

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 81420104.2

(51) Int. Cl.³: **C 25 C 3/20**
C 25 C 3/14

(22) Date de dépôt: 15.07.81

(30) Priorité: 23.07.80 FR 8016406

(43) Date de publication de la demande:
27.01.82 Bulletin 82/4

(84) Etats contractants désignés:
AT CH DE LI NL SE

(71) Demandeur: **ALUMINIUM PECHINEY**
28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cedex 3(FR)

(72) Inventeur: **Bonny, Paul**
197, rue Ste Claire Deville
F-73300 St Jean de Maurienne(FR)

(72) Inventeur: **Gerphagnon, Jean-Louis**
Clos Minoret - Rue Bourieux
F-73300 St Jean De Maurienne(FR)

(72) Inventeur: **Homsí, Pierre**
4, Marathon Avenue
Darling Point Sydney N.S.W. 2027(AU)

(72) Inventeur: **Keinborg, Maurice**
"L'Echaillon"
F-73300 St Jean de Maurienne(FR)

(72) Inventeur: **Laboure, Gérard**
14, chemin de Florimont
F-73200 Albertville(FR)

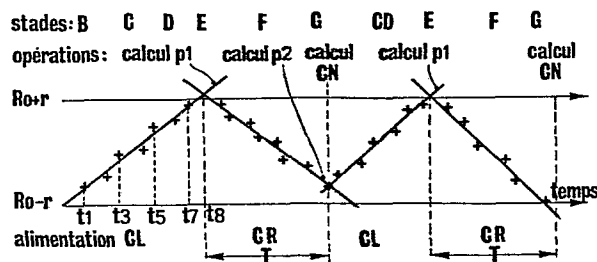
(72) Inventeur: **Langon, Bernard**
"L'Echaillon"
F-73300 St Jean de Maurienne(FR)

(74) Mandataire: **Pascaud, Claude et al,**
PECHINEY UGINE KUHLMANN 28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cedex 3(FR)

(54) **Procédé et appareillage pour réguler de façon précise la cadence d'introduction et la teneur en alumine d'une cuve d'électrolyse ignée, et application à la production d'aluminium.**

(57) L'invention concerne un procédé et un appareillage pour la régulation précise de la cadence d'introduction et de la teneur en alumine d'une cuve destinée à la production d'aluminium par électrolyse d'alumine dissoute dans un bain à base de cryolithe, dont la partie supérieure forme une croûte figée, et dont la teneur en alumine doit être maintenue dans un intervalle étroit, choisi entre 1 % et 3,5 %, procédé selon lequel on introduit l'alumine directement dans le bain de cryolithe fondue par au moins un orifice maintenu ouvert dans la croûte figée et on module la cadence d'introduction de l'alumine en fonction des variations de la résistance interne de la cuve pendant des intervalles de temps prédéterminés, en alternant des cycles d'introduction d'alumine à cadence plus lente et à cadence plus rapide que la cadence correspondant à la consommation normale de la cuve.

FIG. 2



PROCEDE ET APPAREILLAGE POUR REGULER DE FACON
PRECISE LA CADENCE D'INTRODUCTION ET LA TENEUR EN ALUMINE
D'UNE CUVE D'ELECTROLYSE IGNEE, ET APPLICATION A LA PRODUCTION D'ALUMINIUM

La présente invention concerne un procédé et un appareillage pour réguler, de façon précise, la cadence d'introduction et la teneur en alumine d'une cuve d'électrolyse ignée, et leur application à la production d'aluminium selon le procédé Hall-Héroult.

5

Au cours des dernières années, on a progressivement automatisé le fonctionnement des cuves de production d'aluminium, tant pour en améliorer le bilan énergétique et la régularité de marche, que pour limiter les interventions humaines et améliorer le rendement de cap-
10 tage des effluents fluorés.

15

Un des facteurs essentiels, pour assurer la régularité de marche d'une cuve de production d'aluminium par électrolyse d'alumine dissoute dans la cryolithe fondue, est la cadence d'introduction de l'alumine dans le bain. Un défaut d'alumine provoque l'apparition de "l'effet
anodique", ou "emballage" qui se traduit par une augmentation
brutale de la tension aux bornes de la cuve, qui peut passer de 4
à 30 ou 40 volts, et qui se répercute sur l'ensemble de la série.

20

Un excès d'alumine crée un risque de salissure du fond de la cuve par des dépôts d'alumine pouvant se transformer en plaques dures isolant électriquement une partie de la cathode. Ceci induit dans le métal des cuves la création de courants horizontaux très forts qui, par interaction avec les champs magnétiques brassent la nappe
25 de métal et provoquent une instabilité de l'interface bain-métal.

30

Ce défaut est particulièrement gênant lorsqu'on cherche à abaisser la température de fonctionnement de la cuve - ce qui est très favorable au rendement Faraday - en adoptant des bains très "acides"
(à teneur élevée en AlF_3) ou comportant des additifs divers, tels que des chlorures, des sels de lithium ou de magnésium. Mais, ces
bains ont une capacité et une vitesse de dissolution de l'alumine sensiblement réduites, et leur utilisation implique que l'on régule
de façon très précise la teneur en alumine, à des concentrations
35 relativement basses et entre deux limites extrêmes relativement proches.

Bien qu'il soit possible de mesurer directement la teneur en alumine des bains par analyse d'échantillons d'électrolyte, on a choisi, depuis de nombreuses années, de procéder à une évaluation indirecte des teneurs en alumine en suivant un paramètre électrique reflétant la concentration en alumine dudit électrolyte.

Ce paramètre est généralement la variation de la résistance interne, ou, plus exactement, de la pseudo-résistance interne qui est égale à :

$$R = \frac{U - e}{I}$$

e étant une image de la force contre-électromotrice de la cuve dont on admet généralement que la valeur est de 1,65 volts, U la tension aux bornes de la cuve et I l'intensité qui la traverse.

Par étalonnage, on peut tracer une courbe de variation de R en fonction de la teneur en alumine, et par mesure de R à une fréquence déterminée selon des méthodes actuellement bien connues, on peut connaître à tout moment la concentration symbolisée par $[Al_2O_3]$.

On a cherché, depuis de nombreuses années, à introduire l'alumine dans le bain avec une certaine régularité de façon à maintenir sa concentration relativement stable autour d'une valeur prédéterminée.

