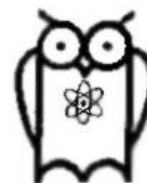




MISKOLCI EGYETEM
MŰSZAKI ANYAGTUDOMÁNYI KAR
TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI DOLGOZAT



Az alumíniumolvasztás során keletkező salakok mennyisége, minősége és ezek összefüggései a fémveszteséggel

Készítette:

Kulcsár Tibor, I. évf. MSc. hallgató

Konzulens:

Dr. Kékesi Tamás, egyetemi tanár

Miskolci Egyetem
Műszaki Anyagtudományi Kar
Metallurgiai és Öntészeti Intézet
2012.

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés.....	3 -
2. Salakképződés az alumíniumolvasztás során	4 -
2.1. Az oxidáció.....	5 -
2.2. Az ötvözők hatása a folyamatra	7 -
2.3. A só adalék hatásmechanizmusa az olvasztás folyamán	9 -
2.4. Az ötvözők hatása.....	12 -
2.5. A fémveszteség és a salakképződés összefüggése	14 -
3. Salakminták vizsgálati módszere	16 -
3.1. Termikus - mechanikus kezelés és a fémtartalom meghatározása	16 -
3.2. Műszeres vizsgálatok.....	20 -
4. A laboratóriumi vizsgálatok eredményei	21 -
4.1. A kiolvasztási vizsgálatok eredményei.....	21 -
4.2. A laboratóriumi kiolvasztási vizsgálatok eredményeinek értékelése	25 -
4.2.1. Adalékmentes kiolvasztási vizsgálatok.....	25 -
4.2.2. Fémkihozatal különböző só adalékok alkalmazása mellett	34 -
4.3. Az üzemi gyakorlatban alkalmazott olvasztási sók vizsgálata	38 -
4.4. A vizsgált salakok fémtartalmának összegzése	40 -
5. Összefoglalás.....	41 -
6. Köszönetnyilvánítás	43 -
7. Felhasznált irodalom:	43 -

1. Bevezetés

Az alumínium és alumíniumötvözetek hatékony olvasztása nem könnyű metallurgiai feladat a fém sajátos fizikai-kémiai tulajdonságai miatt. Míg a nyersanyag melegítése és olvasztása viszonylag sok hőt igényel, a közben fellépő intenzív oxidációs folyamatok jelentős fémvesztést, „leégést” is képesek okozni a keletkező oxidokból, valamint az elragadott fémből álló salak formájában. A jelenség értékeléséhez meg kellett vizsgálni az alumínium és az ötvözőelemek oxidációját megszabó termodinamikai sajátságokat, a salak képződési mechanizmusát, valamint a különböző összetételű alumíniumolvadékok felszínéről gyűjthető salakminták jellemző alkotóit és fémtartalmát. Az erősen negatív szabadentalpia-változással jelzett reakcióképesség, valamint az alapfém nagy mennyisége miatti kinetikai viszonyok miatt az alumínium oxidációja el nem kerülhető, de csökkenthető a körülmények megfelelő alakításával. A fémvesztésben és az erre vezető folyamatok alakulásában az olvasztáskor képződő felzék-salaknak van a legnagyobb szerepe. A képződő oxidok – általánosan - nagyobb sűrűsége miatt fenékiszap keletkezésével is számolni kell, de az oxid szemcsék mérete és felületi jellemzői lehetővé teszik egy viszonylag nagy mennyiségű és gyakran sok fémolvadékot magában tartó, durva, rögös felzék kialakulását. Általában ismert, hogy ez különösen a nagy fajlagos felületű és szennyezett hulladékok arányának a növekedésekor válhat súlyossá. Egy több százezer tonnás olvasztókapacitás mellett néhány százalékos alumíniumvesztés is milliárd forintos nagyságrendű értéket jelent. Továbbá, a nehezen prognosztizálható fémvesztés a szükséges betéttömeg megválasztásában, az olvasztási-öntési folyamat összehangolásában okoz zavarokat. Így az olvadt fémet is magával ragadó oxidos salak mennyiségének és fémtartalmának vizsgálata fontos gazdaságossági célokat szolgálhat. A salakképződést növeli a külső forrásból származó hulladékfém egyre nagyobb arányú felhasználása az olvasztóművekben. A nagyobb fajlagos felületű betétalkotók különösen erősíthetik a salakképződést. Ezért érdemes összevetni a különböző betétviszonyok mellett keletkező salakok jellemzőit, valamint ezek adagonként mutatózó változását is. Ezzel az olvasztási technológia fejlesztéséhez szükséges alapvető információk nyerhetők.

Ipari tapasztalatok [1] igazolják, hogy a magnézium koncentráció növelése és a laza szerkezetű, vékony falú hulladékok arányának emelése nagyobb fémvesztéssel jár együtt. Mindezt a megnövekedő mennyiségű salak tükrözi. Emellett a szerves maradványokat, szennyeződések is tartalmazó hulladék különösen felerősítheti a salakképződést. A salak kialakulásában nagy szerepe van a beolvasztás előtt is jelen lévő oxidoknak. Azonban ennek az eredeti oxidrétegnek nem a mennyiségi aránya, hanem az összefüggő olvadék kialakulását gátló és így a további oxidációt elősegítő hatása a legjelentősebb. Az idegenfázisú felületi szennyeződések – az oxidhártyához hasonlóan - az alattuk megolvadó fémcseppek koagulációját gátolják. Pontosan emiatt vezették már be néhány helyen a pirolitikus hulladék-előkészítés technológiája is [2], amivel a festett és bevonatolt alumíniumhulladék felülete

megszabadítható az olvasztási hatékonyságot rontó rétegektől. Ez a technológia azonban jelentős beruházást igényel és csak az ilyen típusú hulladék feldolgozására telepített üzem esetében indokolt. Az alumíniumolvasztásra a nemzetközi gyakorlatban kifejlesztett kemencék biztosítják a megfelelő hatékonyság műszaki feltételeit [3]. Az iparban leggyakrabban az MHD keverővel felszerelt olvasztó lángkemencéket alkalmazzák. A salakképződést befolyásoló fizikai-kémiai és technológiai körülmények.

A Magyarországon is jelentős kapacitással működő lángkemencés alumíniumolvasztásból származó üzemi minták alapján a Miskolci Egyetem Metallurgiai és Öntészeti Intézetének Kémiai Metallurgiai és Felülettechnikai Tanszékén kialakított laboratóriumi eszközökkel vizsgáltam a különböző fizikai jellegű betétalkotók és a kémiai összetétel hatását a képződő salakmennyiségre. A fő cél a különböző jellegű üzemi adagok beolvasztásánál gyűjtött salakminták teljes fémtartalmának és a jellemző fázisainak a meghatározása volt a Műszaki Anyagtudományi Karon elérhető vizsgáló technikákkal. Erre a célra kidolgoztam egy több lépcsős laboratóriumi technológiát, melynek során különböző frakciókra különíthető el a salakminta. A kísérletek során megvizsgáltam a különböző olvasztási sók alkalmazásának lehetőségeit és hatását a salakból kinyerhető fém mennyiségére.

2. Salakképződés az alumíniumolvasztás során

Az ipari gyakorlatban már régen ismert tény, hogy az alumínium viszonylag nehezen olvasható fém [4]. Ez a tulajdonsága elsősorban a kiemelkedően nagy a fajlagos hőkapacitásával és a fajlagosan szintén nagy olvadási hőjével van összefüggésben. Az alumínium szilárd állapotra vonatkozó átlagos hőkapacitása:

$$c_{Al,sz} = 0,93 + 0,00021t, \quad J/g^{\circ}C, \quad (1)$$

Közel háromszorosa a rézre jellemző értéknek. Noha az olvadáspontja alacsony, az alumínium olvadáshője gyakorlatban használt technikai fémek között a legnagyobb érték. Technikailag kedvező viszont a magas forráspontja. Ezeket az alapvető fizikai jellemzőket szemlélteti az 1. táblázat több fémes elemmel való összehasonlításban [5].

1. táblázat Néhány gyakoribb fém olvadáshője és olvadáspontja

	Olvadáshő, L, J/g, Olvadáspont, T _{op} , °C, Forráspont, T _{fp} , °C										
Elem	Al	Ag	Au	Cu	Fe	Mg	Mn	Ni	Pb	Sn	Zn
L, J/g	398	111	63	205	272	368	268	297	23	59	113
T _{op} , °C	660	962	1064	1083	1535	649	1244	1453	327	232	420
T _{fp} , °C	2467	2212	2807	2567	2750	1090	1962	2732	1740	2270	907

A képződő felületi oxidréteg tovább rontja a hőfelvétel feltételeit. A fém oxidációja és a szerves szennyeződések heves égési reakciói nyomán ráadásul túlhevül a felület, ami az oxidáció sebességét fokozza. Továbbá, az anyag belseje felé irányuló hőátadást jelentősen nehezíti a feltekerceszt hulladék szilárd rétegei közötti levegő. Az olvasztott alumínium felületén rövid idő alatt jelentős mennyiségű oxid képződhet.

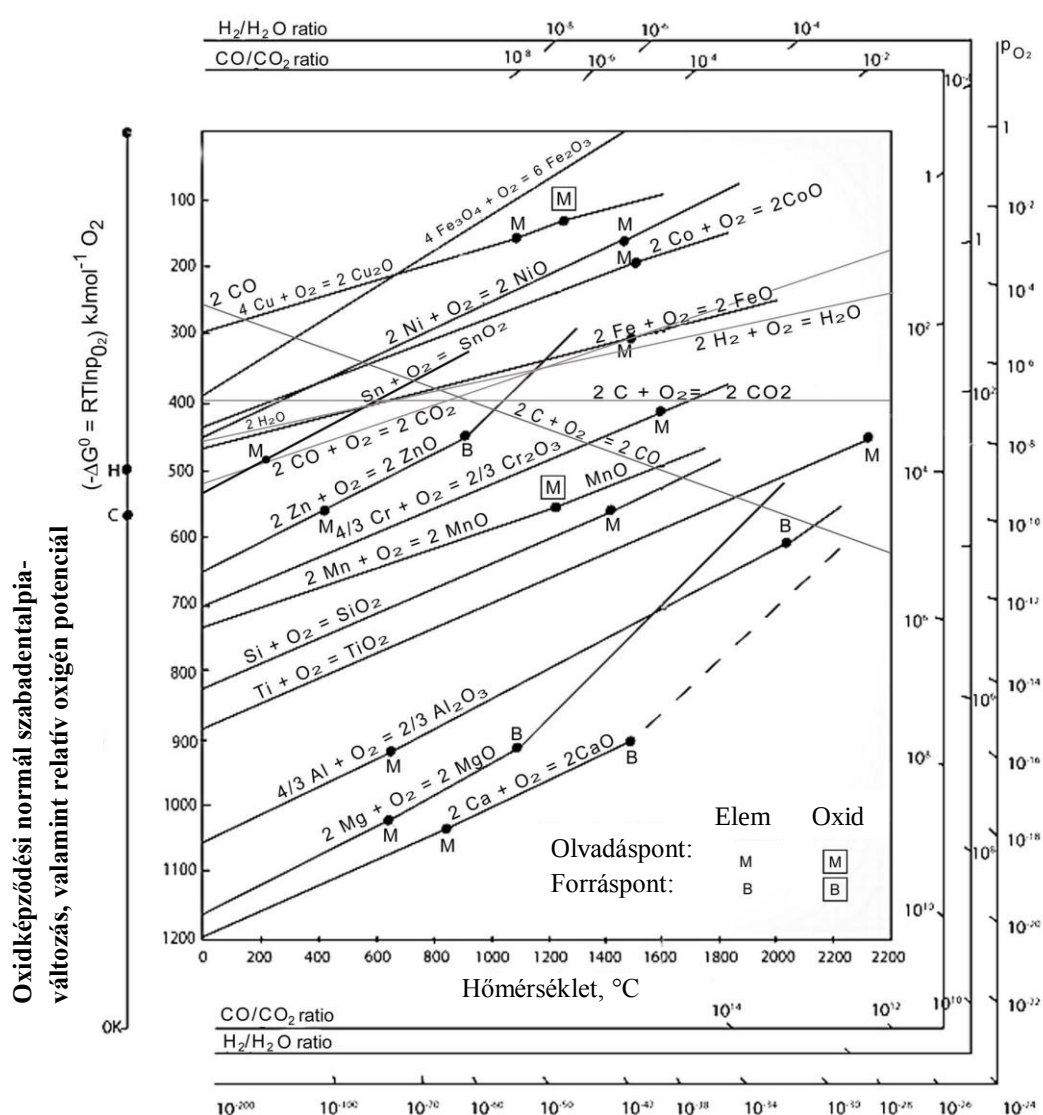
2.1. Az oxidáció

A tiszta, szilárd alumínium felületen száraz levegőben hevítés hatására 310 °C alatt kb. 3 – 10 nm vastagságú amorf felületi réteg képződik. Az olvadáspontjáig általában kb. 0,2 µm vastag oxidréteg alakul ki, ami tovább vastagodik az olvasztáskor. A szilárd fém felületi pórusmentes oxidrétegére nedves levegőn egy pórusos víztartalmú fedőréteg rakódik. Ennek a vastagsága – a hőmérséklettől függően – több tized µm-t is elérhet. Az alumínium olvadáspontját megközelítve az amorf réteg egyre inkább kristályos $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ módosulattá alakul. Az olvadék felületén az oxidáció tovább folytatódik, de az összefüggő fűrdőt képező anyag fajlagos felülete már jelentősen kisebb, így csak a hőmérséklet erős növelése fokozhatja a továbbiakban a salakképződés veszélyét.

Az oxigén – úgy mint a nitrogén is – a szilárd és az olvadt alumíniumban egyaránt gyakorlatilag oldhatatlan, ugyanis az alumíniumoxid – bármely módosulatában – elkülönül az alumíniumötvözetek olvadékaitól. Az oxigén oldhatósági határa kb. 5 ppm alatti [6]. A képződő $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sűrűsége (3,80 g/cm³) ugyan nagyobb, mint az alumíniumötvözet olvadéké (összetételtől függően 2,3 - 2,4 g/cm³), ennek ellenére az oxidok egy része mégis az olvadék felszínén maradhat. Ennek alapvető okai a képződő oxid részecskék kis mérete és az olvadékkal szembeni nagy határfelületi feszültségükből adódó rossz nedvesíthetőségük. Az oxid szemcsék stabilizálhatják a felzékben adszorbeált alumíniumolvadék vékony rétegeit. A primer $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ aktív fajlagos felülete igen nagy, ezért a gázok is könnyen adszorbeálódhatnak. Így a kialakuló lágyult állapotú, de nem olvadt salak (felzék) kis térfogattömege miatt a felületen úszik. Túlhevülés esetén megnövekedik az alumínium oxidációs sebessége és a nagy hőmérsékleten képződő $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (korund) nagyobb sűrűségű módosulat, így a felületi oxidréteg feltöredezik és a további oxidációt már nem képes gátolni. Ez a szilárd láncokat alkotó oxid szemcsékből álló felzék nem rendelkezik egy összefüggő sima felülettel, így – a szivacshoz hasonlítható módon - jelentős mennyiségű folyékony anyagot, olvadt fémeket is képes mechanikusan magába zárni. Ezzel az olvadt fém oxidációjának még nagyobb területet teremt. Az alumínium mellett más, szintén reakcióképes elemek, ötvözőfémek is léteznek az olvasztandó hulladékban. Ezek oxidációja szintén lehetséges. Sőt az alapfém oxidációjára közvetve is hatással vannak a képződő oxidos fázis tulajdonságain keresztül. Amennyiben a betétanyag fajlagos felülete nagy, a fenti folyamatok különösen gátolják az olvadás mechanizmusát. Az oxidréteggel és az egyéb

szennyeződésekkel elszigetelt fém cseppek nehezen egyesülhetnek, így nehezen tud kialakulni egy összefüggő olvadéktömeg, ami pedig biztosíthatná az egyenletesebb meleget és az oxidáció visszaszorítását.

A felületi oxidációt nehéz gátolni a nyílt terű lángkemencékben. Az Al_2O_3 , határozott összetételű, igen stabil vegyület. A szokásos olvasztási körülmények mellett nem lehet redukálni. Az alumínium-oxid képződése jelentősen exoterm reakció, ami nagy hőfelszabadulással jár együtt. Az alumínium-oxid képződési normál szabadentalpia-változása 1 mol oxigénre vonatkoztatva leolvasható a 1. ábrán szereplő $\Delta G_{k, \text{Al}_2\text{O}_3}^0$ függvénygörbe $T = 0$ K-re vonatkozó extrapolált értékéből ($\Delta H_{k, \text{Al}_2\text{O}_3}^0 \approx -1100 \text{ kJ/mol O}_2$).



1. ábra Szabadentalpia-változási függvények az elemek oxidációjára [7].

A fejlődő hő helyi túlhevülést is okoz, ami a reakció sebességét tovább fokozza. A felhevült alumíniumot nemcsak az oxigén, hanem szénhidrogén tüzelőanyag elégetéséből

származó nagy mennyiségű vízgőz és szén-dioxid (1. ábra) is oxidálhatja. A reakcióképes vízgőz nemcsak a fűtőanyag hidrogéntartalmából hanem a beadott szilárd anyagok felületi nedvességéből és az égési levegőből is származhat. Az alumínium oxidációjának a normál szabadentalpia-változási görbéje gyakorlatilag megfelel az erre vonatkozó egyensúlyi relatív oxigénpotenciál-görbének is. Így látható, hogy a H_2/H_2O arányt akár 10^{20} nagyságrendig is lehetne növelni a gázfázisban, a H_2O gőz még akkor is oxidálná a fémes alumíniumot az olvasztás során jellemzően elért kb. $750\text{ }^\circ\text{C}$ hőmérsékleten. Egy lángkemencében a füstgáz vízgőztartalma jóval magasabb, 12 – 20 % is lehet a földgáztüzelés esetén, ami 120 – 200 hPa parciális H_2O nyomást okozhat a fémmel érintkező gázatmoszférában, miközben a hidrogén parciális nyomása ennél jelentősen kisebb. Tehát a lángkemencében olvasztott fém hevesen reagál a vízgőzzel:



ami jelentős mennyiségű alumínium-oxid képződését okozhatja, valamint a fém hidrogéntartalmát $1 - 2\text{ cm}^3/100\text{g}$ szintig is megnövelheti.

Minőségileg ugyanez igaz a 1. ábrán szintén szerepeltetett CO-ból történő CO_2 képződés szabadentalpia-változására is. A diagram jobb oldalán körbefutó parciális nyomásviszony skála alapján látható, hogy akár 10^{10} nagyságrendig is növekedhetne a CO/CO_2 parciális nyomásviszony, a széndioxid akkor is képes lenne az alumíniumot oxidálni az olvasztás jellemző hőmérsékletén:



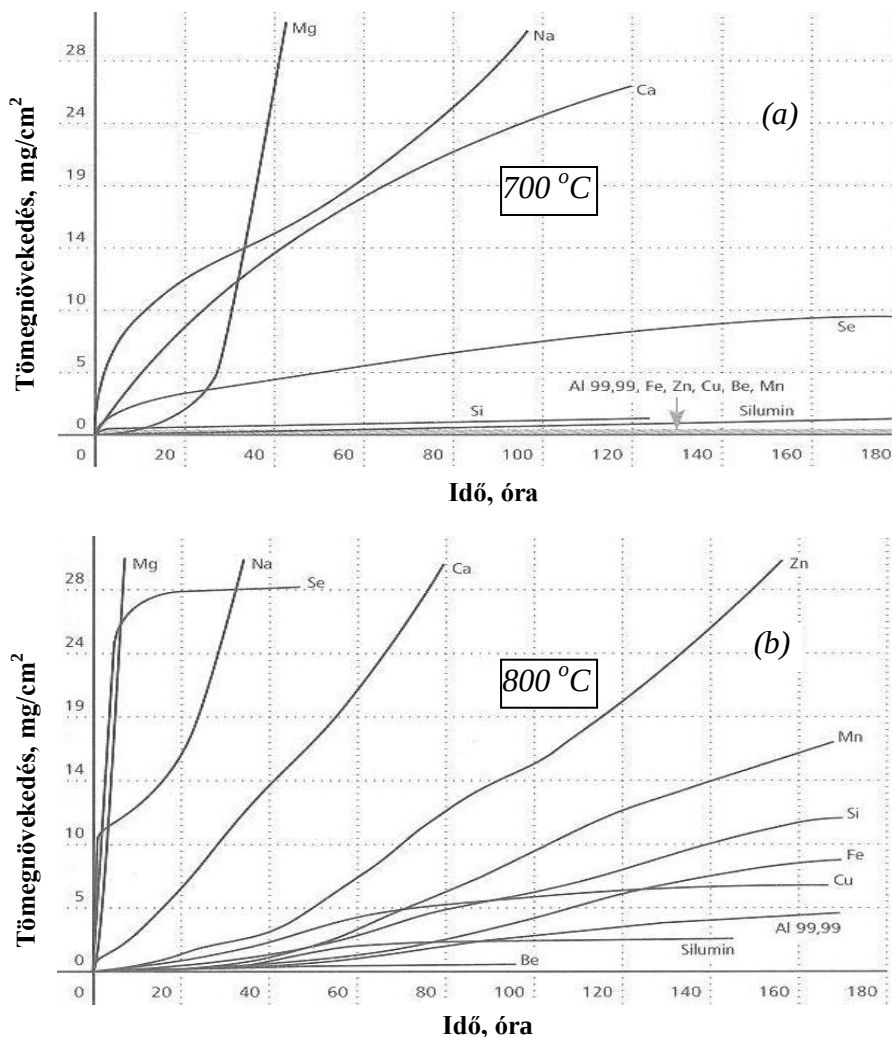
Ugyanakkor, a földgáz égetéséből származó füstgázban a vízgőz és a széndioxid térfogati (és moláris) aránya közel kétszeres. Tehát a vízgőzös alumíniumoxidáció jelentheti a fő forrását az alumínium és az egyéb reakcióképes fémek oxidjainak. Emellett nem hanyagolható el az AlN és az Al_4C_3 vegyületek exoterm képződése sem.

Az ötvözet alkotóinak nagy szerepe lehet az olvadék felületén keletkező oxidok mennyiségére valamint az oxidréteg szerkezetére és összetételére. Vannak az oxigénhez az alumíniuménál jelentősen különböző, vagy hasonló aktivitású alkotók az ötvözetben, de a termodinamikai valószínűséggel szemben gyakran a kinetikai lehetőség is lehet az oxidációs reakciók meghatározó tényezője.

