int.Cl.6:	C 22 B, B 01 D, C 30 B
Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen	
III. <input type="checkbox"/> GEEN ONDERZOEK MOGELIJK VOOR BEPAALDE CONCLUSIES (opmerkingen op aanvullingsblad)	
IV. <input type="checkbox"/> GEBREK AAN EENHEID VAN UITVINDING (opmerkingen op aanvullingsblad)	

18

VERSLAG VAN HET NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN
INTERNATIONAAL TYPE

Nummer van het verzoek om een nieuwheidsonderzoek

NL 1004824

A. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP
IPC 6 C22B21/06 C22B9/02 B01D9/00

Volgens de Internationale Classificatie van octrooien (IPC) of zowel volgens de nationale classificatie als volgens de IPC.

B. ONDERZOCHE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK

Onderzochte minimum documentatie (classificatie gevolgd door classificatiesymbolen)
IPC 6 C22B B01D C30B

Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie, voor dergelijke documenten, voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen

Tijdens het internationaal nieuwheidsonderzoek geraadpleegde elektronische gegevensbestanden (naam van de gegevensbestanden en, waar uitvoerbaar, gebruikte trefwoorden)

C. VAN BELANG GEACHTE DOCUMENTEN

Category *	Geciteerde documenten, eventueel met aanduiding van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie nr.
Y	CH 168 784 A (DEUTSCHE GOLD- UND SILBER-SCHIEDANSTALT) 2 Juli 1934	1
A	zie het gehele document	3,7,9,11
Y	US 4 043 802 A (J.D. ESDAILE ET AL.) 23 Augustus 1977 zie figuren 1,2,5	1
Y	US 4 511 398 A (T. KUGLER) 16 April 1985 zie figuur en samenvatting	1
	-/--	

Verdere documenten worden vermeld in het vervolg van vak C.

Leden van dezelfde octroofamilie zijn vermeld in een bijlage

* Speciale categorieën van aangehaalde documenten

"A" document dat de algemene stand van de techniek weergeeft, maar niet beschouwd wordt als zijnde van bijzonder belang

"E" eerder document, maar gepubliceerd op de datum van indiening of daarna

"I" document dat het beroep op een recht van voorrang aan twijfel onderhevig maakt of dat aangehaald wordt om de publicatiedatum van een andere aanhaling vast te stellen of om een andere reden zoals aangegeven

"O" document dat betrekking heeft op een mondelinge uiteenzetting, een gebruik, een tentoonstelling of een ander middel

"P" document gepubliceerd voor de datum van indiening maar na de ingeroepen datum van voorrang

"I" later document, gepubliceerd na de datum van indiening of datum van voorrang en niet in strijd met de aanvraag, maar aangehaald ter verduidelijking van het principe of de theorie die aan de uitvinding ten grondslag ligt

"X" document van bijzonder belang; de uitvinding waarvoor uitsluitende rechten worden aangevraagd kan niet als nieuw worden beschouwd of kan niet worden beschouwd op inventiviteit te berusten

"Y" document van bijzonder belang; de uitvinding waarvoor uitsluitende rechten worden aangevraagd kan niet worden beschouwd als inventief wanneer het document beschouwd wordt in combinatie met één of meerdere soortgelijke documenten, en deze combinatie voor een deskundige voor de hand ligt

"&" document dat deel uitmaakt van dezelfde octroofamilie

2

Datum waarop het nieuwheidsonderzoek van internationaal type werd voltooid

6 Augustus 1997

Verzenddatum van het rapport van het nieuwheidsonderzoek van internationaal type

Naam en adres van de instantie

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

De bevoegde ambtenaar

Bombeke, M

C.(Vervolg). VAN BELANG GEACIITE DOCUMENTEN

Categorie *	Geciteerde documenten, eventueel met aanduiding van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie nr.
A	ERZMETALL, deel 41, nr. 10, Oktober 1988, WEINHEIM, DUITSLAND, bladzijden 522-525, XP002037049 ALBERT E. MELIN: "Metallraffination durch fraktionierte Kristallisation aus der Schmelze" zie bladzijde 524; figuren 3,4 ---	1,7
A	DE 17 58 953 A (INTERATOM INTERNATIONALE ATOMREAKTOR BAU) 4 Maart 1971 zie bladzijde 10; figuur 1 ---	10
E	EP 0 757 013 A (SHARP KABUSHIKI KAISHA) 5 Februari 1997 zie figuren 1-3 ---	1,7
A	US 4 042 228 A (D. HARCOURT WARD ET AL.) 16 Augustus 1977 -----	

VERSLAG VAN HET NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN
INTERNATIONAAL TYPE

Informatie over leden van dezelfde octrooifamilie

Nummer van het verzoek om een nieuwheidsonderzoek
NL 1004824

In het rapport genoemd octrooigefchrift	Datum van publicatie	Overeenkomend(e) geschrift(en)	Datum van publicatie
CH 168784 A		GEEN	
US 4043802 A	23-08-77	AU 8512975 A BE 834033 A CA 1048790 A DE 2543340 A FR 2285915 A GB 1519999 A JP 1317706 C JP 51076103 A JP 60044380 B SE 415572 B SE 7510840 A US 4133517 A	21-04-77 16-01-76 20-02-79 08-04-76 23-04-76 02-08-78 29-05-86 01-07-76 03-10-85 13-10-80 31-03-76 09-01-79
US 4511398 A	16-04-85	EP 0099858 A JP 59035641 A	01-02-84 27-02-84
DE 1758953 A	04-03-71	GEEN	
EP 757013 A	05-02-97	JP 9048607 A JP 9048608 A NO 963234 A	18-02-97 18-02-97 05-02-97
US 4042228 A	16-08-77	AU 1579576 A BE 845020 A CA 1079979 A DE 2636837 A FR 2321548 A GB 1525798 A JP 1087752 C JP 52024921 A JP 56028977 B SE 418305 B SE 7608723 A US 4052200 A	12-01-78 01-12-76 24-06-80 03-03-77 18-03-77 20-09-78 23-03-82 24-02-77 06-07-81 18-05-81 20-02-77 04-10-77