Les procédés d'alimentation automatique en alumine, asservis plus ou moins rigoureusement à sa concentration dans le bain, ont été décrits notamment dans les brevets suivants : brevet français 1 457 746 de REYNOLDS, dans lequel la variation de résistance interne de la cuve est utilisée comme paramètre reflétant la concentration en alumine, dont l'introduction dans le bain est effectuée par un distributeur combiné avec un moyen de perçage dans la croûte d'électrolyse figé ; brevet français 1 506 463 de V.A. W, qui est basé sur la mesure du temps qui s'écoule entre l'arrêt de l'alimentation en alumine et l'apparition de l'effet anodique ; brevet américain US 3 400 062 d'ALCOA, qui met en oeuvre une "anode pilote" pour obtenir une détection précoce de la tendance à l'emballement et régler la cadence d'introduction de l'alumine, qui est distribuée à partir d'une trémie munie d'un dispositif de perçage de la croûte d'électrolyte figé.

Le moyen d'alimentation en alumine est décrit de façon plus complète dans le brevet US 3 681 229 de la même société.

5 Plus récemment, des procédés de régulation basés sur le contrôle de la teneur en alumine ont été décrits en particulier dans la demande de brevet japonais 52-28417/77 de SHOWA DENKO, et dans le brevet des Etats Unis 4 126 525 de MITSUBISHI.

10 Dans le premier de ces brevets, la concentration en alumine est fixée dans l'intervalle de 2 à 8 %. On mesure la variation ΔV , en fonction du temps t , de la tension aux bornes de chaque cuve, on la compare avec une valeur prédéterminée et on modifie la cadence d'alimentation en alumine pour ramener le $\Delta V/T$ à la valeur standard. L'inconvénient de ce procédé est que sa sensibilité varie
15 avec la teneur en alumine, qui est précisément minimale dans l'intervalle utilisé, de 3 à 5 % d' Al_2O_3 (tableau page 84).

Dans le second de ces brevets, on fixe également la teneur en alumine dans la gamme de 2 à 8 % et, de préférence, 4 à 6 %. On alimente la
20 cuve pendant un temps t_1 prédéterminé avec une quantité d'alumine supérieure à sa consommation théorique, jusqu'à l'obtention d'une concentration en alumine prédéterminée (par exemple jusqu'à 7 %), puis on commute l'alimentation sur une cadence égale à la consommation théorique pendant un temps t_2 prédéterminé, puis on cesse
25 l'alimentation jusqu'à apparition des premiers symptômes d'effet d'anode ("emballage"), et on reprend le cycle d'alimentation en cadence supérieure à la consommation théorique.

Dans ce procédé, la concentration en alumine varie, au cours du
30 cycle, de 4,9 à 8 % (exemple 1) ou de 4,0 à 7 % (exemple 2). Ces différents procédés manquent de précision et ne résolvent pas le problème posé, qui est la régulation de la teneur en alumine entre des limites étroites.

35 L'objet de l'invention est un procédé de régulation précise de la cadence d'introduction et de la teneur en alumine d'une cuve destinée à la production d'aluminium par électrolyse d'alumine dans un bain à base de cryolithe fondue, dont la partie supérieure forme une croûte figée, procédé qui assure le maintien de la teneur en alumine

dans un intervalle étroit choisi entre 1 et 3,5 % et qui consiste à introduire l'alumine directement dans le bain de cryolithe fondue, en doses successives, de poids sensiblement constant et à des intervalles de temps variables, par au moins un orifice maintenu ouvert en permanence dans la croûte figée et à moduler la cadence d'introduction de l'alumine en fonction des variations de la pseudo-résistance interne de la cuve dans des intervalles de temps prédéterminés, en alternant des phrases de sous-alimentation et de sur-alimentation en alumine par rapport à la cadence correspondant à la consommation de la cuve.

Un autre objet de la même invention est un appareillage pour la mise en oeuvre du procédé de régulation précise de la teneur en alumine, comportant un moyen pour délivrer à chaque orifice des doses successives d'alumine de poids sensiblement constant, un moyen de mesure de la pseudo-résistance interne, un moyen de calcul de la vitesse de variation de la résistance interne, des moyens pour faire varier la cadence d'introduction des doses d'alumine en fonction des variations de la résistance interne et des moyens pour faire varier la distance anode-cathode de la cuve.

Un autre objet de la même invention est l'application du procédé et de l'appareillage ci-dessus à la production d'aluminium par le procédé Hall-Héroult soit avec un électrolyte normal ou légèrement acide à base de cryolithe pouvant contenir, en outre, de 5 à 13 % d' AlF_3 , et fonctionnant aux environs de 955 à 970° C, soit avec un électrolyte très acide, pouvant contenir de 13 à 20 % d' AlF_3 et fonctionnant aux environs de 930 à 955° C, et pouvant également contenir du Lithium, sous forme de LiF , et fonctionnant à des températures pouvant descendre jusqu'à 910° C.

La figure 1 représente la variation de la pseudo-résistance interne d'une cuve d'électrolyse en fonction de sa teneur en alumine, avec, en paramètre, la distance anode-cathode "DAM".

La figure 2 représente la variation de la pseudo-résistance interne d'une cuve d'électrolyse en fonction du temps et de la cadence d'introduction d'alumine selon l'invention.

la figure 3 représente la variation de la pseudo-résistance interne d'une cuve d'électrolyse en fonction du temps et de la cadence d'introduction de l'alumine selon une variante de mise en oeuvre de l'invention.

5

La figure 4 représente l'ensemble d'un doseur, de sa trémie d'alimentation et d'un dispositif destiné à maintenir ouvert, en permanence, l'orifice d'introduction de l'alumine.

10

La figure 5 représente le doseur permettant de délivrer des doses d'alumine successives de poids sensiblement constant.

15

La figure 1 montre que la pseudo-résistance interne d'une cuve passe par un minimum quelque peu flou aux environs de 3,5-4 % et augmente rapidement du côté des faibles teneurs en alumine et beaucoup plus lentement du côté des teneurs élevées. Pour avoir une bonne sensibilité, il y a donc intérêt à se placer du côté des faibles teneurs en alumine, sans toutefois descendre en-dessous de 1 %, valeur autour de laquelle la pseudo-résistance interne augmente très rapidement quand la teneur en alumine diminue, ce qui correspond à l'effet d'anode ou "emballage". Dans la suite, nous parlerons, pour simplifier, de résistance interne désignée par R_i pour désigner la pseudo-résistance interne.