2.2. Az ötvözők hatása a folyamatra

Az alumíniumolvadék oxidációja tömegnövekedés formájában mérhető kísérleti körülmények között. Az ötvözők adagolása általában növeli az oxidáció sebességét. A 2 ábra két hőmérsékletre és 1 % adagolt ötvöző mennyiségekre vonatkozóan mutatja, hogy a

szokásos ötvözők közül a magnéziumnak van a legjelentősebb hatása. Noha a Mg is csak viszonylag késleltetve kezdi növelni a nyugalomban lévő olvadék oxidációs sebességét. Az ilyen jellegű hatása csak a már jelentős mennyiségű felzék kialakulása után erősödik fel. A többi gyakori ötvöző (Fe, Cu, Mn) oxidációt gyorsító hatása a 2.b ábra adatai szerint csak a szokásosnál magasabb hőmérsékleten és hosszú hőtartás mellett válik érzékelhetővé. A hőmérsékletet 800 °C-ra növelve a magnézium hatása már azonnal jelentkezik, mivel a nagy reakciósebesség rövid időn belül jelentős felzék mennyiséget eredményez.



2. ábra Az 1 atom-%-ban adagolt ötvözők hatása az alumíniumolvadék oxidációjára
a – 700 °C, b – 800 °C [6].

Az ötvözőelemeknek az olvadék oxidációjára gyakorolt hatása az oxidréteget képző, illetve az annak a szerkezetét megváltoztató viselkedésük alapján alakul ki. Az oxigénhez nagy affinitású ötvözőelemek saját, vagy az alumínium-oxiddal összekapcsolódó (pl. MgAl_2O_4 – $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$, vagy AlNaO_2 – $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) fázisokat hoznak létre. Viszonylag alacsony (kb. 1%) Mg tartalom esetén 700 – 800 °C-on a képződő oxidrétegbe $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ spinell és MgO oxid formában épül be a magnézium. Magasabb, kb. 3% Mg-tartalom felett pedig, már csak spinellként épül be a magnézium a fedőrétegbe [8]. Az oxigénhez kis

affinitású elemek (Cu, Fe, Mn) csak igen kis mértékben épülnek be az oxidrétegbe, így alig befolyásolják az alumíniumolvadék oxidációját.

2.3. A só adalék hatásmechanizmusa az olvasztás folyamán

A nagy alumíniumtartalmú felzékek meleg feldolgozásakor szokás a nagy mennyiségű és előre olvasztott só alatt történő beolvasztás is [9]. A fő cél a fémkihozatal növelése, de a só adagolás optimalizálása csak a hatásmechanizmusa ismeretében lehetséges. Minél apróbb és erősebben oxidálódott az alapanyag, minél nagyobb a valószínűsége az oxidrétegekkel elszigetelt fémcseppek keletkezésének, annál nagyobb a hatékonysága a só-adagolásnak. Általában a sónak a következő alapvető hatásai és feladatai vannak:

- *A felülethez tapadó szennyeződések feloldása, felvétele,*
- *A kis alumíniumcseppek koagulációjának az elősegítése,*
- *Az olvadék felületének a védelme az oxidációtól.*

Továbbá, a sónak nagy kémiai stabilitással kell rendelkezni az alumíniummal szemben is, kis gőznyomásának kell lennie, megfelelő sűrűségkülönbséget kell biztosítania az alumíniumolvadékkal szemben, a nemfémes szennyezők felvételére képesnek kell lennie és a kemencefalazatot kímélnie kell. Az olvadáspontja, dinamikai viszkozitása és a felületi feszültsége minél kisebb értékű legyen. A feltételeknek csak az alkáli- és alkáliföld kloridok és fluoridok jöhetnek szóba. A gyakorlatban legelterjedtebben alkalmazott olvasztási sók elsősorban NaCl-ból és kb. fele-harmada mennyiségű KCl-ből állnak. A fő alkotókhoz még egy kevés alumínium-fluoridot, vagy kriolitot is keverhetnek. A legfontosabb alkotók fő fizikai jellemzői a 2. táblázat foglalja össze.

2. táblázat Az olvasztási sók leggyakoribb alkotóinak fizikai-kémiai jellemzői.

Képlet	Sűrűség (25°C)	Sűrűség (727°C)	Olv. pont	Forr. pont	Din. Viszk	Felületi fesz. (727°C)	Gőznyom (727 °C)	Képződési szabadent. (727 °C)	Megj.
	g/cm ³	g/cm ³	°C	°C	mPa s	mN/m	hPa	kJ/mol	
NaCl	2,17	1,55	805	1413	1,46	98	$1,3 \cdot 10^{-7}$	-638	
KCl	1,98	1,52	774	(1500)	1,09	82	$1,4 \cdot 10^{-7}$	-684	Szubl.
MgCl ₂	2,32	1,69	714	1412	2,20	139	$1,4 \cdot 10^{-7}$	-482	
NaF	2,56	1,96	993	1695	1,85	185	$3,3 \cdot 10^{-10}$	-942	
KF	2,48	1,91	858	1502		131	$2,1 \cdot 10^{-8}$	-932	Higro.
CaF ₂	2,41	2,41	1423	2513	(0,96)		$< 1 \cdot 10^{-10}$	-1057	
Na ₃ AlF ₆	2,90	2,09	1000		6,5	134	$2,5 \cdot 10^{-8}$	-919	Boml.

Az alumíniumcseppek felületi oxidrétegétől való megszabadulásnak nagy a jelentősége. Ez az alábbi mechanizmus szerint történhet [6]:

- *Hibahelyek keletkezése az oxidhártyában,*
- *A sóolvadék benyomulása az alumínium és az oxidréteg közé,*
- *Az oxidréteg leválása*

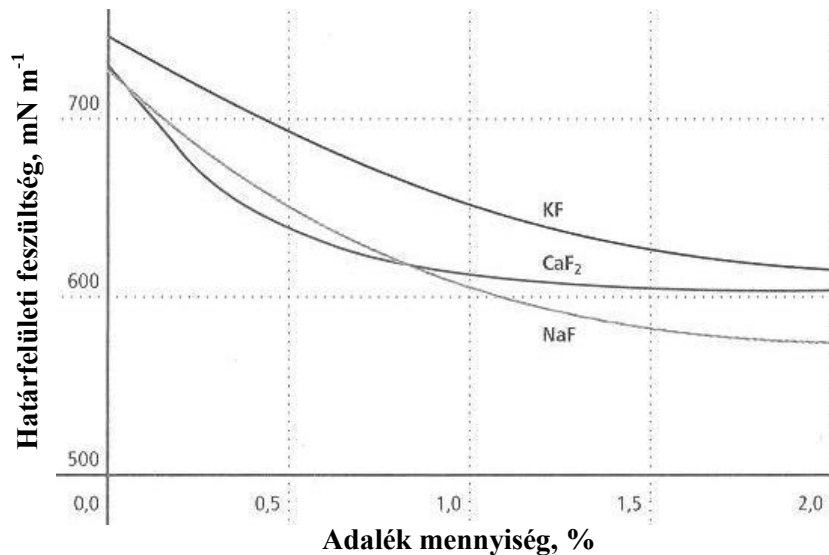
Ez a folyamat annál gyorsabban és annál nagyobb mértékben megy végbe, minél jobban nedvesíti a sóolvadék az alumíniumcseppeket és minél kevésbé az oxidréteget. Az alumíniumolvadék, a szilárd oxid és az olvadt só rendszerének nedvesíthetőségi viszonyait az egyes fázisok érintkezésénél kialakuló peremszög jellemezheti szemléletesen, ami az egyes fázisok határfelületi feszültségeitől függ. Erre a 3. táblázat ad jellemző értékeket.

3. táblázat A tiszta alumínium, NaCl és KCl fázisok felületi feszültségei

Hőmérséklet, °C	Felületi feszültség, mN m ⁻¹		
	Al	NaCl	KCl
700	900	Szil.	Szil.
805	865	116	98
900	830	107	90

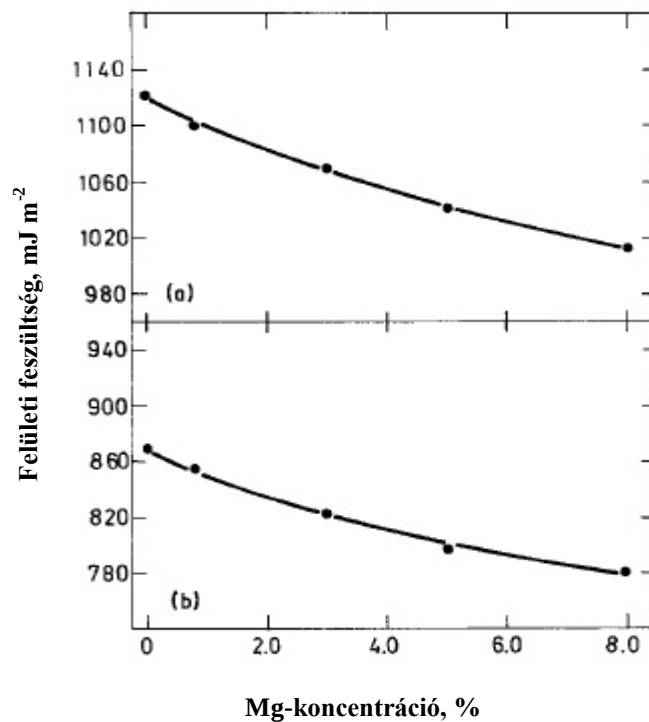
A kloridos sóolvadékok felületi feszültsége kb. tizede az alumíniumolvadékénak. Sőt ez az érték fluoridok adagolásával még tovább is csökken [6, 10, 11]. Az alumínium saját felületi feszültségénél kisebb az alumínium és a sóolvadék közötti határfelületi feszültség, így a két fázis egymást bevonni próbálja. Mivel a fluoridok csökkentik a sóolvadék és az alumínium közötti határfelületi feszültséget, így a nedvesítés fokozódik. Ez fizikai okokból segíti az alumínium és a felületi oxidréteg elválasztását.

A 3. ábrán látható eredmények az fluoridokkal adalékolt ekvimoláris NaCl-KCl sóolvadéknak az alumíniummal szembeni határfelületi feszültségét mutatják. Az alumínium felületi feszültségénél kisebb a sóolvadék és az alumínium közötti határfelületi feszültség, így a sóolvadék az alumínium felületét bevonni próbálja. Mivel a fluoridok csökkentik az alumínium és a sóolvadék közötti határfelületi feszültséget (energiát), így a nedvesítés még fokozódik. Ez fizikai okokból segíti az alumínium és a felületi oxidréteg elválasztását. A fluoridok egy további lehetséges, noha még nem teljesen tisztázott kedvező hatása lehet az alumínium-oxidra gyakorolt kémiai oldó hatás. ami az alumíniumkohászatban is hasznos ismert jelenség. A két lehetséges mechanizmus valamilyen arányú összhatásaképpen az alumínium beolvasztása lényegesen meggyorsítható és hatékonyabbá tehető a fluoridot is tartalmazó kloridos kezelő adagolásával, feltéve, hogy a fluoridos közeg által szabaddá tett alumíniumcseppek egyesülni tudnak, mielőtt ismételt oxidálódva diszpergálódnának.



3. ábra Kis mennyiségű fluoridsó adagolás hatása az ekvimoláris NaCl-KCl olvadék olvadt alumíniummal szembeni határfelületi feszültségére 800 °C hőmérsékleten [6].

A felületaktív (adalék)anyagok, - amelyek mindkét érintkező olvadékfázis határfelületénél dúsulhatnak - csökkentik a határfelületi energiát. A sóolvadék esetében ilyen felületaktív adalékok a fluoridok. Ugyanakkor az alumíniumolvadék esetében is lehet ilyen hatást tapasztalni az ötvözőelemek részéről. Legerősebben a magnézium befolyásolhatja az alumíniumolvadék oldaláról a felületi feszültséget. [12]. A magnézium hatását a 4. ábra szemlélteti.



4. ábra A magnézium koncentráció hatása az Al-Mg ötvözet olvadék felületi feszültségére (a) –oxidmentes felület, (b) – oxidos felület [13].

Az erősen csökkenő fém felületi feszültség miatt a magnéziumötvöztetés csökkenti a sóval szembeni határfelületi feszültséghez viszonyított pozitív eltérést, így csökken a sóolvadékok az alumínium felületére terítő erő. Ezért a magnéziumtartalom gátolja az alumíniumötvöztet olvadék fázis felületéről az oxidok eltávolítását és a cseppek egyesülését. A 4. ábrából az is látható, hogy a szinte pillanatszerűen kialakuló felületi oxidáció igen nagymértékben csökkenti a felületi feszültséget. Ez azonban az alumíniumolvasztásnál adottság. A magnézium hatása az oxidáció kizárása, vagy jelenléte estén is azonos. Mivel a magnéziumtartalommal az AlMg ötvöztet olvadék felületi feszültsége sokkal erősebben változik mint azt a lineáris keverési szabályból lehet várni, a magnéziumnak az olvadék felületi dúsulása jelentős mértékű lehet.

A CaF_2 növeli, a NaF adalék viszont alig módosítja a gyakorlatban kb. 650 – 660 °C tartományba eső likvidushőmérsékleteket. A KF és a LiCl ilyen szempontból kifejezetten kedvezőek. Az amerikai gyakorlatban egyszerűen ekvimoláris NaCl-KCl alaphoz kriolitot keverve állítják elő az olvasztási kezelősókat. Ez környezeti szempontból is kifogásolható, ugyanis a Na_3AlF_6 nagyobb hőmérsékleten termikusan disszociál és a felszabaduló AlF_3 az alacsony forráspontja (1291 °C) miatt erősen illékony. A földgáztüzelést jellemző nedves kemenceatmoszférában ez a vegyület hidrolizál és így HF-tartalmú füstgáz keletkezik.

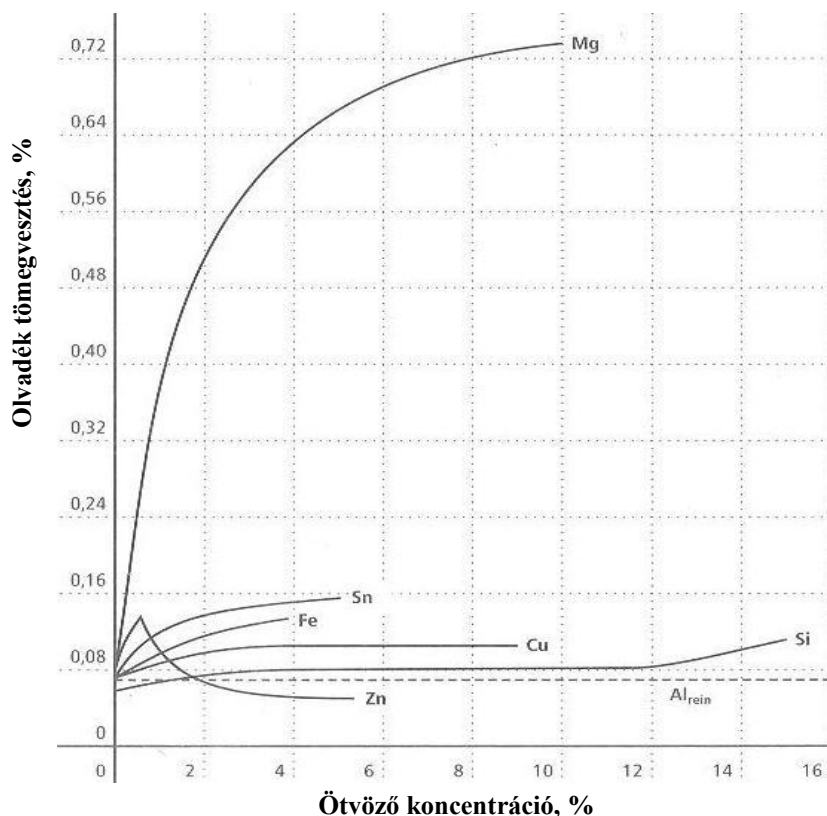
A fémkihozatalra nagy hatással lehet a sóolvadékban szabadabbá váló és ezen a fázison keresztül ülepedő apró alumíniumcseppeknek az olvadékfázissal történő gyors egyesülését lehetővé tevő mozgásának. Ezért a kis viszkozitású sóelegy előnyös. A magasabb hőmérsékletnek, így a viszkozitás tekintetében kedvező hatása van. Azonban a korábban bemutatott gyorsabb oxidképződés és a só párolgásából eredő összetételi változás jelentősebb kedvezőtlen hatást képvisel. Ugyanakkor az olvasztott anyag felületéről leválasztott alumínium-oxid filmből jelentős mennyiségű alumínium oxid részecske kerül a sóolvadékba, ami erősen megnövelheti a viszkozitását. Kísérleti eredmények szerint [10] egy 790 °C hőmérsékletű 50% NaCl – 50% KCl olvadékhoz 2 % $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ –ot adva a dinamikai viszkozitás 1,3 mPa s-ról akár százszorosára is növekedhet. Ilyen körülmények között bármilyen hőmérsékleten nehéz az alumíniumcseppeknek a mozgása, ülepedése.

Mivel az oxidhártyával burkolt alumíniumcseppek egyesülése alapvetően fontos feltétele a hatékony olvasztásnak, a só hatása jelentős szerepet játszik a fémvesztés alakulásában [14]. Az oxidhártya eltávolítása javul az alumínium és az oxid közötti határfelületi feszültség növekedésével, valamint az alumínium és a só közötti határfelületi feszültség csökkenésével. Az oxidok váza sok olvadt fémeket köthet meg, így különösen megnövekedhet az elragadt fém aránya a só nélkül kapott sűrű salakok esetében.

2.4. Az ötvözők hatása

Az olvadék állapotán túl az ötvözők – elsősorban a magnézium - szelektív reakciói módosítják a szilárd felzék állapotát is. Ettől pedig a salakkal elragadott fém mennyisége

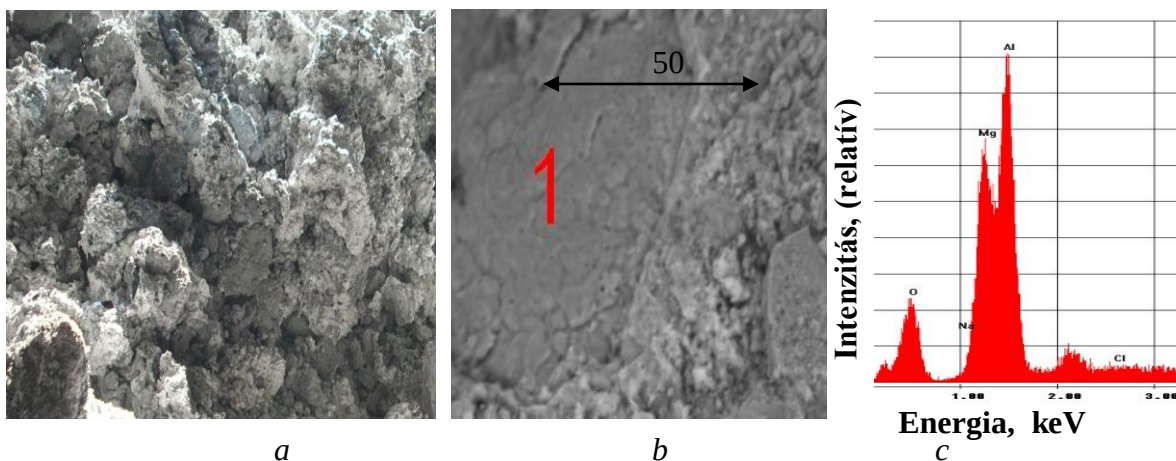
nagymértékben függ. A cinket kivéve, az ötvözők általában növelik az alumíniumolvasztásnál fellépő fémvesztést. A 5. ábra szemlélteti, hogy a magnéziumnak különleges szerepe van a fémvesztés növelésében még a levegőtől fedősóval elzárt alumíniumolvadék esetében is.



5. ábra A különböző ötvözők hatása a NaCl-KCl fedősó alatt képzett alumíniumolvadékból fellépő fémvesztésre [6].

A fémvesztésre a Cu, Fe és Sn ötvözők által gyakorolt viszonylag kis mértékű hatás mechanizmusa az alumíniumolvadék és a salak közötti nedvesíthetőség változásával van összefüggésben. Ezek az elemek csökkentik az alumíniumolvadék felületi feszültségét és így a sóolvadék általi nedvesítést. Oxidáló atmoszférával történő érintkezés esetén még jelentősebb fémvesztést okozhat a magnézium. Közvetlen hatásként jelentkezik a Mg nagyobb oxidációs hajlama (1. ábra), valamint az alacsony (1107 °C) forráspontja miatti párolgása is. Sőt, ehhez járul egy fontos indirekt hatásként az olvadék felszínén így képződő $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ (MgAlO_4) spinell oxid képződése. Ez megnöveli a szilárd felzék tömegét és a rögzesebb, durvább felszínt eredményez. A tapadó alumínium nagyobb felületen oxidálódhat.

A nagy magnéziumtartalmú adagokból kapott salak szemcséinek felületén megjelenő spinell oxidok makrofotóját és szekunder-elektronokkal – a morfológiát kiemelve készített – scanning elektronmikroszkopos (SEM) képét a 6.a és b ábrák szemléltetik.



6. ábra A magnéziummal ötvözött alumíniumolvadék felszínén képződő salak szemcséinek makro (a) és mikroszkopikus (b) képei, valamint a jelölt pontban felvett röntgen spektrum.

A 6.b ábra SEM képen „1” –el jelölt területről készített energiadiszperzív röntgen (EDX) spektrum (4.c ábra) a sötét tónusú MgAl_2O_4 spinell összetételére utal. Itt a magnézium az alumíniumhoz hasonló nagyságrendű koncentrációban van jelen. A magnézium oxidációjának az 1. ábrán is láthatóan nagy termodinamikai hajtóerejét még tovább fokozza a komplex MgAl_2O_4 ($\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) spinell oxid képződése. A nagy magnéziumtartalmú ötvözetek felzék-salakja - a reakcióképes ötvöző miatt közvetlenül is megnövekedő tömeg mellett sajátos fizikai és kémiai tulajdonságokkal is rendelkezhet az alapvetően alumínium-oxidot tartalmazó salakokhoz viszonyítva. Az ilyen felzék rögös, szivacsos szerkezetű, ami a szemcséin szétterülő fémolvadék további oxidációját fokozza. A rögös felzék semmiképpen sem tudja megóvni a fürdőt a további oxidációtól. A spinell oxid nagyobb sűrűsége miatt hajlamos a felzék alsó felületénél dúsulni [15]. Ezzel a megnő ennek a rétegnek a viszkozitása és nehezebbé teszi a fémolvadéktól való elválasztást. Így a salak fizikai állapota miatt jelentősebb fémveszteségek léphetnek fel a magnéziumos alumíniumötvözetek olvasztásakor.

2.5. A fémveszteség és a salakképződés összefüggése

Mivel fémes betétből kiinduló alumíniumolvasztásnál nem kell a fémolvadék és a salak fázis közötti diffúziós és egyensúlyi megoszlási mechanizmusokon alapuló metallurgiai beavatkozásokat kihasználni, nincs nagy mennyiségű tudatos salakképzés. Az alkalmazott fedősis kis mennyisége (a szokásos üzemi gyakorlatban kb. 0,5-1 kg/t) csak egy vékony folyékony réteget képezhet a beolvadás után. Ezt is csak akkor, ha a keletkező salak nem alkot durva rögös felszínt, ami elragadja az olvadék jelentős részét. A fémveszteség nagy részben már az olvadék kialakulása előtt fellépő oxidáció nyomán és a lehúzott felzékbe zárt fémolvadék miatt képződik. Az alumínium olvadék cseppjeinek a felületén képződő oxid hártya mellett képződhet karbid, nitrid réteg is, ha erős a túlhevítés, valamint az esetleg jelen lévő közönséges (szilikát) szennyezettség éppen így gátolhatja a cseppek egyesülési

folyamatát. A fémcseppek az idegen fázisok által határolt cellákban stabilan helyezkednek el. Az ilyen hulladék betétanyagok esetében gyakran tapasztalható az olvadás elmaradása és az eredetileg fémes szerkezet oxidos replikációja. Erre mutat példát a 7. ábra. Ezek a réteges alumínium-oxid struktúrák elszórtan felfedezhetőek a leszedett salakokban.



a

b

7. ábra A nagy fajlagos felületű vékonyfalú anyagok oxidációjának eredménye (a – még izzó állapotban kivett leveles darab, b – lehűlt salakban elszórt leveles oxidált darabok)

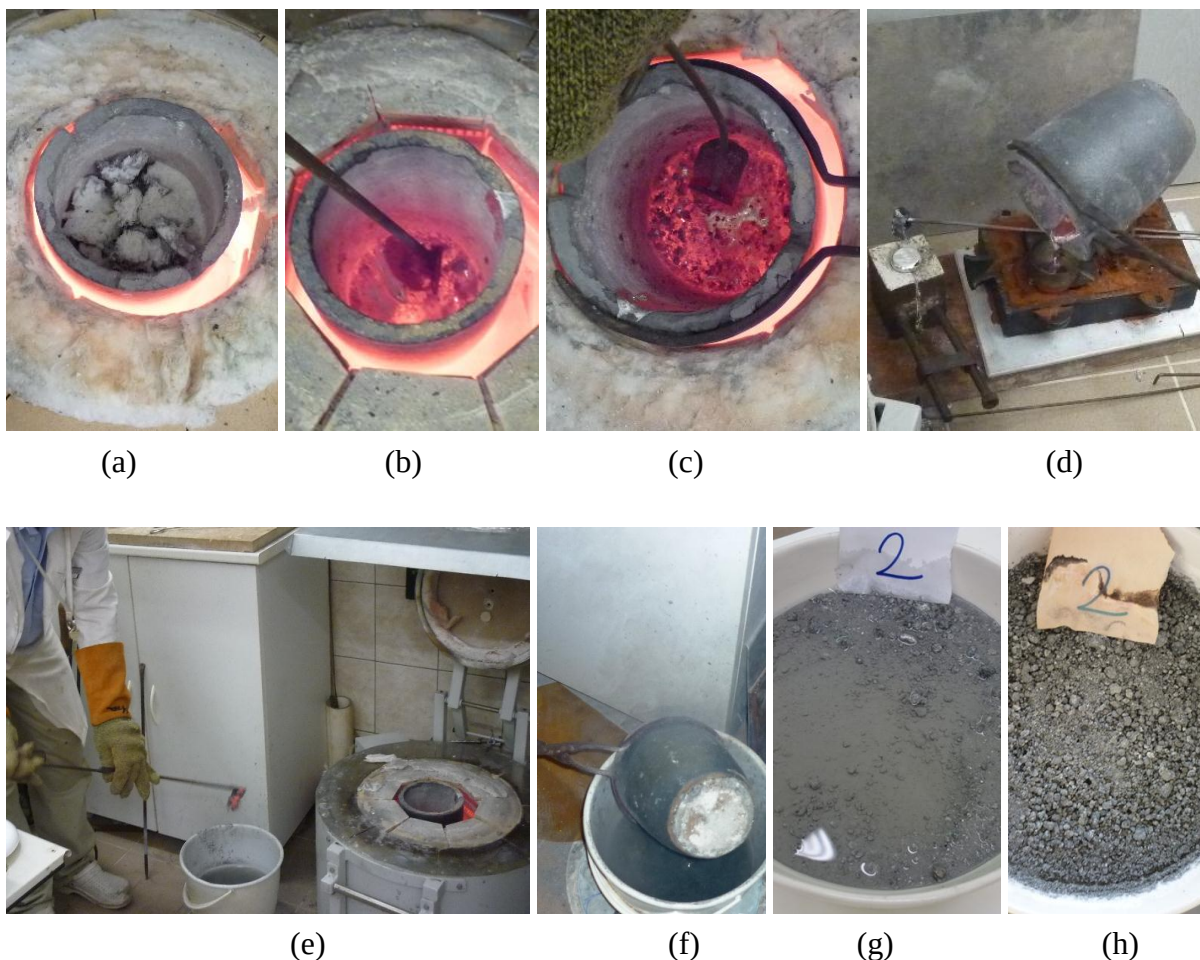
A szemcsék felületén tapadó finom eloszlású forró alumínium, illetve Al-Mg ötvözet a nagy oxigénkoncentrációjú levegővel ismét intenzíven oxidálódni kezdhet. Emellett a salakszemcsék belsejébe zárt apró olvadékcseppek is hirtelen hőfejlődést okozó oxidációt indíthatnak. Így a nagy fémes tartalmú, de azt oxidhártyákkal elszigetelt cseppek formájában tartalmazó salak mozgatásakor a cseppeket burkoló felületi réteg feltörésekor intenzív utóoxidáció és jelentős hőfejlődés léphet fel. Az utó-oxidáció a hőkoncentrációt is biztosító salaküst belsejében még intenzívebben tovább is folytatódhat, miközben a visszanyerhető fémtartalom tovább csökken. A már lehűlt külső felület $MgAl_2O_4$ spinellre jellemző feketés színével [16] igazolja a nagy magnézium-tartalmú Al-ötvözetek utó-oxidációra különösen hajlamos természetét.

Az alumíniumolvasztás során képződő salak zöme a képződött oxidokból és az elragadott fémből áll. A salakképződés különösen a vékonyfalú, nagy fajlagos felületű betétanyagok esetében lehet túlzott mértékű. Amennyiben a füstgázzal közvetlenül érintkeznek, a vékonyfalú anyagok szoros feltekercselése, vagy összepréselése sem jelent előnyt. Ezeket a káros indirekt hatásokat jelentősen fokozni képes a felület esetleg már eredetileg is vastag oxidrétege, illetve szennyezettsége.

3. Salakminták vizsgálati módszere

3.1. Termikus - mechanikus kezelés és a fémtartalom meghatározása

Különböző összetételű betétek üzemi olvasztásánál gyűjtött különböző méretű és jellemző megjelenésű salakmintákból adagonként általában három 500 g tömegű részletet vettem, melyeket egy HK.AL 4/10 SSR típusú, erre a célra gyártott 5 kW névleges teljesítményű ellenállásfűtésű téglyes kemencében hevítettem 1 óra időtartamon keresztül. A kiolvasztási műveletsort a 8. ábra képei mutatják be szemléletesen.

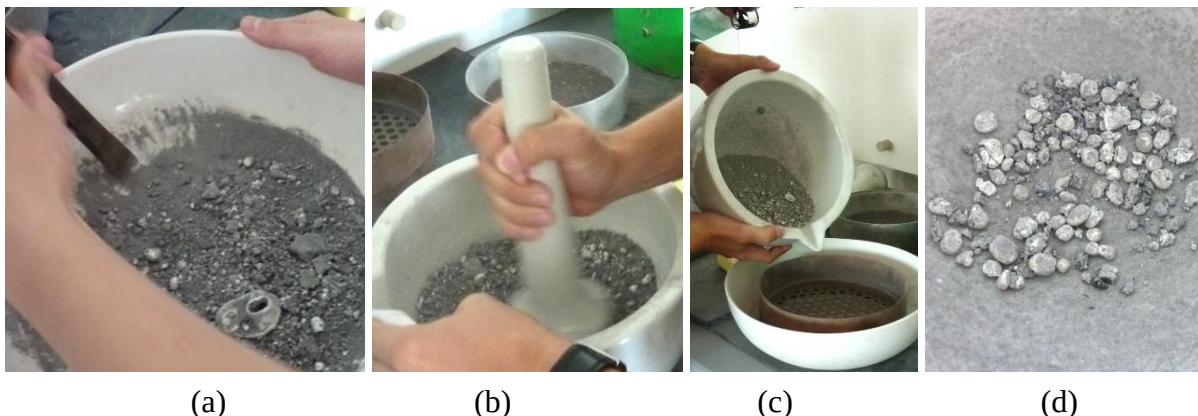


8. ábra A fémtartalom kiolvasztása (a – salakminta és só, b, c – nyomás, nyírás, d – öntés, e,f – granulálás vízben, g – vizes maradvány, h – száraz maradvány.

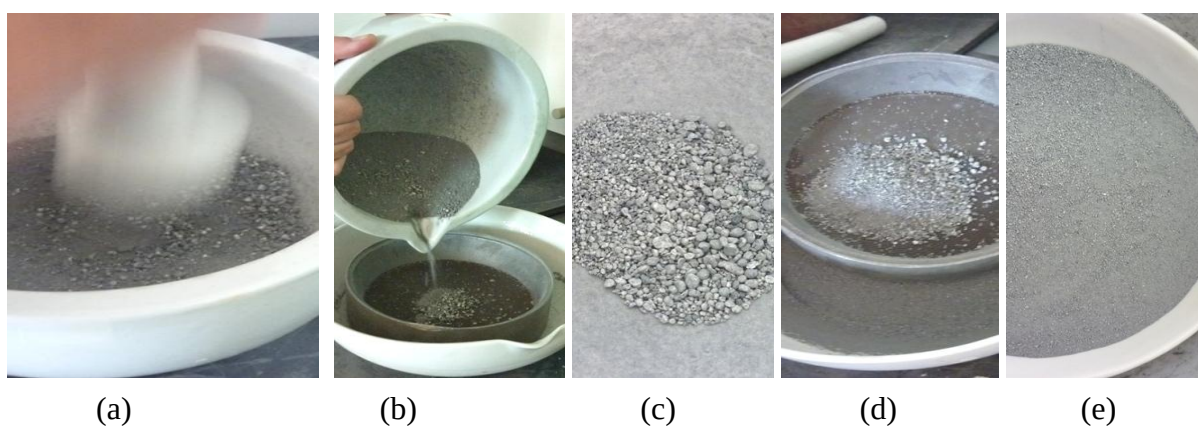
A hőmérsékletet 900 °C-os értékre állítottam be. Az agyag-grafit téglyebe tömören beadott darabos salakminta tetejére általában 50 g NaCl sóadalékot tettem. Ettől abban az esetben tértem el, amikor a sóadást mellőzve a képződő oxidos fázisok vizsgálata, illetve a változtatott sóadagolás hatásának a megfigyelése volt a cél. A só egyrészt a kiolvadó alumíniumcseppek egyesülését segítette, valamint az intenzív párolgása révén a környező levegőnek a zárt kemencefedél alá történő bejutását is mérsékelte. Sóadagolás esetén az utólagos oxidáció

ellen további megoldásként a kemencetérben folyamatos nitrogénáramoltatást is alkalmaztam. Az olvasztási idő leteltével a tégelyben összeesett, de összefüggő olvadék fázist még nem alkotó anyagot erős mechanikai behatással kezeltem. Ehhez erre a célra acélból készített speciális alakú nyomó-szerszámokat használtam. A kör keresztmetszetű tégely fala mentén kezdve a műveletet, az izzó salak felületét erős nyomó és nyíró erőknek vetettem alá. Ennek hatására azonnal megkezdődött az olvadt fém kiszabadulása az oxidos mátrixból. Az olvadt alumínium – a kis sűrűsége miatt - a tömörödő oxidos maradvány felett gyűlt össze. Ezt két acélkokillába öntöttem le. Az egyik az analitikai „érempróbát”, a másik egy korong alakú tömböt adott megszilárdulás után. A maradék salakot közvetlenül hideg vízfürdőbe kisédve granuláltam, majd 190 °C hőmérsékleten vízmentesre szárítottam. Az érempróbák megfelelő részeit az összetétel meghatározására megmunkáltam és az intézet Horiba-Jobin Yvon GD OES Profiler-2 típusú glimmkisülésen alapuló hideg argon plazmával működő spektrométerével vizsgáltam. A meghatározások pontosságát a rendelkezésre álló alumíniumalapú etalonjaink, valamint a kalibrációhoz szükséges szabad tapintórendszerrel felszerelt Mahr M400 típusú profilométer tette lehetővé.

Mivel a tégelyben nagy hőmérsékleten végzett mechanikus beavatkozás mellett sem tudott az összes fémcsepp egy összefüggő tócsát alkotni, a forró kiolvasztási maradvány még jelentős mennyiségű fémeket tartalmaz. A vízben granulálás részben felszabadította a – főleg nagyobb - fémes szemcséket, de a jobb szétválaszthatóság érdekében szükséges volt még ezt az anyagot szárítás után dörzsölve őrlni. A tapadó víz teljes eltávolítása érdekében, szárítást végeztem több órán keresztül 190 °C hőmérsékleten (Memmert UNB 400 típusú szabályozott és elszívással kapcsolt szárítószekrényben). A szárításkor a kerámiatál falára száradt ragadványt kaparó szerszámmal választottam le, majd a fellazított anyagot kerámia mozsárban dörzsöltem. Így a viszonylag megtisztult nagyméretű darabokat elkülönítettem a 10 mm-es rostával. Ebből a frakcióból kézi válogatással emeltem ki a fémes darabokat. Ezt a munkafázist szemlélteti a 9. ábra. A továbbiakban, a 10. ábrán látható intenzívebb őrléssel és osztályozó műveletekkel igyekeztem a képlékeny fémes és az aprózódó oxidos fázisokat elválasztani. A folyamat során az 5 mm-es lyukbőségű szitával kiemeltem a 10.c ábrán látható közepes szemcseméretű ($5 < d < 10$ mm) frakciót. Szitálás után a maradék anyagot még intenzívebben őrltem a finomabb szemcsék feltárása érdekében. Az utolsó mechanikai elválasztásnál 1 mm-es szitát (10.d ábra) alkalmaztam. Az erős mechanikai behatás után itt felfogott és még durvának tekinthető (1 – 5 mm) ellapított szemcsés frakció is fémesnek tekinthető. Az 1 mm alatti átmérőjű szemcsék nagy részét a finom porként megjelenő oxidos anyag alkotta, mellette a mechanikailag már nem elkülöníthető apró fémszemcsékkel.



9. ábra A kiolvasztási maradvány darabos részének mechanikus elválasztása (a – falkaparás, b – dörzsölés, c – 1 cm szita, d – kézi válogatás).



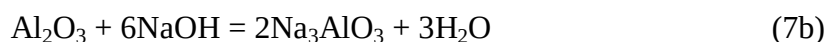
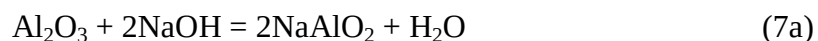
10. ábra A kiolvasztási maradvány finom őrlése és közép- és finomfrakciókra osztályozása (a – intenzív őrlés, b – szitálás, c – 5 -10 mm közötti durva frakció, d – az 1 – 5 mm frakció középfrakció kiszitálása, e – az 1 mm alatti finom porfrakció).

A 11. ábrán bemutatott tömb, valamint a különböző mérettartományú durva szemcsékben megjelenő fémes frakciók, valamint az 1 mm-nél is finomabb szemcsékből álló vegyes frakciók tömegeit lemértem.

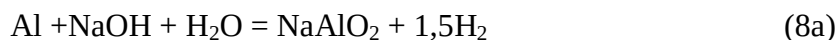


11. ábra Egy nagy fémtartalmú salakmintából kiolvasztás és mechanikus feltárás-szeparálás után kapott tömb, durva és finom anyagok, köztük az érempróba képe

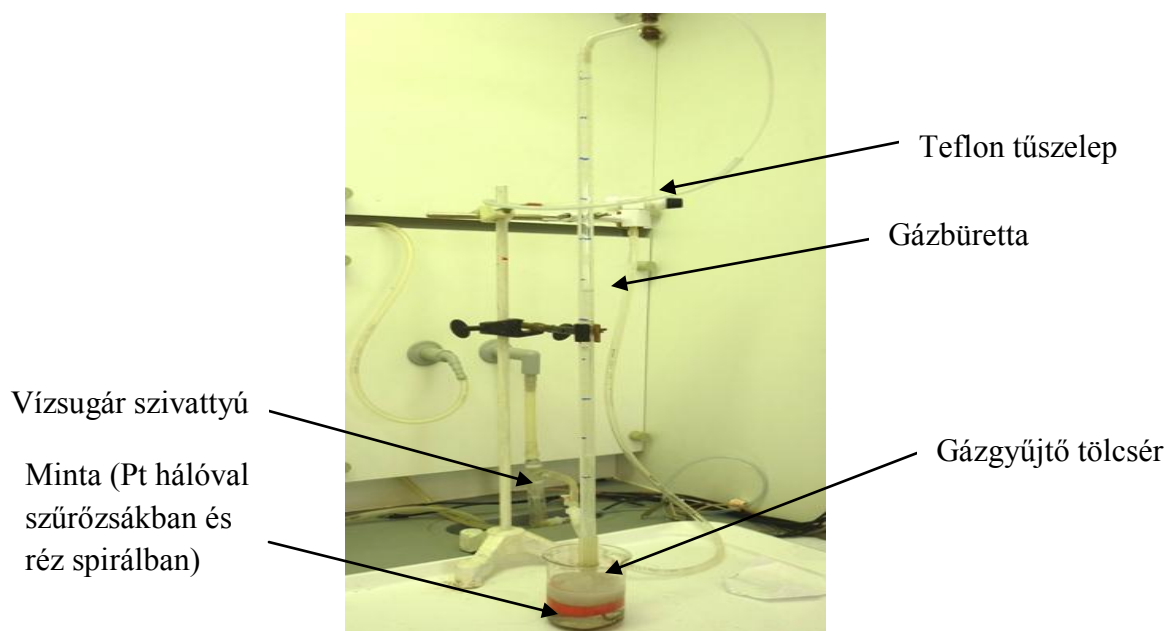
A szintén jelentős tömegű, 1 mm alatti finom frakciónak a fémtartalmát indirekt kémiai módszerrel határoztam meg. Ehhez azt használtam fel, hogy az oxidos anyag vagy nem, vagy pedig víz felszabadítása mellett oldódnak agresszív lúgos közegben:



A fémes alumínium szintén oldódik lúgban, de ez a folyamat hidrogén felszabadulásával jár:



Ez a reakció 50 – 60 °C hőmérsékletű és 6M NaOH oldattal viszonylag gyorsan végbemegy. A sebesség növelésére platina hálókatalizátort is alkalmaztam. Az 1 mm-es szitán átment finom por végmaradványból egy kis részt feloldva, a felszabaduló hidrogén térfogatát megmérve és légköri nyomásra, szobahőmérsékletre és tiszta állapotra átszámítva, a (8) reakció sztöchiometriai viszonyai alapján meghatározható a finom porfrakció fémes alumíniumtartalma. Az oldás előtt a kivett anyagot még finom mozsárban tovább dörzsöltem a szemcsék felületének aktiválása érdekében. Egy salakmaradványból három 0,5 g tömegű párhuzamos mintát vettem. Az oldásra vitt port a platina hálóval együtt egy finomszövésű szűrőzsákba, majd azt az oldó reaktor közepébe helyeztem a fenék közepén forgatott mágneses keverőrúd fölött egy rögzítő rézspirál segítségével. A meghatározáshoz szükséges oldó és gázgyűjtő rendszer képét a 12. ábra mutatja.



12. ábra A kiolvasztási maradvány őrlése és szeparálásával kapott finom por frakció fémes alumíniumtartalmának a meghatározására használt oldó-gázgyűjtő rendszer.

A poros mintával érintkező platina katalizátor a fém oldódásakor keletkező hidrogén leválását tette könnyebbé, így a reakciót elősegítette. A felszabaduló hidrogént a reaktoredény falához

illeszkedő fordított tölcserrel gyűjtöttem össze, ami egy fordítottan felfogott 50 cm³-es buretta szájába illeszkedett. A buretta nulla szintjéig vákuummal szívam fel a mintára öntött ~ 60 °C-os hőmérsékletű 6M NaOH oldatot. Majd a csapot elzárva figyeltem a keletkező gáz által leszorított meniszkusz mozgását. Az 50 cm³-es alsó osztás elérésekor az oldat szintjét ismét felszívattam a felső nulla szintre és folytattam a mérést addig ameddig észlelhető volt a hidrogénfejlődés. A bürettában leolvasott résztérfogatokat korrigáltam atmoszférikus nyomásra. Ehhez egy Excel programot készítettem, amely a bürettán leolvasott értékhez tartozó folyadékoszlop magasság, valamint a NaOH koncentráció és a hőmérséklet alapján kiszámította a hidrosztatikus nyomáskülönbséget, valamint a folyadék gőznyomást. A finom por frakcióban található fémes alumínium tömege m_{Al}^{por} , [g]:

$$m_{Al}^{por} = \left[\sum_i \left(V_i \frac{p_o - \rho g h_i - p_{H_2O}}{p_o} \right) \cdot \frac{298}{T} \cdot \frac{27}{1,5 \cdot 24 \cdot 1000} \right] \cdot \frac{m_{por}}{m_{minta}} \quad (9)$$

ahol V_i a bürettában egy oldatfelszívás után a fejlődött hidrogénnel kiszorított résztérfogat [cm³], p_o a légköri nyomás [Pa], ρ az adott koncentrációjú és T [K] hőmérsékletű oldat sűrűsége [kg/m³], g a nehézségi gyorsulás [9.81 m/s²], h_i a folyadékoszlop magassága a nyílt oldatszint felett az adott résztérfogat esetén, p_{H_2O} az adott összetételű és hőmérsékletű oldat gőznyomása [Pa], m_{por} az őrlés és osztályozás után kapott finom por tömege [g], m_{minta} az oldásra vitt mintatömeg [g].