25

30

L'invention est basée sur l'utilisation de la partie de la courbe $R_i = f [Al_2O_3]$ comprise entre des teneurs en alumine de 1 à 3,5 % environ, et sur la possibilité d'évaluer, à tout moment - et de corriger - la teneur en alumine du bain de cryolithe et de la maintenir entre des limites très étroites. Il en résulte, outre une très grande régularité de marche, la possibilité d'utiliser des bains d'électrolyse ayant une plus faible capacité d'absorption de l'alumine mais, en contre-partie, conduisant à une température de fonctionnement sensiblement abaissée et à un rendement de courant dit rendement Faraday sensiblement augmenté.

35

Le procédé, objet de l'invention, qui consiste à moduler la cadence d'alimentation en fonction des variations de la résistance interne, comporte les stades successifs suivants (les stades identi-

ques, dans les différentes variantes, seront désignées par les mêmes lettres).

- 5 A - On fixe une valeur de consigne R_o pour la résistance interne R_i qui est, par exemple, de $13,9 \mu\Omega$ pour une cuve moderne de 175 000 ampères à anodes précuites, et deux valeurs limites hautes et basses entre lesquelles la résistance interne sera autorisée à varier, $R_o + r$ et $R_o - r$, par exemple $13,9 \pm 0,1 \mu\Omega$.
- 10 B - On commence un cycle de régulation au moment où R_i est comprise entre $13,8$ et $14,0 \mu\Omega$.
- 15 C - On alimente la cuve à une cadence dite lente (qui sera notée CL) inférieure de 15 à 50 % à la consommation normale correspondant au processus d'électrolyse, qui sera notée CN (sur une longue période de temps, CN est environ de l'ordre de 100 kg/h pour une cuve de 175 000 ampères). CL est déduit de CN par l'équation $CL = \alpha.CN$ où α est un paramètre ajustable. La cuve va donc progressivement s'appauvrir en alumine, le point figuratif va remonter dans le sens de la flèche CL, figure 1, et R_i va croître (figure 2).
- 20
- 25 D - On mesure les valeurs successives que prend la résistance interne à des intervalles de temps égaux t_1, t_2, t_3 , etc... par exemple toutes les 3 à 6 minutes. En pratique, on effectue un grand nombre de mesures dont on prend la moyenne de façon à écarter le risque de valeurs aberrantes.
- 30 E - On détermine la pente p_1 de la courbe - en pratique assimilable à une droite - de variation de résistance interne en fonction du temps au cours du stade D. Si la pente p_1 est inférieure à une valeur de consigne p_1^o , on donne un ordre de "serrage", c'est-à-dire de diminution de la distance anode-cathode ou, plus exactement, de la distance anodes-métal (DAM) par descente du système anodique d'une valeur prédéterminée. Lorsque la résistance interne dépasse la valeur limite haute $R_o + r$ (à t_8 par exemple), on donne l'ordre au dispositif d'alimentation de passer en cadence rapide (CR), supérieure de 20 à 100 % à la consommation normale CN, pendant un temps T prédéterminé et qui peut être de l'ordre de 1/2 heure à
- 35

1 heure. CR est déduit de CN par l'équation $CR = \beta.CN$, où β est un paramètre ajustable.

F - Du fait de l'alimentation à cadence rapide, la teneur en alumine de la cuve va augmenter progressivement puisqu'on lui en fournit plus que l'électrolyse n'en consomme, le point figuratif va redescendre dans le sens de la flèche CR, figure 1 et Ri va décroître. On mesure les valeurs successives que prend la résistance interne, à des intervalles de temps égaux, t_9 et t_{16} , par exemple, toutes les trois à six minutes.

G - A la fin du temps T, on arrête l'alimentation en cadence rapide. Puis, on calcule la pente p_2 de la variation de résistance interne en fonction du temps pendant le stade F et on effectue les opérations suivantes :

a) on compare p_1 et p_2 . Ils doivent être dans le rapport $\frac{p_2}{p_1} = \frac{CN - CR}{CN - CL}$. Si ce n'est pas le cas, on en déduit que CN est mal centrée et on recalcule une nouvelle valeur CN_1 selon l'équation :

$$CN_1 = \frac{\frac{p_2}{p_1} - \frac{P_1}{P_2}}{\frac{P_2}{P_1} - \frac{CL}{CR}} \quad (p \text{ est en } \mu\Omega/\text{mn et CL, par exemple en kg/mn})$$

Ce calcul est normalement assuré par l'automate qui pilote la cuve et le recalage de CN est automatique, ces opérations étant effectuées par des appareillages connus de l'homme de l'art et qui ne font pas partie de l'invention ;

b) si Ri est devenue inférieure à $R_0 - r$ ou si p_2 est supérieure à une valeur de consigne p_2^0 , on donne un ordre de desserrage, c'est-à-dire d'augmentation de la distance anode-cathode, d'une valeur prédéterminée ;

c) on passe l'alimentation en cadence lente, éventuellement modifiée en fonction de la nouvelle valeur de CN_1 de la cadence normale, et on reprend ainsi un nouveau cycle, au stade C.

Dans le procédé, le temps T (d'alimentation en cadence rapide) et la cadence rapide CR sont ajustés de façon que la concentration de l'électrolyte en alumine augmente de 0,5 à 1 % (en valeur absolue) et, de préférence, de 0,5 à 0,6 %. On s'est donc déplacé sur une portion réduite de la courbe $Ri = f [Al_2O_3]$ que l'on peut, de ce

fait, et sans erreur appréciable, considérer comme linéaire dans l'intervalle.

5 Ce procédé assure donc un très grande précision de la teneur en alumine et, par conséquent, une très grande régularité de marche de la cuve.

Il peut être appliqué sous deux variantes, d'une mise en oeuvre plus simple ; première variante : on effectue les stades de A à D, puis :

10 E_1 : lorsque la résistance interne R_i a franchi la valeur limite haute $R_o + r$, on donne à la cuve un ordre de "serrage" d'une valeur prédéterminée et on passe en cadence d'alimentation rapide CR pour un temps prédéterminé T .

15 F : du fait de l'alimentation à cadence rapide, la teneur en alumine de la cuve va augmenter progressivement, puisqu'on lui en fournit plus que l'électrolyse n'en consomme, le point figuratif va redescendre dans le sens de la flèche CR, figure 1 et R_i va décroître.

20 On mesure les valeurs successives que prend la résistance interne, à des intervalles de temps égaux, t_9 à t_{16} , par exemple toutes les trois à six minutes.

25 G_1 : lorsque le temps T est écoulé, on repasse en cadence lente. Si à la fin du temps T , on a $R_i < R_o - r$, on donne un ordre de desserrage proportionnel à la différence $(R_o - r) - R_i$, de façon à recaler le départ du cycle avec R_i sensiblement égal à $R_o - r$.

Dans cette variante, on ne calcule plus les pentes p_1 et p_2 , et on ne dispose plus, de ce fait, de l'information "cadence normale corrigée CN_1 ".

30

Une deuxième variante consiste à effectuer les stades A et E tels qu'on vient de les décrire, et à continuer de la façon suivante :

35 E_2 : lorsque la résistance interne R_i a franchi la valeur limite haute $R_o + r$, on donne à la cuve un ordre de "serrage" d'une valeur prédéterminée. Si ce serrage amène la valeur suivante de R_i en-dessous de $R_o + r$, on continue à alimenter en cadence lente jusqu'à ce que R_i repasse au-dessus de $R_o + r$. On donne alors un nouvel ordre de "serrage". Si le premier ordre de serrage n'a pas permis à la valeur suivante R_i de repasser

en-dessous de $R_o + r$, on donne un deuxième, et éventuellement, d'autres ordres de serrage, mais on a fixé, à priori, et introduit dans l'automatisme, le nombre maximal N d'ordres successifs au-delà duquel on repasse en cadence d'alimentation rapide. Ce nombre N peut
5 être 1, 2, 3, 4 ou 5. (Si N est égal à 0, on est ramené au cas précédent, stade E_1). On passe alors en cadence rapide CR pendant un temps T prédéterminé.

F : du fait de l'alimentation en cadence rapide, la teneur en alumine de la cuve va augmenter progressivement, puisqu'on lui
10 en fournit plus que l'électrolyse n'en consomme, le point figuratif va redescendre dans le sens de la flèche CR , figure 1, et R_i va décroître.

G_1 : lorsque le temps T est écoulé, on repasse en cadence lente CL . Si à la fin du temps T , on a $R_i < R_o - r$, on donne un ordre de
15 desserrage proportionnel à la différence $(R_o - r) - R_i$, de façon à recaler le départ du cycle avec R_i sensiblement égale à $R_o - r$.

L'appareillage pour la mise en oeuvre de l'invention comporte, tout d'abord, un moyen pour délivrer, à chaque orifice d'introduction
20 ménagé dans la croûte d'électrolyte figé, des doses successives d'alumine de poids sensiblement constant, combiné à un moyen de stockage de l'alumine situé, de préférence, à proximité de la cuve, et que l'on peut réalimenter périodiquement à partir d'un stockage central.

25 Les figures 4 et 5 représentent un dispositif d'alimentation en alumine selon l'invention.

L'alumine est stockée dans la trémie (1) placée dans la super-
30 structure de la cuve. Sa capacité peut correspondre, par exemple, à un ou plusieurs jours de marche, et elle est réalimentée elle-même à partir d'un stockage centralisé, par tous moyens connus (transports pneumatiques, fluidisés, etc...).

35 Le distributeur (2) et l'outil de perçage (3) sont placés à l'intérieur même de la trémie et fixés sur une plaque (4) qui en constitue le fond. Le distributeur comporte essentiellement un doseur (5) et un distributeur (6) qui introduit l'alumine

dans l'orifice (7) pratiqué et entretenu dans la croûte figée (8) à la surface de l'électrolyte (9).

5 Le doseur comporte un corps tubulaire (20) dans lequel coulisse une tige (11) actionnée par le vérin (12). Cette tige est munie de deux obturateurs coniques (13) (13') qui coopèrent avec deux portées coniques (14) (14') sur lesquelles ils peuvent alternativement venir en appui de façon sensiblement étanche.

10 Le corps tubulaire (10) et le corps supérieur (15) sont réunies coaxialement par une pluralité de nervures (16), laissant entre elles de larges espaces entre lesquels l'alumine s'écoule spontanément par gravité lorsque l'obturateur (13) est en position haute, de façon à remplir le corps tubulaire dont la capacité correspond
15 à une dose unitaire d'alumine.

Sous l'action du vérin, la tige centrale (11) amène l'obturateur (13) en position basse, sur la portée (14) tandis que l'obturateur (13') quitte sa portée (14') et permet ainsi à la dose d'alumine
20 de s'écouler par l'intermédiaire de la goulotte de distribution (6) directement dans l'orifice (7).

L'outil de perçage (3) est également disposé dans un corps tubulaire (17) placé à l'intérieur de la trémie. Il comporte un vérin (18)
25 dont la tige (19) est munie, à son extrémité, d'une pointerolle (20) facilement interchangeable, d'un moyen de raclage (21) qui permet d'éliminer, lors de la remontée de la pointerolle, les croûtes d'électrolyte qui auraient pu y adhérer.

30 Les commandes des vérins (12) et (18), non représentées, sont reportées à l'extérieur de la trémie de façon connue.

Pour éviter que la pointerolle (20) ne plonge inutilement dans le bain, on peut la munir d'un moyen de détection du niveau de l'élec-
35 trolyte, tel qu'un contact électrique, qui donne au vérin (18) de l'ordre de remonter dès que la croûte a été brisée et que l'extrémité de la pointerolle est venue au contact de l'électrolyte fondu.

La capacité du doseur est fixée en fonction de la puissance de la cuve et du nombre de points d'alimentation. Une cuve donnée peut comporter un ou plusieurs ensembles doseurs-distributeurs-piqueurs, répartis par exemple entre les deux lignes d'anodes.

5

Bien entendu, ce type de doseur n'est donné qu'à titre d'exemple, et tout autre moyen équivalent pour introduire l'alumine directement dans l'électrolyte liquide, par un orifice maintenu ouvert, entre dans le champ de l'invention.

10

On peut également prévoir, à proximité immédiate de l'orifice pratiqué et entretenu dans la croûte, un moyen de captage des effluents gazeux qui s'en dégagent.

15

La mesure de la pseudo-résistance interne peut s'effectuer par différents moyens connus de l'homme de l'art. La plus simple consiste à mesurer l'intensité I , la tension U aux bornes de la cuve et à effectuer l'opération :

$$R_i = \frac{U - 1,65}{I}$$

20

Les informations recueillies et traitées sont finalement utilisées pour assurer le cadencement des doses successives d'alumine.