3.2. Műszeres vizsgálatok

A kiolvasztási műveletből származó salak alkotóinak az összetételi és eloszlási jellemzőit scanning elektronmikroszkópos (SEM) felvételek és az ehhez kapcsolódó energiadiszperzív röntgen mikroszondával (EDX) felvett spektrumok alapján vizsgáltam. Erre a célra a Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézet Zeiss Ultra típusú készülékét vettem igénybe. A finom por frakció vizsgálata különös jelentőségű, hiszen itt található meg a salak nemfémes alkotóinak a zöme, elektronmikroszkóppal jól vizsgálható formában. A felvételeket a visszaszórt elektronokkal készítettük, így a mikrofelvételeken látható különböző anyagok nemcsak alakjuk, hanem összetételük szerint is elkülönülnek. Az EDX mikroszondája gyors referenciát ad a képen látható anyag alkotóiról. Azonban a mennyiségi információ nem tekinthető pontosnak és csak a felületen található anyagra terjed ki az elemzés. A vegyületek döntő azonosítása csak a kristályos anyagról különböző szögekben visszavert monokromatikus röntgensugárzás intenzitáscsúcsai alapján lehetséges. A Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézetében elérhető Bruker D8 Advance típusú, Co antikatódos, vassfólia monokromátoros, kis sugár-divergenciájú röntgen diffraktométerrel igyekeztünk kimutatni a

technológia szempontjából meghatározó jelentőségű salaktípusokban található fő vegyületfázisokat. Több mintát vizsgáltunk röntgen por-diffrakciós fáziselemzéssel.

Mivel a salakok tulajdonságaira a betét magnéziumtartalmának alapvető hatása van, minden vizsgálat során különös figyelmet fordítottunk a magnéziummal erősen ötvözött és a kis magnéziumtartalmú alumíniumötvözetek olvasztásakor keletkezett salakok jellemzőinek az összehasonlítására.

4. A laboratóriumi vizsgálatok eredményei

4.1. A kiolvasztási vizsgálatok eredményei

A salakminták kiolvasztással, valamint a granulált maradvány mechanikai feltárással és szeparálással kapott fémtömegeit, illetve a finom por frakció indirekt kémiai módszerrel megállapított fémtartalmait a 4. táblázat adja meg, az adott salakokhoz tartozó olvadékok összetételének megfelelő blokkokba rendezve. A tömb és durva frakciókban közvetlenül mért, valamint a finom frakcióban a fejlesztett hidrogén térfogatokból a (9) képlet szerint számított fémmennyiségek értékét az 5. táblázat mutatja kísérleti adagonként.

A reakcióképes ötvözők, elsősorban a magnézium preferenciális oxidációja jelentős összetételi módosulást okozhat a salakban ragadt fémfázisban. Ez tovább fokozódhat a laboratóriumi kiolvasztási folyamat során, amikor nagy hőmérsékleten léphet reakcióba a fém a salakban jelenlévő nagy mennyiségű és jó érintkezésben eloszlott oxidos fázissal, valamint a bekerült levegővel. Így a kiolvasztott fém összetétele eltérhet az üzemi beolvasztás során kapott fém összetételétől. Az eltérés fontos információt adhat az olvasztáskor a fém és a salakfázis között kialakuló kémiai folyamatokról. Ezért a salakmintákhoz tartozó üzemi beolvadási próbák összetételét a kiolvasztott minták GD-OES analitikájából származó összetételi adataival összevettem. Ezeket az eredményeket a 6. táblázat adja meg.

A salakminták laboratóriumi kiolvasztásai során 1 órás hevítést alkalmaztam zárt kemencetérben, nitrogén áramoltatás mellett. Az adalékolt só mennyisége általában a kezelt salak 10%-át tette ki. A leggyakrabban alkalmazott adalék az egyszerű NaCl volt, amit a megfelelő fizikai jellemzői és a gyakorlati alkalmazás szempontjából kedvező ára indokolt. A só adalék speciális hatásának vizsgálatára a NaCl adalék mennyiségét is változtattam, illetve azt helyettesítettem az iparban használt kloridos („olvadékkezelő”), illetve fluoriddal adalékolt („kemencetisztító”) só alkalmazásával. Az üzemi beolvasztás során képződő salakhoz tartozó fémolvadék összetételét az ötvözés után vett első üzemi olvadékpórá eredményét a beadott ötvözők mennyisége alapján korrigált értékekkel vettem figyelembe. A 2. fejezetben kifejtett fizikai-kémiai jellemzők alapján elsősorban a szelektív reakcióra képes alkotók, elsősorban a magnézium koncentrációjában várható csökkenés igazolása volt a kiolvasztott fém analitikai vizsgálatainak a célja.

4. táblázat A laboratóriumi kiolvastási kísérletek mérési eredményeinek regisztrálása

Ssz.	* K. s.sz.	Gyártott ötvözet típus	Tömeg, g									Térfogat, cm ³		
			Salak	NaCl	Egyéb	Tömb	Durva	Finom	H2-minta			H2-1	H2-2	H2-3
1	1													
2	2	AlMg3	1000	0	0	296	200	495	0,53	0,52	0,5	261	227	
3	8	AlMg3	500	100	0	207	120	179	0,53	0,5	0,5	160	185	
4	21	AlMg3	500	50	0	125	185	195	0,5	0,5	0,5	148	165	
5	22	AlMg3	500	50	0	155	180	197	0,5	0,5	0,5	198	194	
6	39	AlMg3	500	50	0	219	58	271	0,5	0,5	0,5	204	194	
7	40	AlMg3	500	50	0	239	57	232	0,5	0,5	0,5	204	178	201
8	41	AlMg3	500	0	50	184	95	298	0,5	0,5	0,5	152	153	157
9	42	AlMg3	500	0	50	160	90	316	0,5	0,5	0,5	128	127	120
10	25	AlMg3	500	50	0	227	149	156	0,5	0,5	0,5	150	166	166
11	26	AlMg3	500	0	50	200	135	197	0,5	0,5	0,5	119	117	118
12	27	AlMg3	500	0	50	194	78	337	0,5	0,5	0,5	23	18	
13	28	AlMg3	500	0	50	223	99	261	0,5	0,5	0,5	25	30	28
14	43	AlMg3	500	50	0	245	51	243	0,5	0,5	0,5	145	148	167
15	44	AlMg3	500	50	0	225	50	264	0,5	0,5	0,5	118	111	115
16	29	AlMg3	500	50	0	167	160	156	0,5	0,5	0,5	102	109	
17	30	AlMg3	500	0	50	134	186	240	0,5	0,5	0,5	147	156	
18	31	AlMg3	500	50	0	203	181	174	0,5	0,5	0,5	152	160	
19	32	AlMg3	500	0	50	247	114	253	0,5	0,5	0,5	29	27	
20	33	AlMg3	500	0	50	176	213	196	0,5	0,5	0,5	151	146	
21	34	AlMg3	500	0	50	150	232	198	0,5	0,5	0,5	203	173	
22	45	AlMg3	500	50	0	274	36	241	0,5	0,5	0,5	150	145	148
23	46	AlMg3	500	50	0	274	37	230	0,5	0,5	0,5	163	148	
24	47	AlMg3	500	50	0	237	49	266	0,5	0,5	0,5	166	154	
25	61	AlMg1Mn1	500	50	0	235	40	280	0,5	0,5	0,5	115	125	118
26	62	AlMg1Mn1	500	50	0	294	54	193	0,5	0,5	0,5	125	140	135
27	63	AlMg1Mn1	500	50	0	268	51	282	0,5	0,5	0,5	105	90	104
28	51	AlMg1Mn1	500	50	0	242	65	296	0,5	0,5	0,5	147	156	
29	52	AlMg1Mn1	500	50	0	285	45	226	0,5	0,5	0,5	158	154	
30	3	AlMg1Mn1	514	0	0	166	92	157	0,5	0,52	0,5	222	285	267
31	4	AlMg1Mn1	505	0	0	198	45	223	0,52	0,5	0,5	160	190	165
32	7	AlMg1Mn1	500	100	0	281	69	139	0,53	0,5	0,5	195	190	
33	19	AlMg1Mn1	500	50	0	219	102	199	0,5	0,5	0,5	137	145	154
34	20	AlMg1Mn1	500	50	0	232	109	171	0,5	0,5	0,5	148	139	
35	17	1110910-11	500	50	0	205	81	217	0,5	0,5	0,5	138	137	142
36	35	AlMn1Fe0,5	500	0	50	203	166	205	0,5	0,5	0,5	181	174	
37	36	AlMn1Fe0,5	500	0	50	193	122	262	0,5	0,5	0,5	105	107	
38	37	AlMn1Fe0,5	500	50	0	274	89	177	0,5	0,5	0,5	144	138	
39	38	AlMn1Fe0,5	500	50	0	282	43	199	0,5	0,5	0,5	162	153	
40	5	AlMn1Fe0,5	502	100	0	306	56	139	0,52	0,51	0,5	179	191	
41	6	AlMn1Fe0,5	505	100	0	258	71	162	0,51	0,5	0,5	200	240	
42	18	AlMn1Fe0,5	500	50	0	156	156	251	0,5	0,5	0,5	184	145	148
43	23	AlMn1Fe0,5	500	50	0	247	82	190	0,5	0,5	0,5	178	172	
44	24	AlMn1Fe0,5	500	50	0	296	63	178	0,5	0,5	0,5	134	146	
45	48	AlMn1Fe0,5	500	50	0	126	118	401	0,5	0,5	0,5	98	103	
46	49	AlMn1Fe0,5	500	50	0	297	52	189	0,5	0,5	0,5	171	164	
47	50	AlMn1Fe0,5	500	50	0	313	39	185	0,5	0,5	0,5	210	192	
48	53	Al99,5	500	50	0	253	64	217	0,5	0,5	0,5	171	182	
49	54	Al99,5	500	50	0	315	33	191	0,5	0,5	0,5	168	177	
50	55	Al99,5	500	50	0	292	43	203	0,5	0,5	0,5	184	169	190
51	56	Al99,5	500	50	0	385	24	137	0,5	0,5	0,5	157	162	168
52	57	Al99,5	500	50	0	400	22	105	0,5	0,5	0,5	160	165	157
53	58	Al99,5	500	50	0	405	16	103	0,5	0,5	0,5	161	156	170
54	59	Al99,5	500	50	0	406	17	117	0,5	0,5	0,5	138	129	134
55	60	Al99,5	500	50	0	433	17	131	0,5	0,5	0,5	146	160	147
56	9	Al99,5	500	100	0	314	84	119	0,5	0,5	0,5	137	143	148
57	10	Al99,5	500	100	0	278	105	132	0,5	0,5	0,5	121	98	91
58	11	Al99,5	500	50	0	285	59	171	0,5	0,5	0,5	164	151	158
59	12	Al99,5	500	20	0	234	100	178	0,5	0,5	0,5	167	194	187
60	13	Al99,5	500	10	0	206	113	157	0,5	0,5	0,5	170	178	
61	14	Al99,5	500	0	0	233	80	191	0,5	0,5	0,5	195	197	204
62	15	Al99,5	500	0	0	238	87	131	0,5	0,5	0,5	230	238	
63	16	Al99,5	500	50	0	293	76	168	0,5	0,5	0,5	154	156	158

*A kísérlet kronologikus azonosító száma, Egyéb: olvadékezelő só, kemencetisztító só

5. táblázat A laboratóriumi kiolvasztási kísérletek eredményeinek feldolgozása

* K.	Fémtömeg, g						Össz. fém		Végshint, cm			Nyomás, atm				Össz. anyagmérték		
s. sz.	Fömb	Durva	Fi.-1	Fi.-2	Fi.-3	Fi.-át	g	%	1	2	3	Vég-1	Vég-2	Vég-3	Vég-50	Be	Ki	Diff.
1																		
2	296	200	161	142		152	648	64,8	21	37	10	0,904	0,886	0,917	0,917	1000	991	-9
8	207	120	36	43		40	366	73,2	20	45	10	0,906	0,876	0,917	0,917	600	506	-94
21	125	185	37	42		40	350	69,9	58	25	10	0,861	0,900	0,917	0,917	550	504	-46
22	155	180	51	50		50	384	76,9	58	54	10	0,861	0,866	0,917	0,917	550	531	-19
39	219	58	73	69		71	348	69,6	14	54	10	0,913	0,866	0,917	0,917	550	548	-2
40	239	57	63	54	62	59	355	71,0	14	38	11	0,913	0,885	0,916	0,917	550	528	-23
41	184	95	60	60	62	61	340	67,9	12	13	17	0,915	0,914	0,909	0,917	550	577	27
42	160	90	53	53	50	52	302	60,3	38	37	30	0,885	0,886	0,894	0,917	550	566	16
25	227	149	31	34	34	33	409	81,8	10	26	26	0,917	0,899	0,899	0,917	550	532	-18
26	200	135	31	30	31	31	366	73,1	29	27	28	0,895	0,897	0,896	0,917	550	532	-18
27	194	78	10	8		9	281	56,1	33	28	10	0,890	0,896	0,917	0,917	550	608	58
28	223	99	8	10	9	9	331	66,2	35	40	38	0,888	0,882	0,885	0,917	550	583	33
43	245	51	46	47	53	49	344	68,9	55	58	27	0,865	0,861	0,897	0,917	550	538	-12
44	225	50	41	39	40	40	315	62,9	28	21	25	0,896	0,904	0,900	0,917	550	539	-11
29	167	160	21	22		22	349	69,8	12	19	10	0,915	0,907	0,917	0,917	550	483	-67
30	134	186	46	50		48	368	73,5	57	16	10	0,862	0,910	0,917	0,917	550	560	10
31	203	181	35	37		36	420	84,0	12	20	10	0,915	0,906	0,917	0,917	550	558	8
32	247	114	9	9		9	370	73,9	39	37	10	0,883	0,886	0,917	0,917	550	613	63
33	176	213	39	37		38	427	85,5	11	56	10	0,916	0,863	0,917	0,917	550	586	36
34	150	232	53	45		49	431	86,2	13	33	10	0,914	0,890	0,917	0,917	550	580	30
45	274	36	48	45	46	47	356	71,3	10	55	58	0,917	0,865	0,861	0,917	550	551	1
46	274	37	50	44		47	357	71,5	23	58	10	0,902	0,861	0,917	0,917	550	541	-9
47	237	49	58	54		56	342	68,4	26	14	10	0,899	0,913	0,917	0,917	550	552	2
61	235	40	42	46	43	44	319	63,9	25	35	28	0,900	0,888	0,896	0,917	550	555	5
62	294	54	32	35	34	34	381	76,2	35	50	45	0,888	0,870	0,876	0,917	550	541	-10
63	268	51	39	33	39	37	356	71,1	15	50	14	0,911	0,870	0,913	0,917	550	601	51
51	242	65	56	61		59	366	73,2	57	16	10	0,862	0,910	0,917	0,917	550	603	53
52	285	45	47	46		47	377	75,4	18	14	10	0,908	0,913	0,917	0,917	550	557	7
3	166	92	46	57	55	53	311	60,4	32	45	27	0,892	0,876	0,897	0,917	514	415	-99
4	198	45	45	55	49	50	293	58,0	20	50	25	0,906	0,870	0,900	0,917	505	466	-39
7	281	69	33	34		34	383	76,6	55	50	10	0,865	0,870	0,917	0,917	600	488	-112
19	219	102	36	37,5	40,6	38	359	71,9	47	55	14	0,874	0,865	0,913	0,917	550	521	-29
20	232	109	33	31		32	373	74,5	58	49	10	0,861	0,872	0,917	0,917	550	512	-38
17	205	81	39	39	40	39	326	65,2	48	47	52	0,873	0,874	0,868	0,917	550	504	-46
35	203	166	49	47		48	416	83,3	41	34	10	0,881	0,889	0,917	0,917	550	573	23
36	193	122	36	37		37	352	70,4	15	17	10	0,911	0,909	0,917	0,917	550	577	27
37	274	89	33	32		33	396	79,2	54	48	10	0,866	0,873	0,917	0,917	550	541	-9
38	282	43	43	40		41	366	73,2	22	13	10	0,903	0,914	0,917	0,917	550	524	-26
5	306	56	31	34		33	395	78,6	39	51	10	0,883	0,869	0,917	0,917	602	501	-101
6	258	71	42	51		46	375	74,3	10	50	10	0,917	0,870	0,917	0,917	605	491	-115
18	156	156	61	47	48	52	363	72,7	44	55	58	0,877	0,865	0,861	0,917	550	562	12
23	247	82	45	43		44	372	74,5	38	32	10	0,885	0,892	0,917	0,917	550	519	-31
24	296	63	31	34		32	392	78,4	44	56	10	0,877	0,863	0,917	0,917	550	537	-13
48	126	118	50	55		53	296	59,2	58	13	10	0,861	0,914	0,917	0,917	550	644	94
49	297	52	43	41		42	391	78,2	31	24	10	0,893	0,901	0,917	0,917	550	538	-12
50	313	39	51	47		49	400	80,1	20	52	10	0,906	0,868	0,917	0,917	550	537	-13
53	253	64	49	52		50	367	73,3	31	42	10	0,893	0,880	0,917	0,917	550	534	-17
54	315	33	42	45		43	392	78,3	28	37	10	0,896	0,886	0,917	0,917	550	539	-11
55	292	43	49	45	50	48	383	76,6	44	29	50	0,877	0,895	0,870	0,917	550	538	-12
56	385	24	29	29	30	29	438	87,7	17	22	28	0,909	0,903	0,896	0,917	550	546	-4
57	400	22	22	23	22	22	444	88,8	20	25	17	0,906	0,900	0,909	0,917	550	527	-23
58	405	16	22	21	23	22	443	88,6	21	16	30	0,904	0,910	0,894	0,917	550	524	-26
59	406	17	21	20	20	20	443	88,7	48	39	44	0,873	0,883	0,877	0,917	550	540	-10
60	433	17	25	28	25	26	475	95,1	56	20	57	0,863	0,906	0,862	0,917	550	580	30
9	314	84	21	22	23	22	420	84,1	47	53	58	0,874	0,867	0,861	0,917	600	517	-83
10	278	105	21	17	16	18	401	80,2	31	58	51	0,893	0,861	0,869	0,917	600	516	-85
11	285	59	37	34	36	36	380	76,0	24	11	18	0,901	0,916	0,908	0,917	550	516	-34
12	234	100	39	45	44	43	377	75,5	27	54	47	0,897	0,866	0,874	0,917	520	513	-7
13	206	113	35	37		36	355	71,1	30	38	10	0,894	0,885	0,917	0,917	510	477	-33
14	233	80	49	49	52	50	362	72,4	55	57	14	0,865	0,862	0,913	0,917	500	504	4
15	238	87	40	41		40	366	73,1	40	48	10	0,882	0,873	0,917	0,917	500	457	-44
16	293	76	34	35	35	35	404	80,8	14	16	18	0,913	0,910	0,908	0,917	550	537	-13

*A kísérlet kronologikus azonosító száma

6. táblázat Az üzemi beolvadási összetétel és a leszedett salakokból kiolvasztott tömbök összetétele a fő alkotóelemekre vonatkozóan