Si, par exemple, la cadence normale CN est de 100 kg à l'heure, répartis entre quatre orifices d'introduction et que chaque dose d'alumine soit de 1 kg, CN correspond à une dose toutes les 110 secondes et CL = CN - 30 % à une doses toutes les 205 secondes.

25

Ces calculs et les déclenchements d'ordres au distributeur-doseur sont assurés, de façon connue, par des automates programmables, équipés de micro-processeurs.

30

Il est particulièrement avantageux de munir le dispositif destiné à maintenir ouvert l'orifice d'introduction d'un détecteur de bouchage dudit orifice, de telle sorte que, dans l'attente d'un débouchage manuel ou automatique, les distributeurs-doseurs alimentant les autres orifices restés ouverts reçoivent des ordres d'augmentation de cadence pour que la quantité totale d'alumine introduite dans la cuve reste constante.

35

Le procédé et l'appareillage qui viennent d'être décrits s'appliquent aux séries de cuves destinées à la production d'aluminium par électrolyse d'alumine dissoute dans des bains à base de cryolithe fondue et, tout particulièrement, au cas où le bain comporte :

- 5 - soit de 5 à 13 % d' AlF_3 , avec une température de fonctionnement comprise entre 955 et 970° C.
- soit de 13 à 20 % d' AlF_3 (bains dits "très acides") avec une température de fonctionnement de l'ordre de 930 à 955° C, ces bains pouvant contenir, en outre, jusqu'à 1 % de lithium sous forme de
- 10 fluorure de lithium avec, dans ce dernier cas, une température de fonctionnement pouvant descendre jusqu'à 910° C.

- On peut également envisager d'autres additifs tels que halogénures de magnésium à une concentration pouvant aller jusqu'à 2 % de
- 15 magnésium ou des chlorures alcalins ou alcalino-terreux à une concentration pouvant aller jusqu'à l'équivalent de 3 % de Cl.

- Ces bains ont une capacité d'absorption et de dissolution d'alumine relativement faible et ils sont, de ce fait, bien adaptés à la mise en
- 20 oeuvre du procédé, objet de l'invention, qui assure un apport régulier d'alumine. Ils ont l'avantage d'assurer un rendement Faraday nettement supérieur aux bains classiques fonctionnant à 960-970° C.

Exemple d'application :

- 25 On a fait fonctionner pendant plusieurs mois une série de cuves à anodes précuites, alimentées sous 180 000 ampères, en assurant la régulation de la teneur en alumine, selon l'invention, autour d'une valeur centrale de 2,9 % et des variantes extrêmes de 3,5 à 2,1 %.
- Le bain contenait 13 % d' AlF_3 et la température était voisine de
- 30 950° C. On a obtenu un rendement Faraday moyen de 93,5 % (au lieu de 92 % moyens avec un bain à 8 % d' AlF_3 et 6 à 9 % Al_2O_3 , à 960° C).

- Puis, on a abaissé la teneur en alumine à une valeur centrale de 2,3 % avec des variations extrêmes de 1,6 et 2,9 %. Le bain contenait
- 35 14 % d' AlF_3 et 2 % de LiF, et la température était voisine de 935° C.
- On a obtenu un rendement Faraday moyen de 95 %.

On peut, en outre, tenir pour certain que l'abaissement de la température, permis par la mise en oeuvre de l'invention, augmentera

de façon sensible la durée de vie des cuves d'électrolyse.

Parmi les autres avantages que procure la mise en oeuvre de l'invention, on peut indiquer la suppression des accumulations de boues sur le fond
5 des cuves, et la réduction du nombre moyen d'emballage, sur chaque cuve, à moins de un par vingt quatre heures.

REVENDEICATIONS

- 1°) Procédé de régulation précise de la cadence d'introduction et de la teneur en alumine d'une cuve destinée à la production d'aluminium par électrolyse d'alumine dissoute dans un bain à base de cryolithe, dont la partie supérieure forme un croûte figée, et dont la teneur en alumine doit être maintenue dans un intervalle étroit, entre 1% et 3,5 %, caractérisé en ce que l'on introduit l'alumine directement dans le bain de cryolithe fondue par au moins un orifice maintenu ouvert dans la croûte figée et en ce que l'on module la cadence d'introduction de l'alumine en fonction des variations de la résistance interne de la cuve pendant des intervalles de temps prédéterminés, en alternant des cycles de durée égale d'introduction d'alumine à cadence plus lente et à cadence plus rapide que la cadence correspondant à la consommation de la cuve.
- 2°) Procédé de régulation selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on module la cadence d'introduction de l'alumine en l'introduisant en doses successives, de poids sensiblement constant, à des intervalles de temps variables.
- 3°) Procédé de régulation selon la revendication 1, caractérisé en ce que la cadence d'introduction de l'alumine en fonction des variations de la résistance interne est déterminée par la succession des opérations suivantes, effectuées selon un cycle répétitif :
- A - On fixe une valeur de consigne R_0 pour la résistance R_i et deux valeurs limites haute : $R_0 + r$ et basse : $R_0 - r$ entre lesquelles la résistance interne pourra varier ;
 - B - On commence un cycle de régulation au moment où R_i est comprise entre $R_0 - r$ et $R_0 + r$;
 - C - On alimente la cuve à une cadence lente CL inférieure de 15 à 50 % à sa consommation normale CN en alumine ;
 - D - On mesure les valeurs successives que prend la résistance interne, qui augmente, à des intervalles de temps égaux ;
 - E - On détermine la pente p_1 de variation de R_i au cours du stade D ; on compare p_1 à une valeur de consigne p_1^0 et, si on trouve $p_1 < p_1^0$, on donne un ordre de serrage d'une valeur prédéterminée.

Dès que la résistance interne R_i dépasse $R_o + r$, on alimente la cuve à une cadence rapide CR supérieure de 20 à 100 % à sa consommation normale CN, pendant un temps T prédéterminé.

5 F - On mesure les valeurs successives que prend la résistance interne, qui diminue, à des intervalles de temps égaux ;

G - A la fin du temps T, on arrête l'alimentation à cadence rapide CR, on calcule la pente p_2 de variation de la résistance interne pendant le stade F et on compare p_1 et p_2 . Si $\frac{p_2}{p_1} = \frac{CN - CR}{CN - CL}$: on ne modifie pas les cadences CL et CR.