Ssz.	* K. s.sz.	Gyártott ötvözet típus	Beolvadási összetétel							* K. s.sz.	Kiolvasztott összetétel						
	Al		Fe	Si	Cu	Zn	Mg	Mn	Al	Fe	Si	Cu	Zn	Mg	Mn		
1	1	AlMg3	97,62	0,320	0,360	0,075	0,035	1,240	0,350	1	98,36	0,422	0,750	0,040	0,070	0,041	0,237
2	2	AlMg3	97,62	0,320	0,360	0,075	0,035	1,240	0,350	2	98,55	0,406	0,416	0,039	0,079	0,178	0,249
3	8	AlMg3	97,62	0,320	0,360	0,075	0,035	1,240	0,350	8	98,20	0,643	0,462	0,075	0,064	0,253	0,246
4	21	AlMg3	97,62	0,320	0,360	0,075	0,035	1,240	0,350	21	97,56	0,384	0,213	0,896	0,081	0,291	0,254
5	22	AlMg3	96,99	0,370	0,320	0,065	0,032	1,902	0,321	22	98,36	0,421	0,459	0,067	0,051	0,194	0,372
6	39	AlMg3	96,99	0,370	0,320	0,065	0,032	1,902	0,321	39	98,40	0,378	0,428	0,061	0,054	0,239	0,363
7	40	AlMg3	96,99	0,370	0,320	0,065	0,032	1,902	0,321	40	98,49	0,355	0,293	0,047	0,053	0,324	0,349
8	41	AlMg3	96,99	0,370	0,320	0,065	0,032	1,902	0,321	41	98,62	0,338	0,414	0,049	0,052	0,119	0,327
9	42	AlMg3	97,11	0,340	0,310	0,078	0,104	1,663	0,400	42	98,39	0,369	0,338	0,081	0,079	0,222	0,434
10	25	AlMg3	97,11	0,340	0,310	0,078	0,104	1,663	0,400	25	98,26	0,424	0,331	0,087	0,096	0,263	0,452
11	26	AlMg3	97,11	0,340	0,310	0,078	0,104	1,663	0,400	26	98,36	0,380	0,364	0,086	0,096	0,184	0,440
12	27	AlMg3	97,11	0,340	0,310	0,078	0,104	1,663	0,400	27	98,29	0,322	0,614	0,093	0,092	0,052	0,456
13	28	AlMg3	97,11	0,340	0,310	0,078	0,104	1,663	0,400	28	98,17	0,359	0,473	0,090	0,082	0,315	0,421
14	43	AlMg3	97,11	0,340	0,310	0,078	0,104	1,663	0,400	43	98,35	0,385	0,309	0,086	0,087	0,282	0,417
15	44	AlMg3	97,11	0,340	0,310	0,078	0,104	1,663	0,400	44	98,40	0,353	0,319	0,086	0,084	0,176	0,481
16	29	AlMg3	97,11	0,340	0,310	0,078	0,104	1,663	0,400	29	98,21	0,566	0,381	0,085	0,072	0,164	0,441
17	30	AlMg3	97,32	0,380	0,290	0,060	0,048	1,612	0,290	30	98,29	0,377	0,317	0,075	0,061	0,384	0,389
18	31	AlMg3	97,32	0,380	0,290	0,060	0,048	1,612	0,290	31	98,49	0,368	0,346	0,065	0,069	0,202	0,362
19	32	AlMg3	97,32	0,380	0,290	0,060	0,048	1,612	0,290	32	98,18	0,396	0,271	0,066	0,067	0,550	0,363
20	33	AlMg3	97,32	0,380	0,290	0,060	0,048	1,612	0,290	33	98,41	0,399	0,292	0,072	0,074	0,282	0,361
21	34	AlMg3	98,57	0,320	0,180	0,038	0,047	0,729	0,120	34	98,94	0,359	0,329	0,032	0,055	0,101	0,130
22	45	AlMg3	98,57	0,320	0,180	0,038	0,047	0,729	0,120	45	99,03	0,345	0,252	0,044	0,072	0,081	0,132
23	46	AlMg3	97,57	0,320	0,180	0,038	0,047	0,729	1,120	46	98,94	0,361	0,289	0,035	0,069	0,131	0,132
24	47	AlMg3	97,74	0,710	0,210	0,200	0,089	0,800	0,247	47	98,24	0,342	0,528	0,408	0,071	0,064	0,222
25	61	AlMg1Mn1	97,74	0,710	0,210	0,200	0,089	0,800	0,247	61	98,53	0,288	0,421	0,087	0,093	0,131	0,368
26	62	AlMg1Mn1	97,74	0,710	0,210	0,200	0,089	0,800	0,247	62	98,48	0,462	0,762	0,000	0,034	0,023	0,199
27	63	AlMg1Mn1	97,74	0,710	0,210	0,200	0,089	0,800	0,247	63	98,44	0,303	0,500	0,099	0,102	0,067	0,438
28	51	AlMg1Mn1	97,74	0,710	0,210	0,200	0,089	0,800	0,247	51	98,09	0,324	0,864	0,096	0,106	0,040	0,427
29	52	AlMg1Mn1	97,97	0,300	0,640	0,280	0,037	0,694	0,080	52	97,90	0,238	1,349	0,198	0,038	0,042	0,076
30	3	AlMn1	97,97	0,300	0,640	0,280	0,037	0,694	0,080	3	97,29	0,256	1,850	0,248	0,065	0,038	0,085
31	4	AlMn1	97,97	0,300	0,640	0,280	0,037	0,694	0,080	4	97,62	0,287	1,598	0,181	0,042	0,026	0,088
32	7	AlMn1	97,97	0,300	0,640	0,280	0,037	0,694	0,080	7	96,96	0,421	2,043	0,265	0,041	0,036	0,097
33	19	AlMn1	97,97	0,300	0,640	0,280	0,037	0,694	0,080	19	98,02	0,262	1,157	0,209	0,046	0,044	0,085
34	20	AlMn1	97,97	0,300	0,640	0,280	0,037	0,694	0,080	20	97,99	0,281	1,172	0,233	0,042	0,024	0,083
35	17	AlMn1	97,43	0,540	0,720	0,520	0,023	0,023	0,744	17	96,70	0,393	1,192	0,483	0,039	0,034	0,987
36	35	AlMn1Fe0,5	97,43	0,540	0,720	0,520	0,023	0,023	0,744	35	96,71	0,383	1,185	0,499	0,040	0,037	0,987
37	36	AlMn1Fe0,5	97,43	0,540	0,720	0,520	0,023	0,023	0,744	36	96,88	0,401	1,065	0,479	0,041	0,028	0,946
38	37	AlMn1Fe0,5	97,43	0,540	0,720	0,520	0,023	0,023	0,744	37	96,89	0,417	1,053	0,460	0,042	0,026	0,930
39	38	AlMn1Fe0,5	99,10	0,510	0,139	0,074	0,053	0,010	0,116	38	98,36	0,525	0,742	0,000	0,029	0,025	0,262
40	5	AlMn1Fe0,5	99,10	0,510	0,139	0,074	0,053	0,010	0,116	5	98,58	0,557	0,511	0,002	0,032	0,024	0,241
41	6	AlMn1Fe0,5	99,10	0,510	0,139	0,074	0,053	0,010	0,116	6	98,55	0,508	0,440	0,045	0,067	0,070	0,247
42	18	AlMn1Fe0,5	99,10	0,510	0,139	0,074	0,053	0,010	0,116	18	98,99	0,496	0,141	0,003	0,038	0,021	0,260
43	23	AlMn1Fe0,5	99,10	0,510	0,139	0,074	0,053	0,010	0,116	23	98,77	0,554	0,270	0,008	0,051	0,021	0,276
44	24	AlMn1Fe0,5	98,66	0,580	0,240	0,081	0,022	0,008	0,404	24	98,27	0,397	0,340	0,067	0,028	0,026	0,829
45	48	AlMn1Fe0,5	98,66	0,580	0,240	0,081	0,022	0,008	0,404	48	98,33	0,361	0,515	0,067	0,034	0,025	0,628
46	49	AlMn1Fe0,5	98,66	0,580	0,240	0,081	0,022	0,008	0,404	49	98,28	0,401	0,470	0,072	0,044	0,025	0,665
47	50	AlMn1Fe0,5	98,57	0,150	0,078	0,386	0,015	0,006	0,796	50	99,18	0,088	0,472	0,040	0,039	0,022	0,116
48	53	Al99,5	98,57	0,150	0,078	0,386	0,015	0,006	0,796	53	99,19	0,103	0,365	0,068	0,042	0,025	0,155
49	54	Al99,5	98,57	0,150	0,078	0,386	0,015	0,006	0,796	54	99,55	0,096	0,045	0,056	0,044	0,024	0,134
50	55	Al99,5	99,63	0,270	0,070	0,004	0,019	0,001	0,001	55	99,43	0,143	0,284	0,000	0,051	0,022	0,036
51	56	Al99,5	99,63	0,270	0,070	0,004	0,019	0,004	0,001	56	99,25	0,145	0,495	0,000	0,045	0,019	0,021
52	57	Al99,5	99,63	0,270	0,070	0,004	0,019	0,004	0,001	57	99,43	0,151	0,319	0,000	0,040	0,018	0,017
53	58	Al99,5	99,63	0,270	0,070	0,004	0,019	0,004	0,001	58	99,49	0,142	0,261	0,000	0,039	0,019	0,016
54	59	Al99,5	99,63	0,270	0,070	0,004	0,019	0,004	0,001	59	99,48	0,161	0,267	0,000	0,034	0,018	0,014
55	60	Al99,5	99,66	0,170	0,065	0,015	0,061	0,003	0,029	60	99,36	2,013	0,649	0,167	3,787	0,784	0,087
56	9	Al99,5	99,66	0,170	0,065	0,015	0,061	0,003	0,029	9	99,31	0,209	0,378	0,000	0,035	0,022	0,015
57	10	Al99,5	99,66	0,170	0,065	0,015	0,061	0,003	0,029	10	99,05	0,269	0,257	0,018	0,053	0,204	0,099
58	11	Al99,5	99,66	0,170	0,065	0,015	0,061	0,003	0,029	11	99,37	0,148	0,410	0,000	0,034	0,018	0,000
59	12	Al99,5	99,66	0,170	0,065	0,015	0,061	0,003	0,029	12	99,62	0,184	0,082	0,000	0,047	0,023	0,011
60	13	Al99,5	99,66	0,170	0,065	0,015	0,061	0,003	0,029	13	99,60	0,197	0,102	0,000	0,038	0,023	0,011
61	14	Al99,5	99,66	0,170	0,065	0,015	0,061	0,003	0,029	14	99,46	0,195	0,222	0,000	0,039	0,024	0,020
62	15	Al99,5	99,66	0,170	0,065	0,015	0,061	0,003	0,029	15	99,63	0,135	0,138	0,001	0,028	0,018	0,021
63	16	Al99,5	99,66	0,170	0,065	0,015	0,061	0,003	0,029	16							

*A kísérlet kronologikus azonosító száma

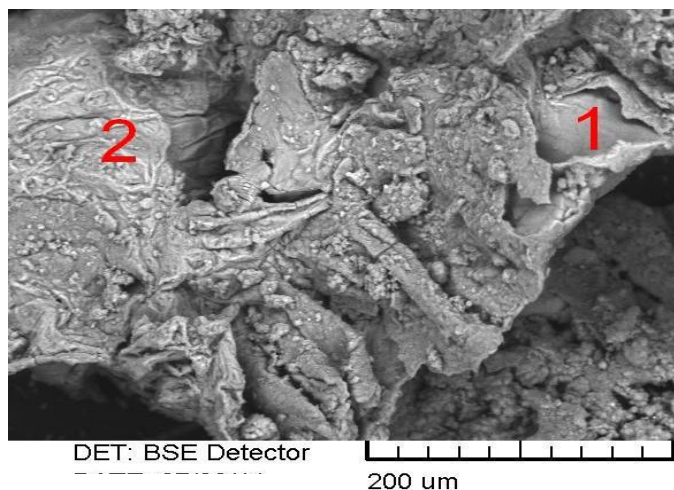
Az érempróbák felületének két pontjában végzett mélységprofil-analízisek az egyes elemek koncentrációinak az állandósulásáig folytak, ami az átlagos összetételének felel meg.

4.2. A laboratóriumi kiolvasztási vizsgálatok eredményeinek értékelése

A 4-6. táblázatokban legfelül a nagy magnéziumtartalmú, alul az ötvözetlen alumíniumolvadékokról kapott salakokra vonatkozó eredmények blokkjai szerepelnek, a gyártott ötvözet típusa szerint rendezve. Egyes üzemi olvadékok salakjából több kísérleti kiolvasztást is végeztem. A kiolvasztott fém elemzése (6. táblázat) igazolja a magnézium szelektív oxidációját, ami az üzemi beolvadási koncentrációhoz viszonyított jelentős csökkenést mutat. A szilícium az agyag-grafit tégelyfallal történő reakció és a fémtömeg csökkenés miatt inkább dúsult, a mangán koncentrációja lényegében nem változott. Megvizsgáltuk az adagolt NaCl mennyiségének hatását, valamint összehasonlító kísérleteket végeztünk az üzemi kemencékben általában használt olvadékkezelő só, illetve a tapadványok eltávolítására használt kemencetisztító só adagolása mellett is.

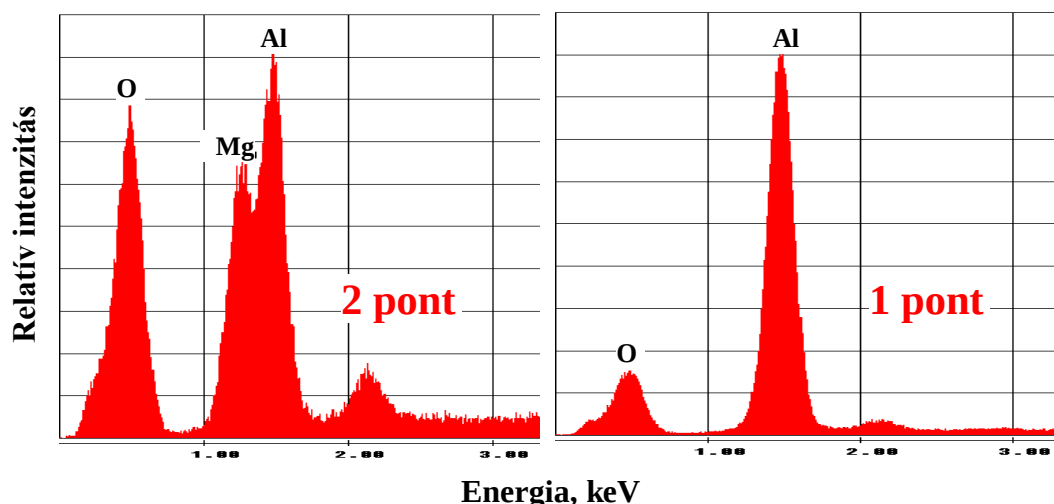
4.2.1. Adalékmentes kiolvasztási vizsgálatok

A salakok adalékmentes olvasztása és feldolgozása a természetes módon képződő vegyületek minősítését teszi lehetővé. Az 1 - 2 jelű kísérletnél kezelt salak viszonylag nagy (kb. 1,2 %) beolvadási Mg-tartalmú (AlMg3 ötvözet gyártása) üzemi adagból származott. Ebből sóadás nélkül olvasztva kb. 65% összesített fémkihozatal volt elérhető. Az általánosan alkalmazott 500 g salakmintára vonatkoztatva tömbként leönthető fém így 150 g volt, emellett azonban a granulált fémszemcsék kb. 100 g-ot tettek ki, és a dörzsölő aprításból kapott finom (< 1mm) zömében oxidos kb. 250 g tömegű frakcióban a fém átlagosan ~75 g fém volt. A finom frakció egy szemcséjét szemlélteti a 13. ábra scanning elektronmikroszkópos képe.



13. ábra Egy szemcse képe az AlMg3 ötvözet gyártásakor keletkező salak újraolvasztásából kapott maradvány finom frakciójából.

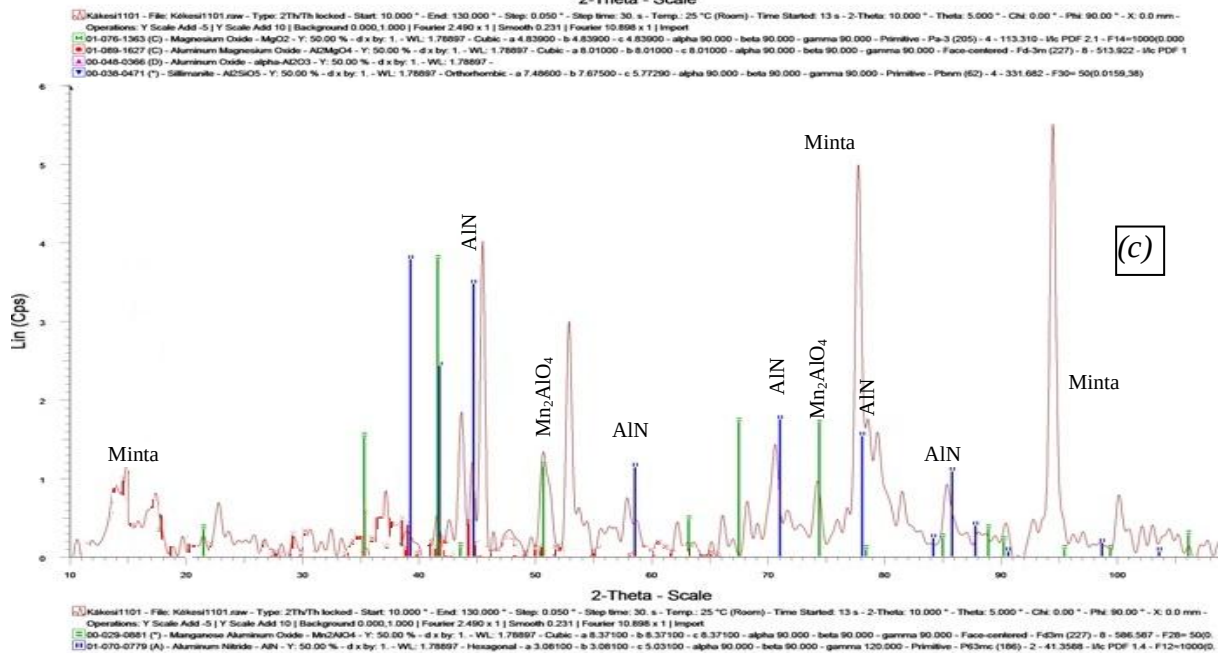
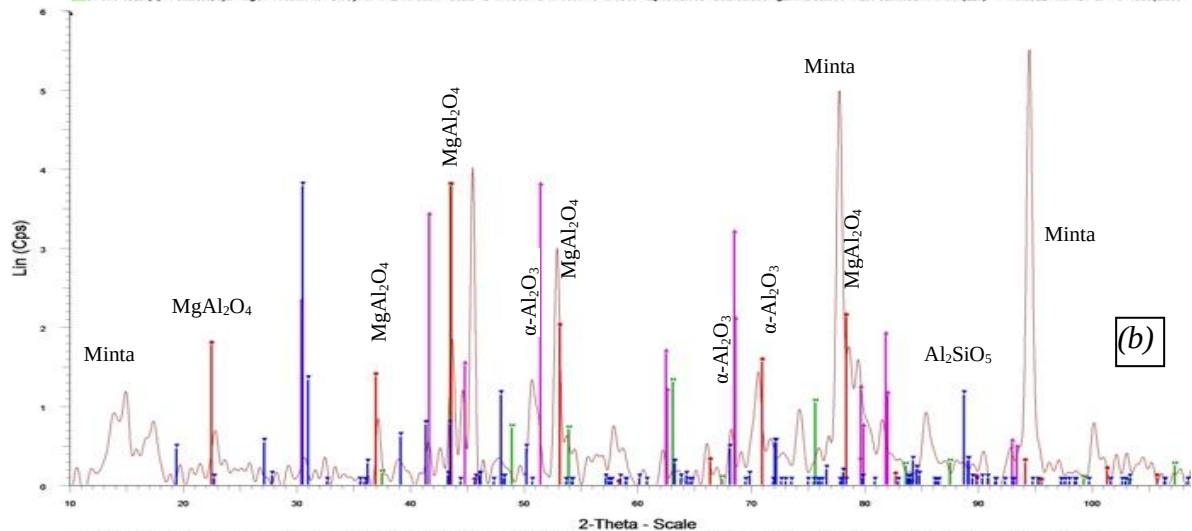
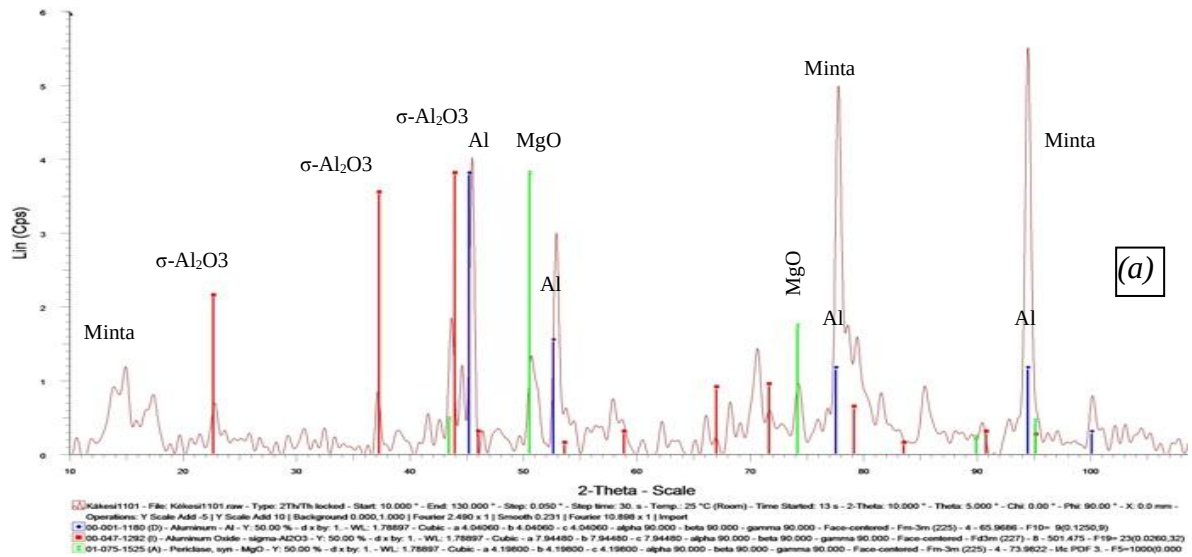
A mikrofelvételen jelölt különböző felszíni tulajdonságokkal megjelenő pontok energiadiszipatív röntgen spektruma a 14. ábrán látható.



14. ábra EDX spektrumok az AlMg ötvözet olvadék salakjának újraolvasztásából kapott maradvány finom frakciójából származó szemcse előző ábrán jelölt két pontján.

A 13. ábrán 2-vel megjelölt pont a jellemzően durva és összefüggő vegyületfázist mutatja, ami szinte teljesen befedi az AlMg₃ ötvözet alapanyagának az olvasztásakor keletkezett salak feldolgozási maradványában található szemcsék felületét. Ennek a pontnak a 14. ábrán látható EDX spektruma egy nagy magnézium és alumínium tartalmú oxidos fázisra utal. A 11. ábra 1-es jelű pontjában egy sima felületű fázis látszik. Ez a 14. ábra erre vonatkozó EDX spektruma szerint egy oxidréteggel burkolt alumínium szemcse. A mintát alkotó szemcsék felülete változó arányokban oszlik meg az előbbi két alkotó között, de jellemző a durva szerkezetű és nagy területeken összefüggő burkoló réteg jelenléte. A komplex spinel fázis stabilabban kötött vegyület. A réteg durva, egyenetlen szerkezete elősegíti a fémolvadék behatolását és megragadását a szemcsék között. A durva szemcséken elterülő olvadék nagyobb felületen válik nyitottá az oxidációval szemben. Ugyanakkor az exoterm oxidációs folyamat lokális túlhevülést is okoz, ami gyorsítja a reakciót, valamint az Al₂O₃ γ - α átalakulását is elősegíti. Utóbbi jelenség a kemencében az oxid réteg záró hatását csökkenti, a feldolgozásnál pedig a szemcsék feltárhatóságát rontja.

A komplex magnézium-alumínát spinel fázisnak a létezését igazolta a röntgen diffrakciós vizsgálat is. A 15. ábrán több vegyület ismert diffrakciós csúcspozícióit is szerepelenek. A legjobb egyezéseket mutató fázisokat tünteti fel a 15. ábra három részdiagramja. Az XRD spektrumok igen nagy megbízhatósággal jelzik a fémes Al, az Al₂O₃, a MgO, valamint a spinel MgAlO₄ jelenlétét. További előforduló vegyületeket a 13.c ábra mutat. Ezek között az AlN és a Mn₂AlO₄ jelenléte igazolható. Az alumínium-nitrid képződése a kiolvasztási kísérletnél alkalmazott viszonylag nagy (~ 900 °C) hőmérséklet miatt várható volt. Ez egyúttal jelzi a salakminta kiolvasztásakor a levegővel fellépő reakciót.

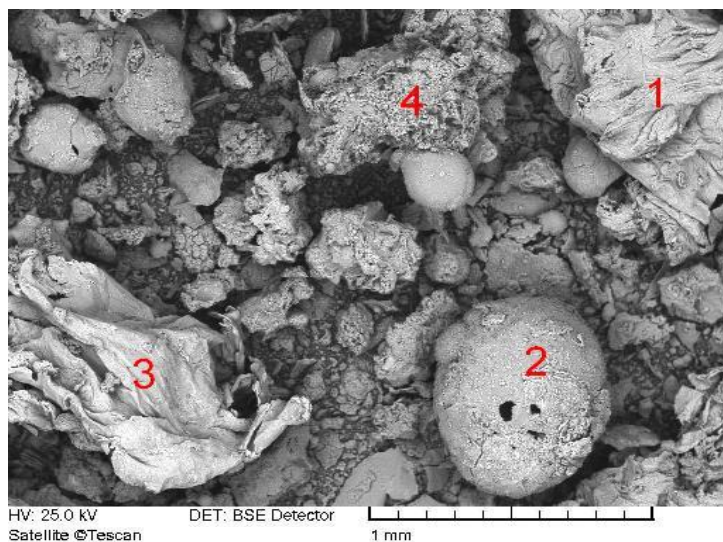


15. ábra Az AlMg olvadék salakjának újraolvasztásából kapott maradvány finom frakciójának röntgen diffrakciós spektruma.

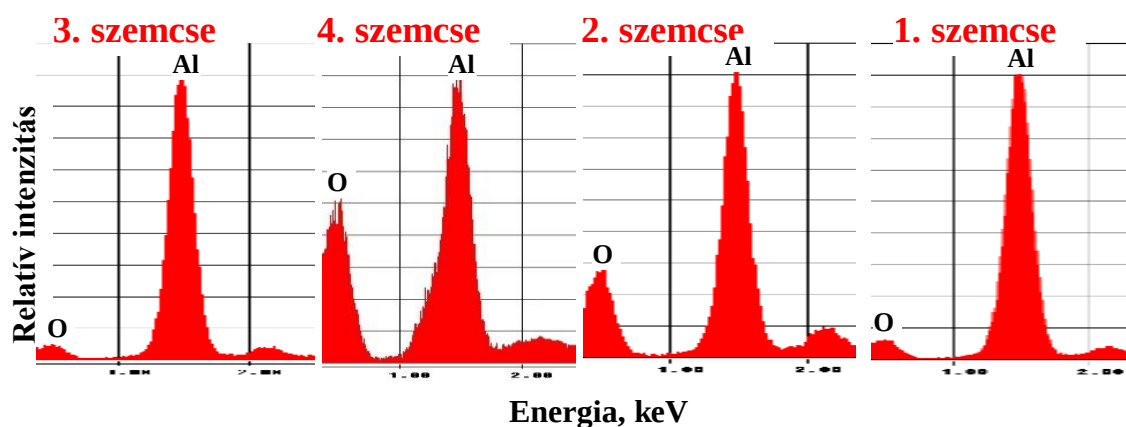
A magnéziummal gyengébben ötvözött (AlMg1Mn1) ötvözet gyártásánál kapott beolvasztási salakkal, só hozzáadása nélkül végzett 3. és 4. számú kísérletek esetében szintén alacsony, csupán 58 – 60 %-os teljes fémkihozatal volt kapható. Az 500 g salakból kb. 180 g tömb, az átlagos 75 g körüli durva szemcsés fém és átlagosan 190 g, 50 g fémtartalmú finom maradvány keletkezett. A határfelületen képződő spinel vegyületek mennyisége már gyengébb Mg ötvözésnél is elegendő lehet a fémcseppeket erősen elszigetelő rétegek kialakításához. Így viszonylag kis mennyiségben kerülhet a kiolvasztott fém a tömbös, valamint a durva szemcsés termékekbe. Az inert komplex oxidos burkoló fázis a $\sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ hőmérsékletű 6M NaOH lúg hatásának is képes ellenállni. Így viszonylag sok feltáratlan fémeket is magába zárhat a finom szemcsés maradvány, aminek az átlagos képét és jellemző alkotóit az 16-17 ábrák mutatják. A dörzsölő őrlés során a nagyobb szemcsékről leszakadt szabálytalanul gyűrt, de tiszta felületű fémes darabok is kerülnek az 1 mm-es szitán áthulló frakcióba. Ezek jól oldhatóak a kimutatásukra alkalmazott meleg 6M NaOH oldattal. A kisebb-nagyobb gömbölyű szemcsék magja is fémes, ezeket azonban a lúg csak akkor tudja oldani, ha a felületi réteg jellemzően nem a túlhevítéskor keletkező $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ vagy - az AlMg ötvözetek esetében - a MgAl_2O_4 spinel.

A néhány tized százalékos szilícium koncentráció alumínium jelenlétében alig mutatható ki az EDX röntgen spektrumon, hiszen a Si K- α csúcsa az Al fő csúcsának a nagyobb energiák felé eső oldalán - azzal szinte egybe esve - lenne található. A magnéziummal ellentétben, a szilíciumnak nem várható a szelektív oxidációja sem, így a felületen kialakuló oxidrétegben nem dúsul. Azonban kialakulhatnak alumínium-szilikátos fázisok is, ami réteges felületi leválásokat segíthet. Így olvasztás közben az oxidáció kinetikai feltételeit is erősítheti. A 16. ábrán látható legerősebben oxidált 4. jelű rész területét mutatja nagyobb felbontásban az 18. ábra képe. Itt az 1-2-3 jelölések sorrendjében egyre erősebben oxidált részek különböztethetők meg, jelezve a fémszemcsék felületén kialakuló réteg képződési folyamatát.

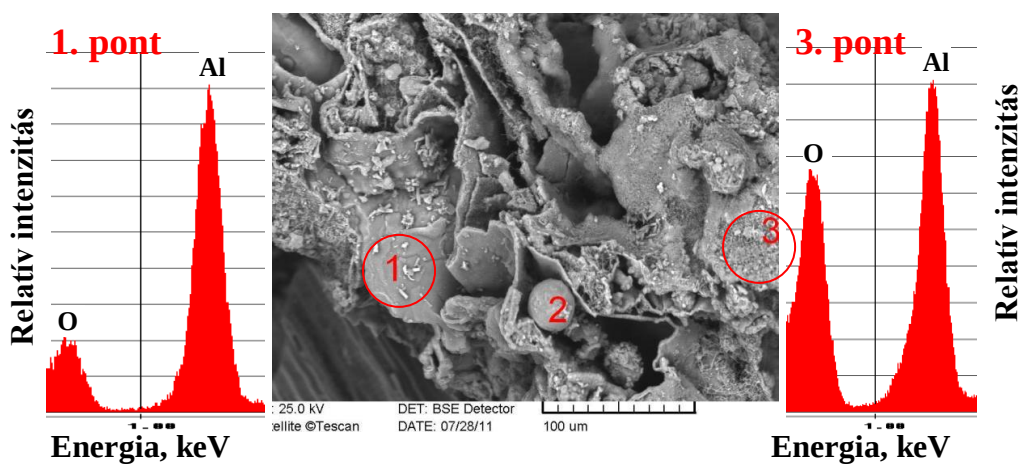
A röntgen diffrakciós analízis a magnéziummal csak gyengén, de szilíciummal is ötvözött betét feldolgozott salakjának finom frakciójában az Al, Al_2O_3 , és MgO mellett nagy mennyiségű spinel fázis létezését is igazolta. A 19. ábrán a legjobb egyezéseket mutató fázisokat tüntettük fel. Kevésbé meghatározó, de még szintén jól kimutatható az AlN és az Al_2SiO_5 alumínium-szilikát. Az 19 és 15 ábrák léptékhelyes összehasonlításával azonban megállapítható, hogy ebben az esetben nagyobb az Al és az Al_2O_3 alkotók aránya a spinel és a korund alkotókkal szemben. Ennek ellenére a kihozatali index nem jobb, ami a fentebb leírt felületi burkoltság jellegének a hasonlósága mellett az ebben a mintában jelentősebb mennyiségben előforduló alumínium-szilikát vegyület hatásának is betudható.



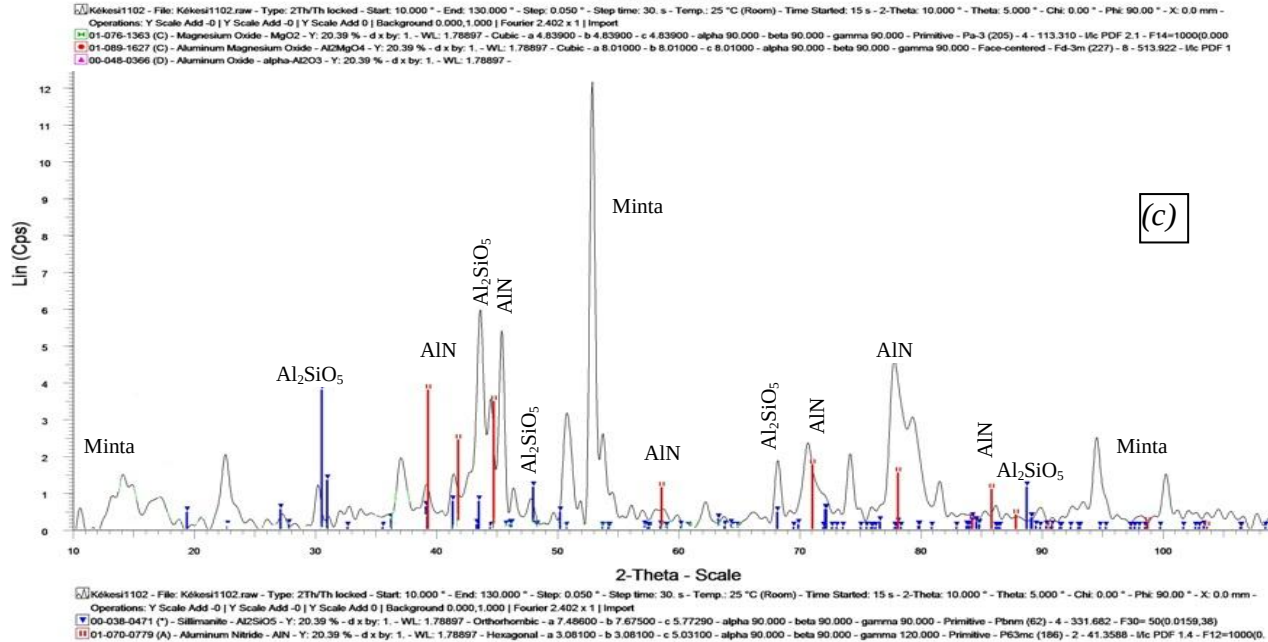
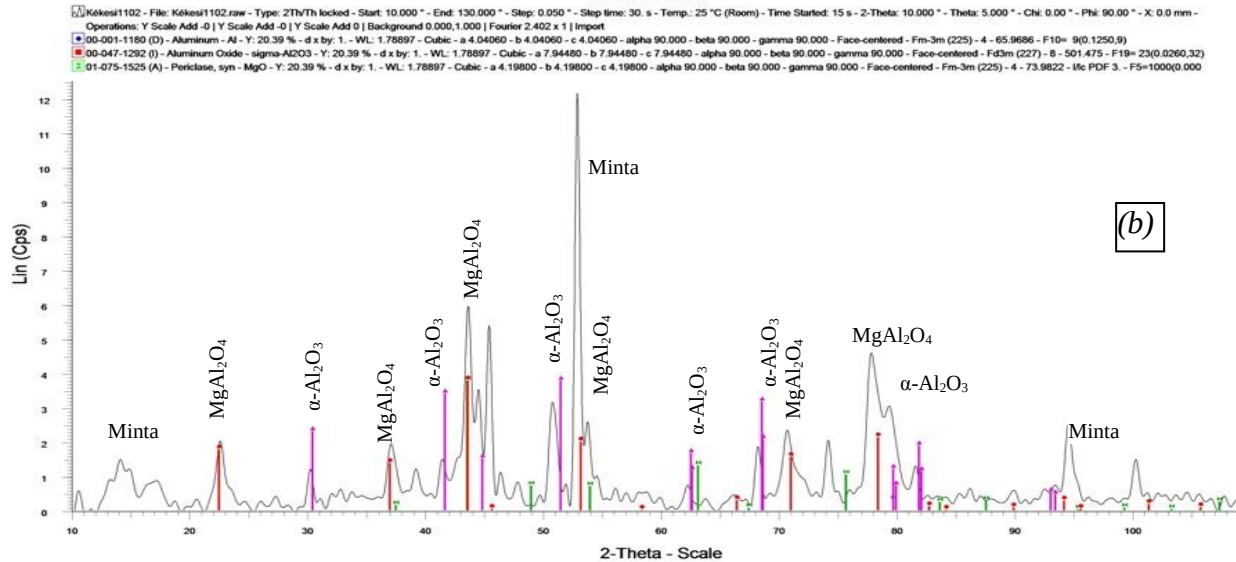
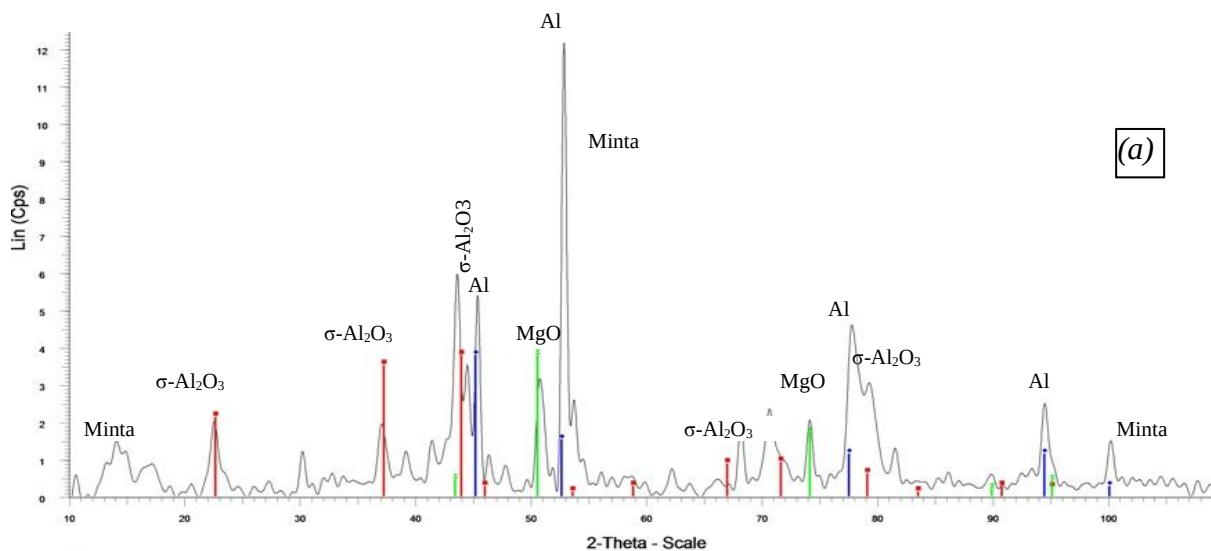
16. ábra A magnéziummal gyengén de szilíciummal is ötvözött betét salakjának kiolvasztási maradványa fizikai feltárásából kapott 1 mm alatti finom frakció jellemző szemcséi.



17. ábra Az előző ábrán látható szemcsék jelölt felületi pontjairól kapott EDX spektrumok.

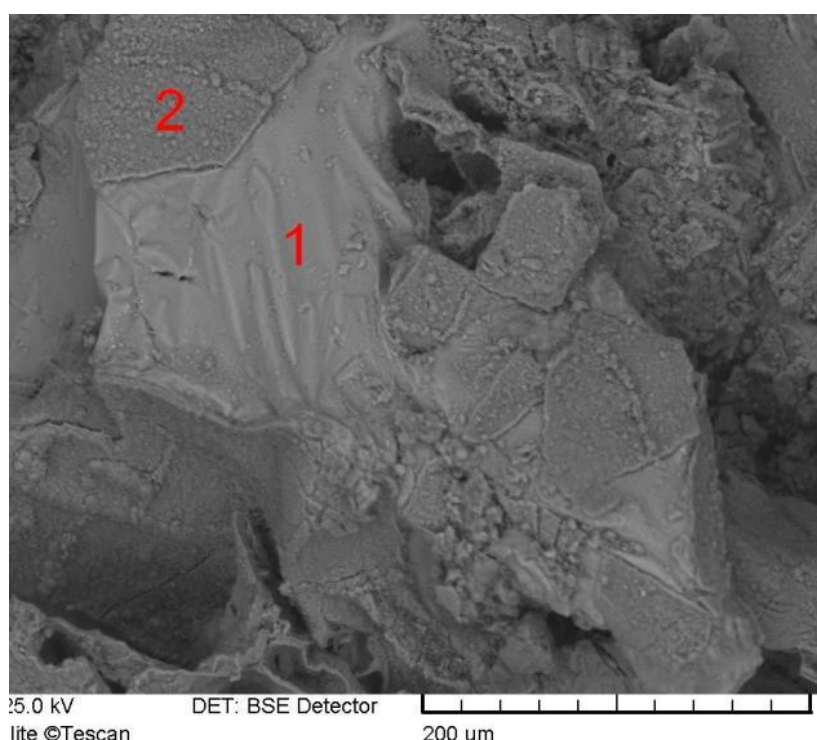


18. ábra A magnéziummal gyengén de szilíciummal is ötvözött betét salakjának kiolvasztási maradványa fizikai feltárásából kapott finom frakció erősebben oxidált szemcséje.



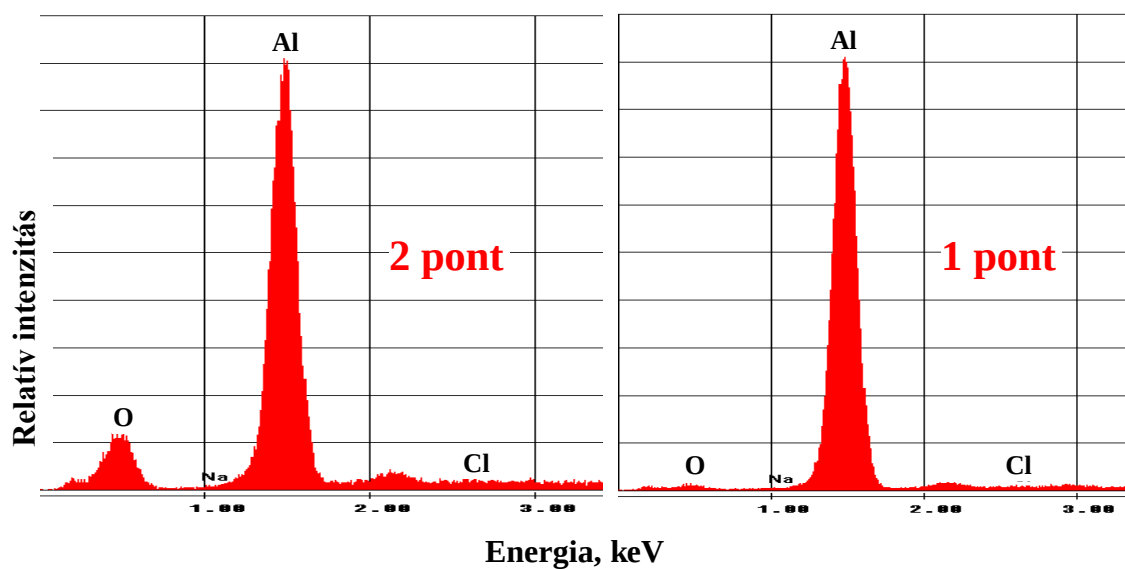
19. ábra A magnéziummal gyengén, de szilíciummal is ötvözött betét olvasztási salakjának újraolvasztásából kapott maradvány finom frakciójának röntgen diffrakciós spektruma.

Az Al99,5 típusú ötvözetlen alumínium gyártásakor az üzemi beolvasztásból származó salakok szintén még sóadalék nélküli 14-15 sorszámú kísérletekkel történt újraolvasztási kísérletei az ötvözött fém esetében kapottnál jelentősen nagyobb, közel 73 %-os összes fémkihozatalt eredményeztek átlagosan. A különbség a kinyert fém más mérettartomány szerinti eloszlásában is megmutatkozott. A tömbös tömeg - 500 g betétre vonatkoztatva ~ 235 g volt (a magnéziumos 148 g értékével szemben). Ugyanakkor az ötvözetlen anyag salakjából 85 g fém szabadult ki durva szemcsés állapotban a maradvány dörzsölő aprításakor, ami közel azonos a magnéziumos anyagok salakjaiból kapottal. Az őrölt maradvány ~160 g finom frakciójában 45 g fém volt kimutatható, míg ez az érték a magnéziumos anyag esetében ~250 g porból 75 g fémtartalom értékkel adódott. Tehát az ötvözetlen anyagból kapott salak esetében a só nélküli újraolvasztással kinyerhető fém jelentősen több, valamint annak a tömbös, illetve durva szemcsés fázisban megjelenő része is nagyobb. Ennek a salaknak a granulált, majd őrölt kiolvasztási maradványából kiszitált finom frakcióban található szemcsék felületét jellemző kép a 20. ábrán látható.



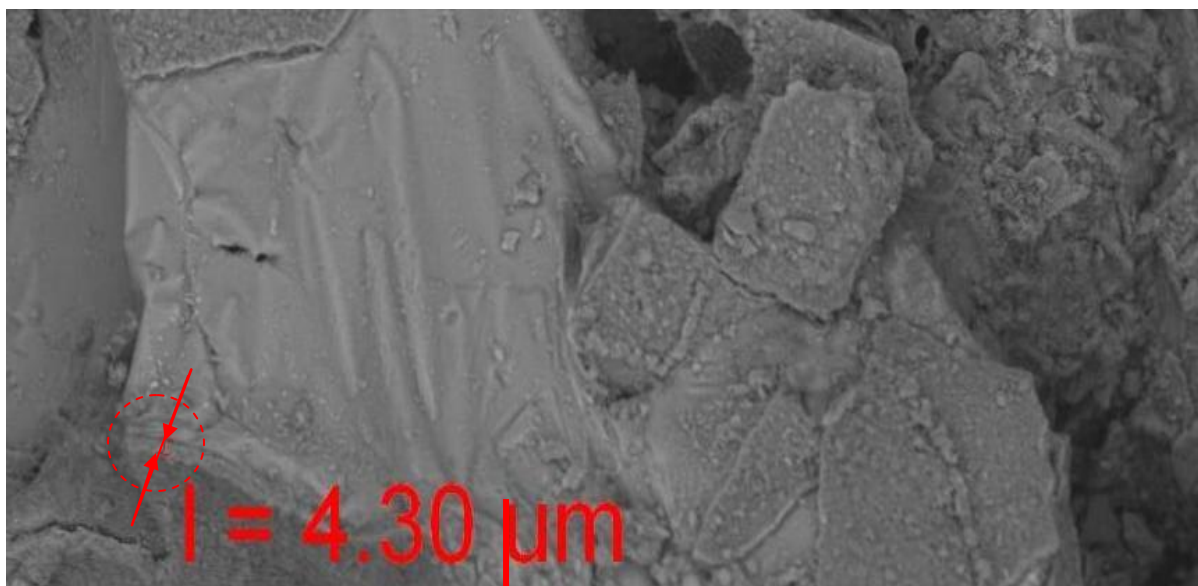
20. ábra Egy szemcse felületi képe az Al olvadék salakjának újraolvasztásából kapott maradvány finom frakciójából.