10 Si $\frac{p_2}{p_1} \neq \frac{CN - CR}{CN - CL}$: on recalcule une nouvelle cadence normale CN_1 selon la formule :

$$CN_1 = \frac{\frac{p_2}{CL} - \frac{p_1}{CR}}{\frac{p_2}{CL} - \frac{p_1}{CR}}$$

15 et on prend la nouvelle valeur CN_1 comme base de calcul pour les cadences lente et rapide des cycles suivants, puis on compare R_i et $R_o - r$ et p_2 et p_1 . Si l'on a $R_i < R_o - r$ ou $p_2 > p_1$, valeur de consigne prédéterminée, on donne un ordre de desserrage d'une valeur prédéterminée ; et, finalement, on passe l'alimentation à
20 cadence lente CL, éventuellement modifiée en fonction de la nouvelle valeur CN_1 , de la cadence normale et on commence un nouveau cycle au stade C.

4°) Procédé de régulation selon la revendication 3, caractérisé en
25 ce que au stade E, lorsque la résistance interne R_i de la cuve a dépassé la valeur limite haute $R_o + r$, on effectue les opérations suivantes :

E_1 : lorsque la résistance R_i a franchi la valeur limite haute $R_o + r$, on donne à la cuve un ordre de serrage d'une valeur
30 prédéterminée et on passe en cadence d'alimentation rapide CR pour un temps prédéterminé, T_o .

F : on mesure les valeurs successives que prend la résistance interne qui diminue, à des intervalles de temps égaux ;

G_1 : lorsque le temps T s'est écoulé, on repasse en cadence lente.
35 Si, à la fin du temps T on a $R_i < R_o - r$, on donne un ordre de desserrage proportionnel à $(R_o - r) - R_i$.

5°) Procédé de régulation selon la revendication 3 caractérisé en ce que, au stade E, lorsque la résistance interne de la cuve a dépassé la valeur limite haute $R_o + r$, on effectue les opérations suivantes :

E_2 : on donne un premier ordre de serrage d'une valeur prédéterminée

5 et on mesure à nouveau la résistance interne R_i . Si elle est toujours supérieure à $R_o + r$, on donne un deuxième ordre de serrage et ainsi de suite jusqu'à ce que la résistance interne soit redescendue en-dessous de $R_o + r$;

10 quand le nombre d'ordres de serrage successifs a dépassé une valeur N prédéterminée, généralement comprise entre 1 et 5, sans que la résistance interne soit descendue en-dessous de $R_o + r$, on passe en cadence rapide CR pendant un temps T prédéterminé ;

15 F : on mesure les valeurs successives que prend la résistance interne, qui diminue, à des intervalles de temps égaux ;

G_1 : lorsque le temps T est écoulé, on repasse en cadence lente CL . Si, à la fin du temps T , on a $R_i < R_o - r$, on donne un ordre de desserrage proportionnel à la différence $(R_o - r) - R_i$ et on commence un nouveau cycle au stade C.

20

6°) Procédé de régulation selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la cadence lente CL est inférieure de 15 à 50 % à la cadence normale CN .

25

7°) Procédé de régulation selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la cadence rapide CR est supérieure de 20 à 100 % à la cadence normale CN .

30

8°) Procédé de régulation selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on maintient ouvert chaque orifice d'introduction d'alumine au moyen d'un plongeur animé d'un mouvement alternatif, sensiblement vertical, qui est actionné dans l'intervalle de temps séparant les introductions de doses d'alumine.

35

9°) Procédé de régulation selon revendication 8, caractérisé en ce que l'on détecte l'obturation éventuelle de l'un des orifices d'introduction et que l'on cesse tout apport d'alumine à ce point et que

l'on augmente , proportionnellement, l'apport d'alumine aux autres orifices jusqu'au débouchage de l'orifice obturé.

10°) Procédé de régulation selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on ajoute au bain de cryolithe fondue au moins l'un des additifs suivants :

- fluorure d'aluminium de 5 à 20 % ,
- sels de lithium en concentration inférieure ou égale à 1 % exprimée en Li,
- 10 - sels de magnésium en concentration inférieure ou égale à 2 % exprimée en Mg,
- chlorure alcalin ou alcalino-terreux en concentration inférieure ou égale à 3 % exprimée en Cl.

15 11°) Procédé de régulation selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la température de l'électrolyte est réglée entre 910 et 955° C.

12°) Appareillage pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce qu'il comporte un moyen pour maintenir ouvert chaque orifice de chargement, un moyen pour délivrer à chaque orifice des doses successives d'alumine de poids sensiblement constant, un moyen de mesure de la pseudo-résistance interne, un moyen de calcul de la vitesse de variation de la résistance interne, des moyens pour faire varier la cadence d'introduction des doses d'alumine en fonction des variations de la résistance interne et des moyens pour faire varier la distance anode-cathode de la cuve.

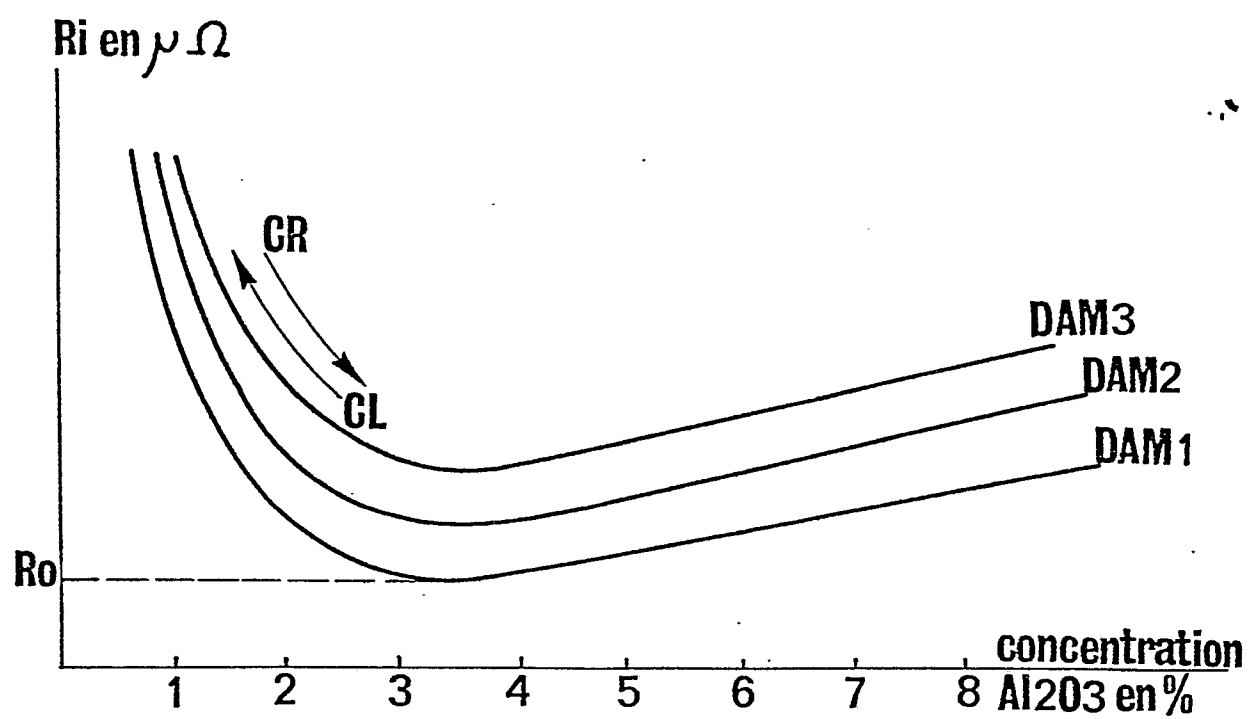
13°) Appareillage selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'il comporte, en outre, un moyen pour détecter l'obturation éventuelle d'un orifice d'introduction, un moyen pour interrompre l'alimentation à l'orifice obturé et un moyen pour accélérer proportionnellement la cadence d'alimentation aux autres orifices jusqu'au débouchage de l'orifice obturé.