A 13 és 20. ábrák összehasonlításából kitűnik, hogy magnézium hiányában a feldolgozott salak finom frakciójának a szemcséit viszonylag vékony nemfémes réteg burkolja. A 20. ábrán jelölt pontok energiadiszperzív röntgen spektrumai az 21. ábrán láthatóak.



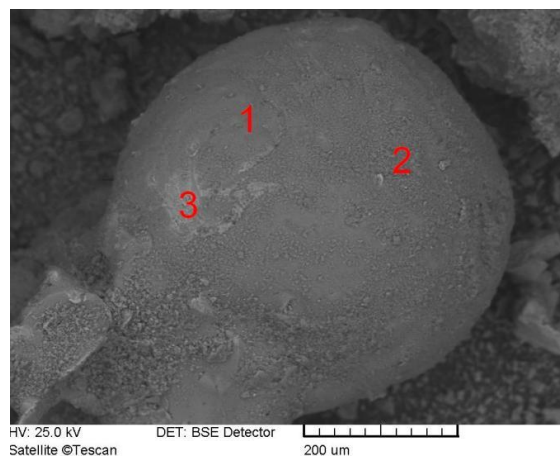
21. ábra EDX spektrumok az előző ábrán látható szemcse két jelölt pontján.

A 20. ábrán a 2 jelű pont környezete az alumínium-oxid réteggel fedett fémszemcse spektrumát adja. Jól látható az örléskor felszakadozott oxidhártya, amelynek a vastagsága a 22. ábrán bejelölt helyen kb. 4 - 5 μm .

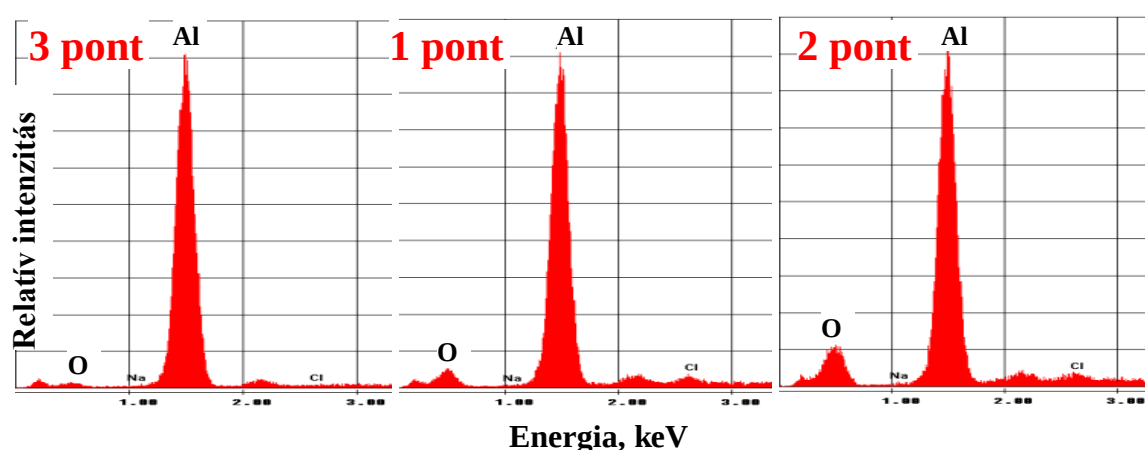


22. ábra Az ötvözetlen alumíniumon keletkezett oxidhártya jellemző képe és vastagsága.

Ugyanebben a mintában láthatóak mikro-méretű szabályos fémcseppek is, melyek felületén vékony alumínium-oxidréteg található. Ezt szemlélteti az 23. ábra képe, és az ezen jelölt pontokban felvett röntgen spektrumok szerinti összetételre az 24. ábra ad referenciát.



23. ábra Csepp az Al-olvadék salakja kiolvasztásából kapott maradvány finom frakciójában.



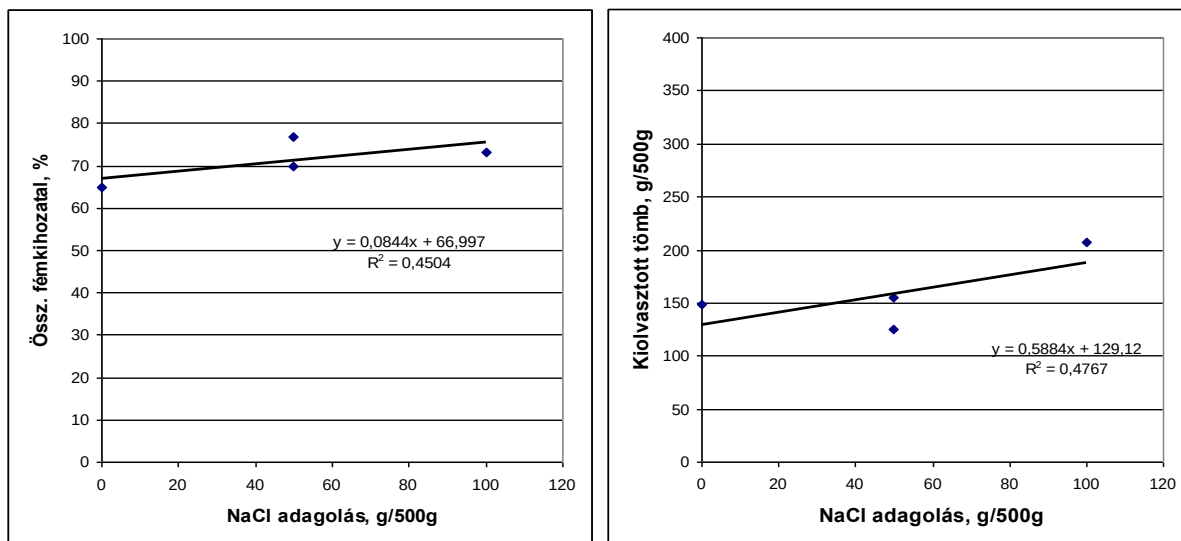
24. ábra EDX spektrumok az előző ábrán látható szemcse három jelölt pontján.

A 24. ábrán látható röntgenspektrumok oxigéncsúcsa jól mutatja a 21. ábrán vizuálisan is érzékelhető különböző oxidréteg vastagságokat. A 3. jelű pont szinte teljesen tiszta alumínium felületen van, míg a 2. pontban – összevetve a 20 és 19 ábrák számértékeivel – a kb. 4 µm vastagságú oxidréteg látható. Ez viszonylag könnyen feltörhető fedettséget jelez az ötvözetlen olvadékok salakjában található fémcseppek felszínén, ami a fémkinyerés szempontjából sokkal kedvezőbb, mint a magnéziummal ötvözött alumíniumok esetében tapasztalt szilárd spinel burkolat. A megfelelő spektrumokon látható oxigén és alumínium csúcsok relatív magasságait, valamint a 22 ábrán mutatott oxidréteg vastagságot összevetve, megállapítható, hogy a magnéziumos ötvözetekből származó salak kiolvasztásakor az őrlt maradvány finom fémszemcséit viszonylag vastag (10 µm nagyságrendű) oxidos réteg burkolja, ami akár többszöröse is lehet az ötvözetlen olvadékon keletkező salak fémszemcséit burkoló oxidréteg vastagságának. Az erről kapott EDX spektrumban az oxigéncsúcs intenzitása kb. 8-szorosa az ötvözetlen alumíniumból származó salakmintából kapotténak. Ez a magnézium nagy reakcióképességével, valamint a képződő spinel nagy stabilitásával hozható összefüggésbe. Ugyanakkor a fém felületéről mechanikus behatásra könnyen leváló tiszta Al_2O_3 rétegből képződő jelentős mennyiségű oxid-törmelék is látható a szemcsék környezetében.

4.2.2. Fémkihozatal különböző só adalékok alkalmazása mellett

Mivel a különböző összetételű alumínium-ötvözet betétek beolvasztásánál kapott salakok vizsgálata a fémszemcsék felületét bevonó oxidos réteg jelentőségét emelte ki, a továbbiakban az oxidáció és a felületi oxidréteg kialakulására hatást gyakorló sóadalékok hatását vizsgáltam a salakok laboratóriumi hevítésekor. Érdekes az egyszerű NaCl adalék mennyiségét változtatva, összefüggéseket keresni a teljes fémkihozattal, valamint a tömb formában leönthető fém fajlagos mennyiségével. Ez alapján meghatározható a salakok további kiolvasztási vizsgálatánál a legmegfelelőbb só mennyisége.

Az AlMg típusú ötvözött betét olvasztásából származó salak só nélküli olvasztásával (1-2 kísérletek) a kimutatott összes fémtartalom 64,8%. Ennek csak 45%-ka volt tömb formában leönthető, míg 31%-ka a maradvány mechanikai feldolgozásával kapott durva, 24%-a pedig a finom frakcióba került. A bevitt anyagok tömegére vonatkozó mérleg hiány 0,9%-a volt. Ugyanennek a nyersanyagmintának 500 g mennyiségéhez 100 g NaCl-t adva, a kihozatal kb. 10%-kal javult és 73 % fémtartalom is kimutathatóvá vált, miközben a mérleg hiány – a sót is számítva - kb. 9%-ra emelkedett. A mérleg hiány emelkedésében a kloridos só erős illékonyága mutatkozik meg. A 25. ábra 4. és 5. táblázatok 2-7. sorai alapján szerkesztett diagramjai egy magnéziumos üzemi betétből származó salak több részletének különböző NaCl adagolás mellett elért kihozatali jellemzőit szemléltetik.

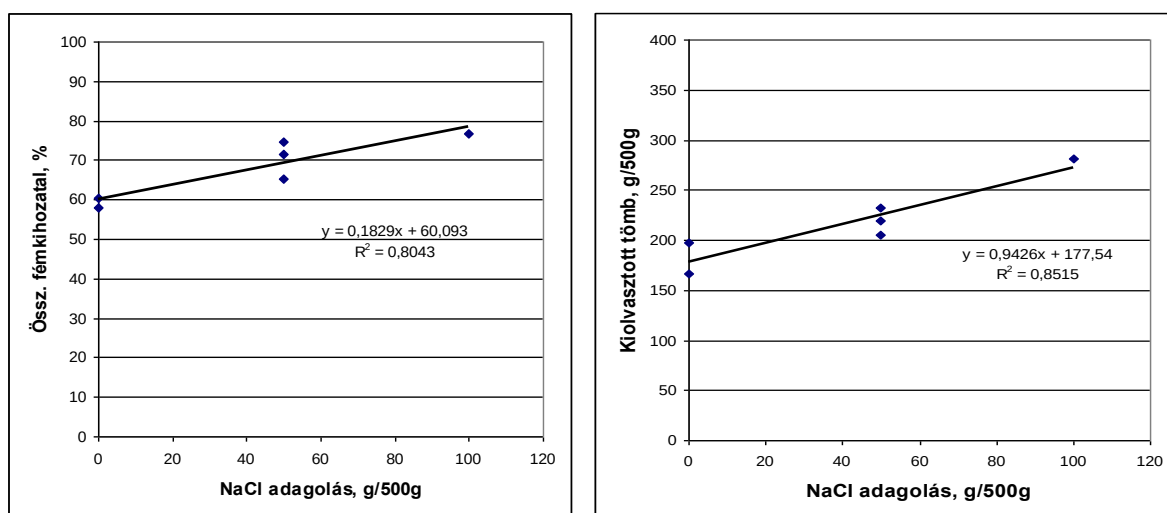


25. ábra AlMg3 alapanyag olvasztási salakja laboratóriumi újraolvasztásával kapott teljes fémkihozatali indexe, valamint a tömb formájában kiolvasztott fém mennyisége az adagolt NaCl mennyiség függvényében.

A sómentes olvasztás eredményéhez viszonyítva látható a fémkihozatal növekedése a növekvő NaCl adagolás mellett. A nyers salak 20% -át kitevő mennyiségig növelve a NaCl adagolás mértékét, a fémkihozatal kb. 10%-kal növekedett. Még ennél is erősebb hatás az

összefüggő tömb formájában leönthető fém tömegének a kb. 40 %-os növekedése. Az utóbbi összefüggés a salak hasznosítása esetén mindenképpen érdemes figyelembe venni.

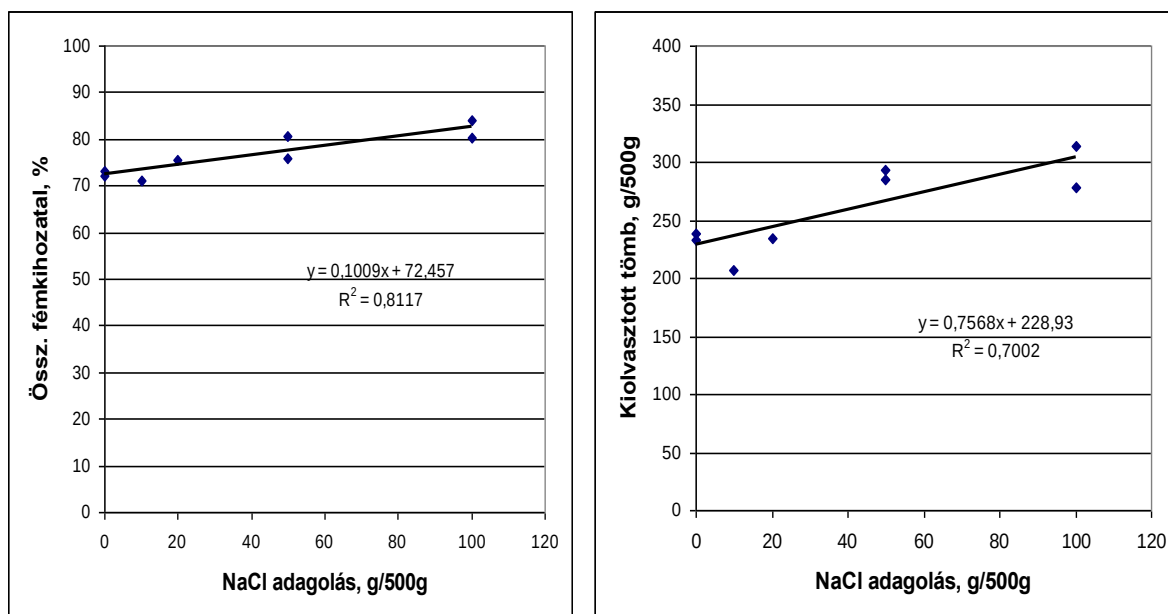
Az alacsonyabb (~ 0,7% korrigált beolvadási) magnéziumtartalmú, de szilíciummal is ötvözött betét olvasztásából származó salak esetében, a só mennyiségének a hatása a 4-5 táblázatok 30-35 számú sorai és a 26. ábra alapján ítéltető meg. Só adagolása nélkül csak kb. 60% volt a teljes fémkihozatal, az 500 g kiinduló salaktömeghez adott 100 g NaCl esetében ez 76% fölé emelkedett. Az 50 g NaCl esetében vizsgált három párhuzamos minta átlagosan 70% értékű teljes fémkihozattal adott, azonban viszonylag nagy volt a szórás ($\pm 5\%$).



26. ábra A kis Mg tartalmú betét olvasztási salakja laboratóriumi újraolvasztásával kapott teljes fém kihozatali indexe, valamint a tömb formájában kiolvasztott fém mennyisége az adagolt NaCl mennyiség függvényében.

Ebben az esetben is sokkal erősebb a tömb formában kiolvasztható fém mennyiségére gyakorolt hatás. A tömb tömegének átlagosan 100 g-os növekedése nem járt a durva szemcsés fém tömegének jelentős változásával, ugyanakkor a finom frakció tömege csökkent 50 g-mal.

A NaCl adagolást legrészletesebben egy ötvözetlen anyag beolvasztásából származó salakminták esetében vizsgáltam. A 4 - 5 táblázatok 56-63 sorai ugyanazon üzemi adagról származó salak 500 g mennyiségéhez adott 0, 10, 20 és 50 g NaCl-dal végzett kiolvasztási kísérletekre vonatkoznak. Ebből a salakból só nélkül is 72-73% összes fémkihozatal volt elérhető, amely 100g NaCl/500g salak adagolás esetén 80% fölé emelkedett. A só arányát növelve a tömbbe leönthető fémkihozatal ~235 g-ról ~300 g-ra emelkedett miközben a durva frakcióba került fém szemcsék mennyisége alig változott, de a finom frakció tömege átlagosan 40 g-mal csökkent. Ugyanakkor a finom frakció átlagos fémkoncentrációja is 28 %-ról 16%-ra esett. A NaCl adagolását több lépésben változtatva, a fémkihozatalra és a kiolvasztásnál kapott tömbös fém tömegére gyakorolt hatás már megfelelő korrelációval volt kimutatható, amit a 27. ábra szemléltet.



27. ábra Ötvözetlen alapanyag (Al99,5) olvasztási salakja laboratóriumi újraolvasztásával kapott összes fém kihozatali indexe, valamint a tömb formájában kiolvasztott fém mennyisége az adagolt NaCl mennyiség függvényében.

Meglepő, hogy a sóadagolás hatása az ötvözetlen anyag salakjának újraolvasztásánál kb. kétszeresen erősebben jelentkezik, mint a magnéziummal erősen ötvözött anyagok salakja esetében. Ez jelzi a kétféle salak oxidos alkotóinak eltérő jellemzőit. Noha az összes kinyerhető fémtartalom csak 5 – 10 %-kal nőtt a 0 – 20% NaCl adagolási aránynak megfelelő tartományban, a fém megoszlása a leöntött fémtömb és a maradvány között jelentősen változott. Ez a salak gyakorlati meleg feldolgozásra vonatkozóan jelentős következményekkel jár. Egyszerű NaCl adagolással a salakból tömbös formában kihozható fém mennyisége jelentősen növelhető és az örlésre kerülő maradvány tömege csökkenthető. Ugyanakkor a nagy mennyiségű NaCl jelentős párolgással sűrű ködöt képez a kemence körüli térben, ami veszteséget és kellemetlen körülményeket teremt. Ezért a salak fémtartalmának további vizsgálatainál egy optimális, 50 g só / 500g salak beadagolási mennyiségét alkalmaztam.

A NaCl hatékonyságát tapasztalva, megvizsgáltam az üzemen is használt általános olvadékkezelő só és a salak-tapadványok eltávolításánál használt kemencetisztító só hatását is a kiolvasztási jellemzőkre. A 7. táblázat foglalja össze a különböző típusú adalék sókkal, de mindig azonos üzemi betétből származó salakok kiolvasztási jellemzőit. Az összehasonlító kísérleteket két különböző, de azonos típusú (AlMg3) üzemi adagból származó magnéziumos alumíniumötvözetre és egy magnéziummal nem ötvözött (Al99,5) alumíniumra végeztem el. A kemencetisztító só csak az egyik magnéziumos ötvözet gyártásából származó salakok esetében alkalmaztam az összehasonlításban. A NaCl és a szokásos olvadékkezelő só a táblázatban szereplő mindegyik salak esetében szerepel.

7. táblázat A különböző só adalékok hatása az adott betétekből származó salakok kiolvasztásos feldolgozási jellemzőire.

Ötvözettypus	AlMg3					Al99,5	
Üzemi adag	1		2			3	
Kísérleti azonosító szám	39,40	41,42	25,29, 43,44	26,30	27,28	37,38	35,36
Salak (betét) tömeg, g	500	500	500	500	500	500	500
Só tömeg, g	50	50	50	50	50	50	50
Só adalék típusa	NaCl	olv. kezelő	NaCl	olv. kezelő	Kem. tisztító	NaCl	olv. kezelő
Össz. fémkihozatal, %	70	64	71	73	61	76	77
Tömb tömeg, g	229	172	216	167	209	278	198
Durvaszemcsés fém, g	58	92	103	161	88	66	144
Tömb + Durva, g	286	264	318	328	297	344	342
Tömb+Durva kih., %	57	53	64	66	59	69	68
Finom frakció, g	251	307	205	219	299	188	234
Finom frakc. fémtart. g	65	64	36	39	9	37	42
Teljes anyagmérleg, g	-12	21	-27	-4	46	-18	25

A kihozatalok jellemzően a 60 – 70 % tartományba esnek. Feltűnő, hogy minden esetben a NaCl adagolásával jelentősen nagyobb tömegű alumíniumot lehetett tömb alakban kinyerni a salakokból, mint a szokásos üzemi olvadékkezelő só alkalmazásával. Az utóbbi esetén inkább a durva szemcsés alakban volt több alumínium kinyerhető a salakból és a maradvány finom frakciója is nagyobb tömegű, valamint magasabb fémtartalmú is volt. Természetesen a kiolvasztás során alkalmazott mechanikai kezelés nehezen reprodukálható erősségétől és a kezelt salakmaradvány tetején kapott olvadék összegyűjtésétől nagymértékben függ a kinyert fém tömb és durva granulált szemcsés alakja közötti megoszlása. Ez szubjektív hibával is terhelt tényező. A maximális gyakorlati fémkihozatalként azonban a tömb és a durvaszemcsés granulált fém mennyiségek összege jó közelítéssel fogadható el.

A kemencetisztító só hatása szintén meglepő eredményre vezetett. Az összehasonlított adagok esetében ez adta a legalacsonyabb összes fémkihozatalt és a finom frakció tömege nagy különbséggel a legnagyobbnak adódott. Továbbá a kemencetisztító só alkalmazásakor erős túlhevülést tapasztaltunk a kiolvasztási művelet során. Mindez arra utal, hogy a kemencetisztító só –a fluorid-tartalma miatt – valóban elősegíti a finom fémcseppek felületéről a vékony oxidhártya eltávolítását. Ez azonban a levegővel érintkező anyagban egy öngerjesztő, erősen exoterm oxidációt tesz lehetővé. A finom fémcseppek nagy felülete növeli a heterogén oxidációs folyamat intenzitását és az anyag több száz fokok túlhevülése szemmel láthatóan bekövetkezik. A cseppek egyesülését segítő felületi hatás miatt nő a tömbként leöntött fémtömeg, de a finom cseppek nagy része közben oxiddá alakul és ezért ugyanakkor nő a finom frakció tömege is. A hidrogénfejlesztéses analitika igazolja a fenti mechanizmust, hiszen a tisztító sóval kapott viszonylag nagy tömegű finom frakcióban igen alacsony fémes alumíniumtartalom volt mérhető.