14°) Appareillage selon revendication 12 ou 13, caractérisé en ce qu'il comporte, en outre, un moyen de captage des effluents, situé

à proximité immédiate de chaque orifice.

- 15°) Appareillage selon l'une quelconque des revendications 12 à 14 dans lequel le moyen pour délivrer des doses successives d'alumine
- 5 de poids sensiblement constant, comporte un corps tubulaire cylindrique d'axe sensiblement vertical, de capacité prédéterminée, une tige disposée selon l'axe du corps portant, à ses extrémités, deux obturateurs coopérant avec deux portées sur les extrémités inférieure et supérieure du corps tubulaire, la distance entre les
- 10 deux obturateurs étant supérieure à la longueur du corps tubulaire, ladite tige étant reliée à un moyen contrôlé de déplacement axial vers le haut et vers le bas qui amène, alternativement, l'obturateur inférieur, puis l'obturateur supérieur en contact avec la portée inférieure et avec la portée supérieure, la partie supérieure du
- 15 corps tubulaire étant en communication avec un réservoir d'alumine, caractérisé en ce que la partie inférieure du corps tubulaire est reliée à un couloir d'écoulement de l'alumine vers l'orifice de la croûte d'électrolyte.
- 20 16°) Application du procédé et de l'appareillage selon l'une quelconque des revendications 1 à 15 à la production d'aluminium par électrolyse d'alumine dissoute dans un bain à base de cryolithe fondue, dans lequel la teneur en alumine doit être maintenue dans un intervalle étroit choisi entre 1 et 3,5 % avec des variations
- 25 n'excédant pas $\pm 0,5$ % par rapport à la valeur centrale, le bain de cryolithe étant additionné de 5 à 20 % d' AlF_3 et, éventuellement, jusqu'à 1 % de lithium sous forme de LiF , des halogénures de magnésium à une concentration pouvant aller jusqu'à 2 % de magnésium ou des chlorures alcalins ou alcalino-terreux à une concentration pouvant
- 30 aller jusqu'à l'équivalent de 3 % de Cl .