4.3. Az üzemi gyakorlatban alkalmazott olvasztási sók vizsgálata

Külön megvizsgáltam az olvadékezelő só és a kemencetisztító só 1 órás 900 °C hőmérsékleten végzett hevítésekor fellépő tömegváltozásokat. A kapott eredményeket és a megdermedt sók képeit a 8. táblázat, illetve a 28. ábra szemlélteti.

8. táblázat A kezelősó és tisztítósó olvasztási próbájának anyagmérlege (900 °C, 1h)

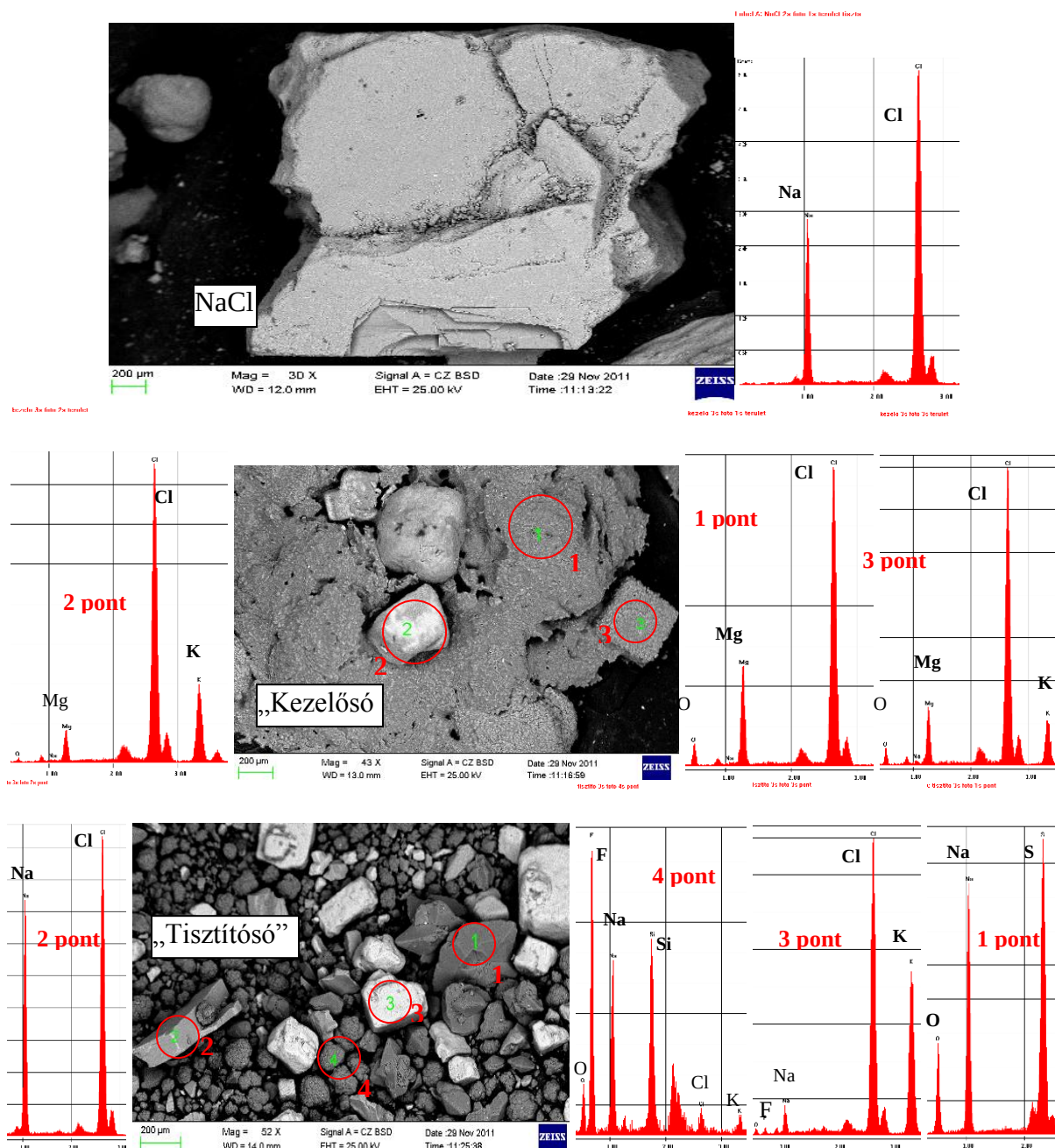
Anyagok	„Kezelősó”	„Tisztítósó”
Bemérés, g	37,03	39,7
Maradék, g	20,04	34,92
Különbség, %	-46	-12



28. ábra A kezelősó és a tisztítósó olvasztása után kapott megszilárdult minták képe.

A tégely falán nagyobb mennyiségű illanásból lerakódott kristály látható a kemencetisztító só olvadéka felett, ami az illanó alkotók nagyobb hőmérsékleten történő kondenzációjára utal. Az olvadékezelő só jóval nagyobb mértékű tömegvesztést szenvedett az olvasztás alatt és az illanó alkotókból nem jelentkezett kondenzáció a tégely falán. Az olvadékezelő só hatékonyságát tehát alapvetően befolyásolja az olvasztási hőmérséklet és a hőtartás ideje. Valószínűleg ezt a sókeveréket csak az öntési hőmérsékletet nem sokkal meghaladó tartományban való alkalmazásra tervezték. A NaCl ehhez hasonlóan viselkedik, noha kisebb illanási veszteséget szenved. Az alkalmazott sóadalékok nyers összetételét a 27. ábra elektronmikroszkópos képei és röntgen spektrumai jellemzik. A NaCl a kereskedelembe kapható legolcsóbb, tiszta és adalékmentes konyhasó volt.

Az olvadékezelő só és a kemencetisztító só fő alkotói a 29. ábra jellemző területi eloszlásai és a vonatkozó röntgen spektrumok alapján ítéltetők meg. Ebből megállapítható, hogy a kezelősó egy finoman őrölt, tiszta – enyhén oxidálódott – $MgCl_2$ és nagyobb szemcséjű KCl keveréke. A területi arányok alapján a $MgCl_2$ mutatkozik az alapalkotónak. A nátrium-klorid csak szennyezőként, nyomokban fordul elő.



29. ábra A kísérleteknél alkalmazott adalék sók elektronmikroszkópos képei.

A kemencefalazat tapadványainak az eltávolítására alkalmas tisztító egészen más összetételt mutatott. A 27. ábra képen látható négy különböző só keverékéből áll. A szemcseszerkezete a 10 – 200 μm tartományba esik. Ezen belül kb. 200 μm méretűek a két kloridos fő alkotó, a NaCl és a KCl szemcséi. A harmadik fő alkotó a Na_2SO_4 . Ennek a sóelegy folyósításában lehet szerepe. A SEM felvétel alapján igen jelentősnek mondható a negyedik fő komponens, a fluoridos adalék mennyisége is. Ez valószínűleg Na_2SiF_6 , nátrium-hexa-fluoro-szilikát. Ennek a komponensnek a legkisebb a szemcsemérete és kevésbé szögletes, mikro-szemcsékből agglomerálódott porózus golyók formájában jelenik meg.

4.4. A vizsgált salakok fémtartalmának összegzése

Az általában alkalmazott 50 g NaCl/500g salak arányban adalékolt kezelések eredményeit érdemes az összes vizsgált adagra, valamint a nagy magnéziumtartalmú és az ötvözetlen alumínium anyagok olvasztási salakjaira is csoportonként átlagolni. Ennek az eredményeit adja meg a 10. táblázat.

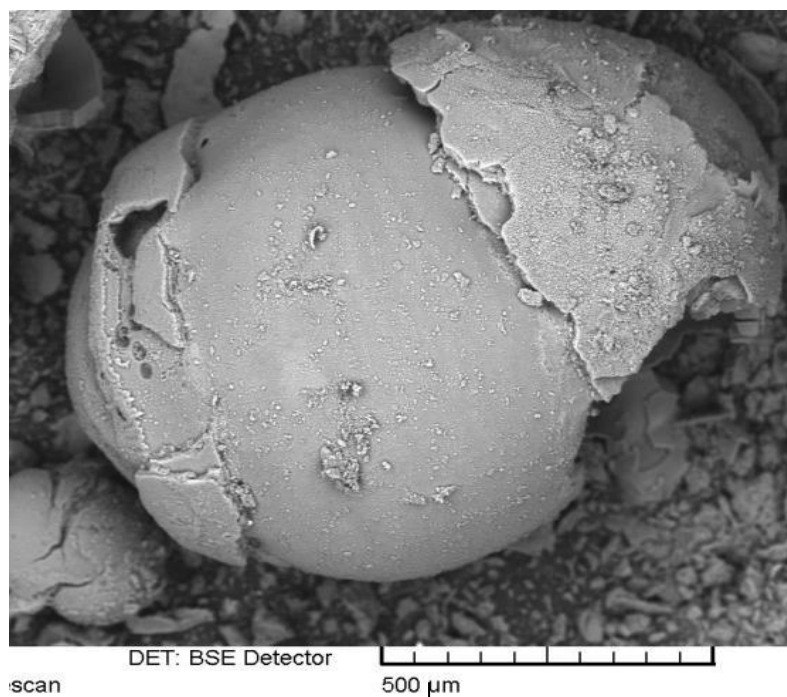
10. táblázat A csak NaCl adalékkal vizsgált fémkihozatalok a különböző típusú üzemi betétekről származó salakok eseteiben

	Tömb-fém	Durva-fém	Finom-fém	Össz-fém	Finom
Összes adagra					
Kihozatal, %	51,3	15,2	8,2	74,8	39,1
Szórás, %	13,9	8,8	2,4	7,6	11,3
AlMg3 adagokra					
Kihozatal, %	42,0	20,2	9,5	71,7	43,6
Szórás, %	9,2	11,9	2,9	5,8	8,2
Al99,5 adagokra					
Kihozatal, %	57,9	13,1	7,4	78,4	34,8
Szórás, %	14,8	7,1	2,2	7,3	11,8

Az olvasztási salakok kinyert fémtartalma a kísérletek alapján viszonylag nagy szórást mutatott. Ez alapvetően az olvasztás konkrét körülményeitől, a beadott hulladék mennyiségétől és minőségétől, az olvasztás idejétől és az elért hőmérséklettől, valamint a salakolás végrehajtási módjától is függ. A nagy számú vizsgált minta alapján azonban az átlagos értékek megfelelő pontossággal jelzik, hogy meleg feldolgozással átlagosan 60 – 70 % fém nyerhető ki tömb, illetve nagyszemcsés, könnyen szeparálható formában. Ez a fémtömeg a termelés volumenétől függően nagy értéket képvisel. Minden olvasztóműnek elemi érdeke a saját salakjait a legkedvezőbb módon hasznosítani. Az üzem területén megvalósítható közvetlen meleg feldolgozás előnye az azonnal visszanyert és ellenőrzött minőségű fém.

Ugyanakkor, a nagyobb olvasztóműveknél alkalmazott meleg feldolgozásból visszamaradó finom frakció feltáratlan fémtartalma eddig nem képezte az érdeklődés és általában a hasznosítás tárgyát. Ezzel az általában deponálásra kerülő végmaradvánnyal egy további kutatás keretében érdemes lehet foglalkozni. A finom frakció oxidburokba rejtett fémszemcséit különleges fizikai módszerekkel nagyobb mértékben szabaddá lehet tenni. A felületükön oxidálódott finom fémszemcsék mechanikai feltárásának a lehetőségét mutatja a 30. ábra SEM felvétele. Mozsárban végzett dörzsölés hatására is leválik a felületről a nem túl ellenálló Al_2O_3 burkolat, ami a kis magnéziumtartalmú betétanyagok olvasztásánál keletkező salakot is jellemezheti. Nagyobb magnéziumtartalom esetén spineles, valamint a jellemző felületi túlhevüléssel $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ –ban is dúsabb ellenállóbb burkok jöhetnek létre. Azonban egy

modern malmos fizikai előkészítés elősegítheti az ilyen apró fémszemcsék feltárását is, illetve megfelelő feldolgozási technológia esetén a kinyerését is.



30. ábra A kis magnéziumtartalmú betétanyag salakjának feldolgozásakor kapott finom frakció egy oxidált alumíniumszemcséjének fizikai feltáródása.

A finom szemcsék - megfelelő fizikai feltárás után – jó alapanyagot jelenthetnek egy újszerű hidrometallurgiai alumínium- illetve alumíniumvegyület-kinyerő eljárás kifejlesztéséhez. Erre vonatkozó kísérletekről már található információ a szakirodalomban [17], de a komplex feldolgozásig, a megfelelő minőségű termékek jó hatásfokú előállításáig még nem jutott el a fejlesztés. Újszerű megközelítésekkel, hatékony oldószerekkel és jó hatásfokú oldattisztító, elválasztó technikákkal akár különleges minőségű alumínium-vegyület [18], illetve fém termékek is előállíthatóak lennének. Így az alumíniumsalak feldolgozás hagyományos, de a salakok természete és reakcióinak ismerete alapján hatékonyságában fokozott eljárásai kiegészíthetők lennének akár egy komplex hasznosítást biztosító újszerű technológiákkal is.

5. Összefoglalás

Az alumíniumolvasztás során fellépő salakképződési folyamatok értékelésére előbb megvizsgáltam az alumínium és az ötvözőelemek oxidációját megszabó termodinamikai lehetőségeket és a keletkező oxidokból, valamint az elragadott fémből álló salak képződési mechanizmusát. Az erősen negatív szabadentalpia-változással jelzett nagy reakcióképesség, valamint a szokásos ipari lángkemencékben fennálló kinetikai viszonyok mellett az

alumínium és a reakcióképes ötvözők oxidációja a betét fajlagos felületi jellemzőitől és kémiai összetételétől, valamint a kemence üzemeltetésétől függő mértékben lép fel. A fémvesztésben az olvasztáskor képződő felzék-salaknak van a legnagyobb szerepe. A felületi oxidréteg nemcsak közvetlen anyagvesztést jelent, hanem gátolja az anyag belseje felé irányuló hőátadást is. A kialakuló felületi túlhevülés miatt fokozódó oxidáció gátolja a vékony, laza szerkezetű hulladékok olvasztását, valamint a megolvadó cseppek egyesülését.

A nagy mennyiségben jelen lévő magnézium szelektív oxidációja okozhatja még a salak tömegének a növekedését. A képződő spinel (MgAl_2O_4) vegyület az oxidképződést termodinamikai és kinetikai okokból is elősegíti. A rögzös felzékben tapadó olvadék oxidációja jelentősen felgyorsulhat. Az eltávolított salak sok bezáródó fémolvadékot ragad magával. Ami a szabad levegővel érintkezve, a salaküst hőkoncentráció hatása mellett erőteljes utó-oxidációt is szenvedhet.

Laboratóriumi kísérletekkel megállapítottam a magnéziummal különböző mértékben ötvözött adagokból származó salakok termikus-mechanikus kezeléssel kinyerhető fémtartalmát. A salakok meleg feldolgozhatósága szempontjából a gyakorlat számára is fontos jellemző a tömbös formában leönthető fémtartalom, amit 1 órás 900°C -on végzett olvasztás után speciális szerszámokkal végzett mechanikus behatással igyekeztem a maximális értékig fokozni. Ez az érték jóval kisebb volt az AlMg_3 adagok salakja esetében, mint a tiszta alumínium olvasztásánál kapott salaknál. A maradvány fémtartalmát dörzsölő őrlés és osztályozás után két részletben lehetett meghatározni. A durva fémes szemcsék tömege közvetlenül mérhető volt, míg az 1 mm alatti frakció fémtartalmát hidrogén fejlesztésen alapuló lúgos kioldási módszerrel határoztam meg.

A só adagolás nélkül végzett kiolvasztási és a további feldolgozási műveletekkel kapott finom frakció SEM-EDX és XRD mikroanalitikai vizsgálata alapján megállapítottam a salakképződés jellemzőit a különböző ötvözetkategóriák esetében. Megállapítottam a magnézium jelenlétében kialakuló spinel fázis szerepét a megnevekedő fémvesztésben. A sóadalékolás mellett kapott tömegek alapján igazoltam az egyszerű NaCl hatékonyságát az olvasztás adalékaként, de minősítettem az üzemben használható olvadékkezelő, illetve kemencetisztító sók használhatóságát is. Az eredmények megmutatták, hogy a kis magnéziumtartalmú adagokról származó salakokból 70% fémtartalom is kinyerhető, miközben az összes kimutatott fémtartalom megközelíti a 80%-ot. A magnéziummal erősebben, illetve gyengébben ötvözött betétekről származó salakok esetében egyaránt kb. 5-10%-kal kevesebb fémet lehet kinyerni ezzel a módszerrel. A feldolgozási maradvány finom porfrakciója a magnéziumos adagok esetében jelentősen nagyobb tömegű volt. Az eredmények alapján felvetődik a meleg salakfeldolgozás továbbfejlesztethetősége, illetve egy újfajta módszer lehetősége a feldolgozási technológiákban keletkező finomszemcsés, kis fémtartalmú frakció hasznosítására.

6. Köszönetnyilvánítás

Köszönetemet fejezem ki témavezetőmnek, Dr. Kékesi Tamás egyetemi tanárnak, aki időt, energiát nem kímélve segítette a haladásomat a dolgozat elkészítésében. A kísérletek tervezésében, irányításában és a kapott eredmények színvonalas feldolgozásában fáradtságot nem ismerve dolgoztunk együtt. Lelkesedésével, munka- és szakmaszeretetével inspirált a kutatómunka végzésében.

Köszönettel tartozom a Metallurgiai és Öntészeti Intézetnek, ahol korszerű technikai feltételeket biztosító Hidro-Piro és Elektrometallurgiai Laboratóriumban elvégezhettem a dolgozathoz szükséges olvasztási kísérleteket valamint a salakminták további feldolgozását, valamint az intézet GD-OES spektrometriai lehetőségét igénybe vehettem.

Megköszönöm Kovács Árpád, mérnöktanár elektronmikroszkópiás-röntgen mikroszondás vizsgálatok terén nyújtott értékes közreműködését. .

Köszönöm Sólyom Jenő tudományos munkatársnak a röntgendiffrakciós vizsgálatok elvégzésében és a mérések eredményeinek értelmezésében adott nagy értékű segítségét.

A munka a TÁMOP-4.2.2/B-10/1-2010-0008 "A Miskolci Egyetemen működő tudományos képzési műhelyek összehangolt minőségi fejlesztése", valamint a TÁMOP 4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 program keretei, továbbá az Alcoa-Köfém Kft szakmai támogatása alapján valósult meg.

7. Felhasznált irodalom:

1. Jancok, J.: Aluminium Dross in the SLOVALCO's Casthouse, Conference on Aluminium Technology, Bratislava, 2008.
2. Escherle, A.: Application of pyrolysis in aluminium recycling, Travaux, 9th Int. Congress of ICSOBA, Vienna, Austria, 29 May – 1 June, 2002, 220-233.
3. Gripenberg, H., Johansson, A.: Low-temperature oxyfuel combustion technology for aluminium melting, Proc. EMC2007, June 11-14, 2007, Düsseldorf, Germany, 1295-1303; Mifchielsen, J.: New Generation of integrated ingot and scrap melting furnaces for aluminium extrusion and rolling mill plants. Proc. EMC2007, June 11-14, 2007, Düsseldorf, Germany, 1333-1345.
4. Anderson, R.J.: The Metallurgy of Aluminium and Aluminium Alloys, Henry Carey Baird & Co.Inc., New York, 1924
5. http://www.engineeringtoolbox.com/fusion-heat-metals-d_1266.html

6. Krone, K.: Aluminium Recycling, VDS, Düsseldorf, 2000
7. Gilchrist, J.D.: Extraction Metallurgy, Elsevier; 2Rev Ed., 1979.
8. Thiele, W.: Die Oxidation von Aluminium- und Aluminiumlegierungsschmelzen. Aluminium 38 (1962) 11, 780-786.
9. Roy, R., Sahai, Y.: The Role of Salt Flux in Recycling of Aluminium, Light Metals 1998, ed. Welch, B.J., TMS Warrendale, 1998, 1237-1243
10. Beljajev, A.I., Semcsusina, E., A., Firszanova, L., A.: Physikalische Chemie geschmolzene Salze, VEB-Verlag der Grundstoffindustrie, Leipzig, 1964
11. Sahai, Y., Ye, J., Ireland, D.T.: A Novel method to avoid the deleterious Effects of Sulfates in Industrial Salts on Aluminium Scrap Recycling Processes, Light Metals 1998 (ed. Welch, B.J.) TMS Warrendale 1998, 1233-1236
12. Silny, A. Utigard, T.A.: Interfacial tension between Aluminium, Aluminium based Alloys and Chloride-Fluoride Melts, Light Metals 1997 (ed. Huglen, R.) TMS, Warrendale, 1997, 871-878
13. Garcia.Cordovilla, C., Louis, E., Pamies, A.: The surface tension of liquid aluminium and aluminium-magnesium alloy, J. Materials Sci. 21 (1986) 2787-2792
14. Ho, F.K., Sahai, Y.: Interfacial Phenomena in Molten Aluminium and Salt System. 2nd. Int. Symp. Recycling of metals and Engineered Materials, eds. Van Linden, J.H.L., Stewart, D.L., Sahai, Y.: TMS, Warrendale, 1990, 85-103
15. Schmitz, Ch.: Handbook of Aluminium Recycling, Vulkan-Verlag GmbH, Essen, 2006
16. Tenorio, J.A.S., Espinoza, D.C.R.: Effect of salt/oxide interaction on the process of aluminium recycling, J. Light Metals, 2 (2002) 89-93
17. Miskufova, A., Petranikova, M., Kovacs, M, Briancin, J., Havlik, T., Orac, D.: Leaching of aluminium dross in alkaline solution, Proc. EMC, 2009, 28 June – 01 July, Innsbruck, Austria, Vol. 4, 1339-1350.
18. Miskufova, A., Havlik, T., Petranikova, M., Dorakova, A., Koralova, K, Briancin, J.: preparation and application of alumina adsorbent from waste, Kammel's Quo Vadis Hydrometallurgy 6, 04-07 June 2012, Herlany, Slovakia, 129-137.