FIG.1



2/4

FIG. 2

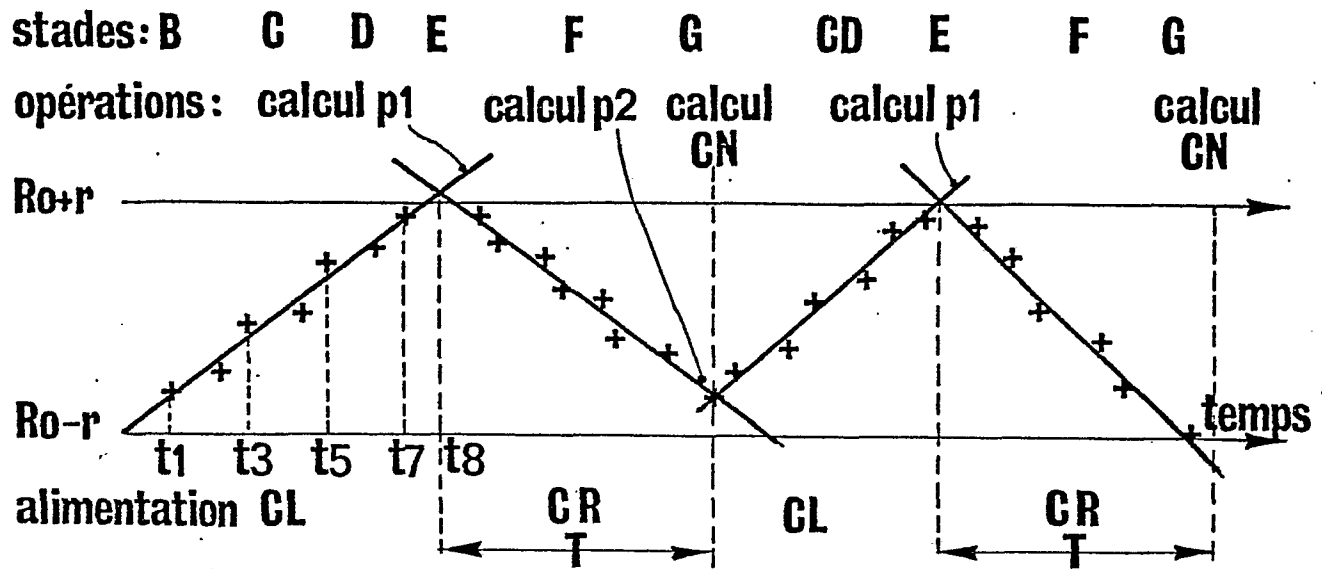
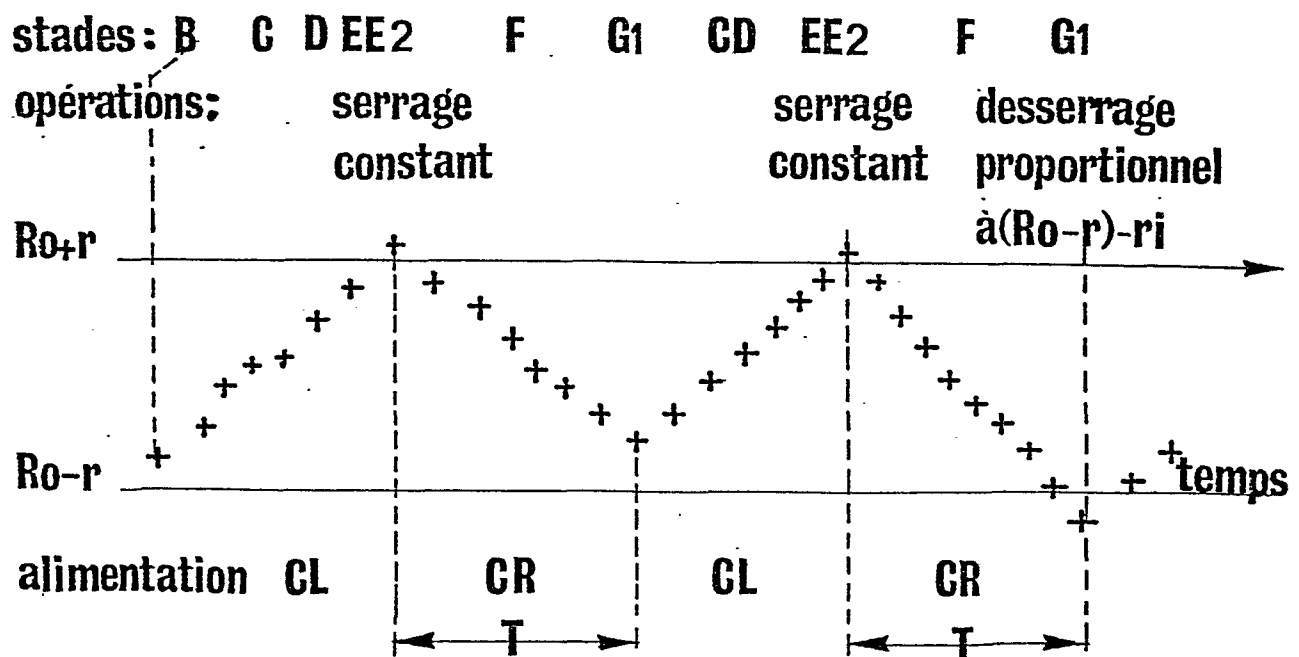
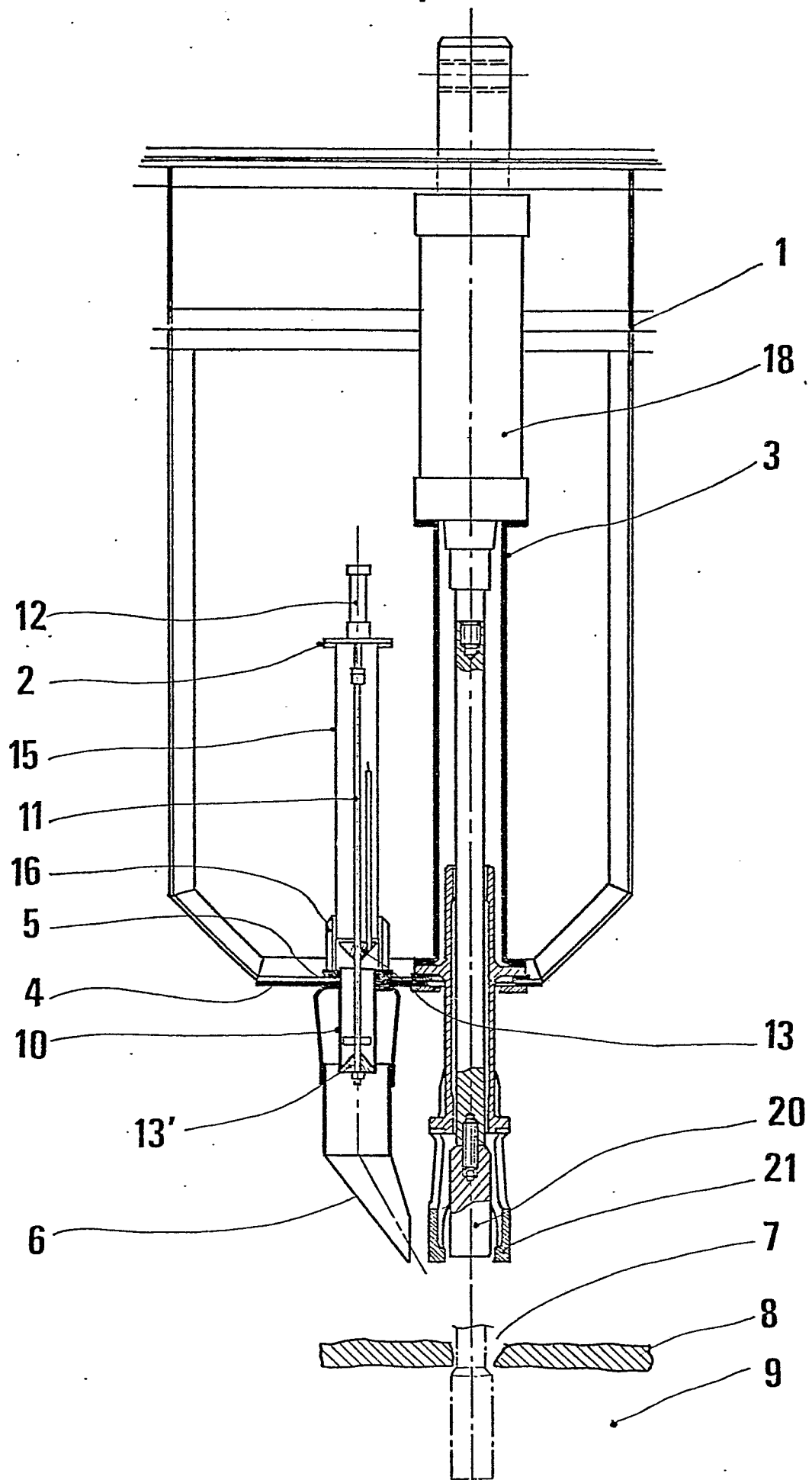


FIG. 3



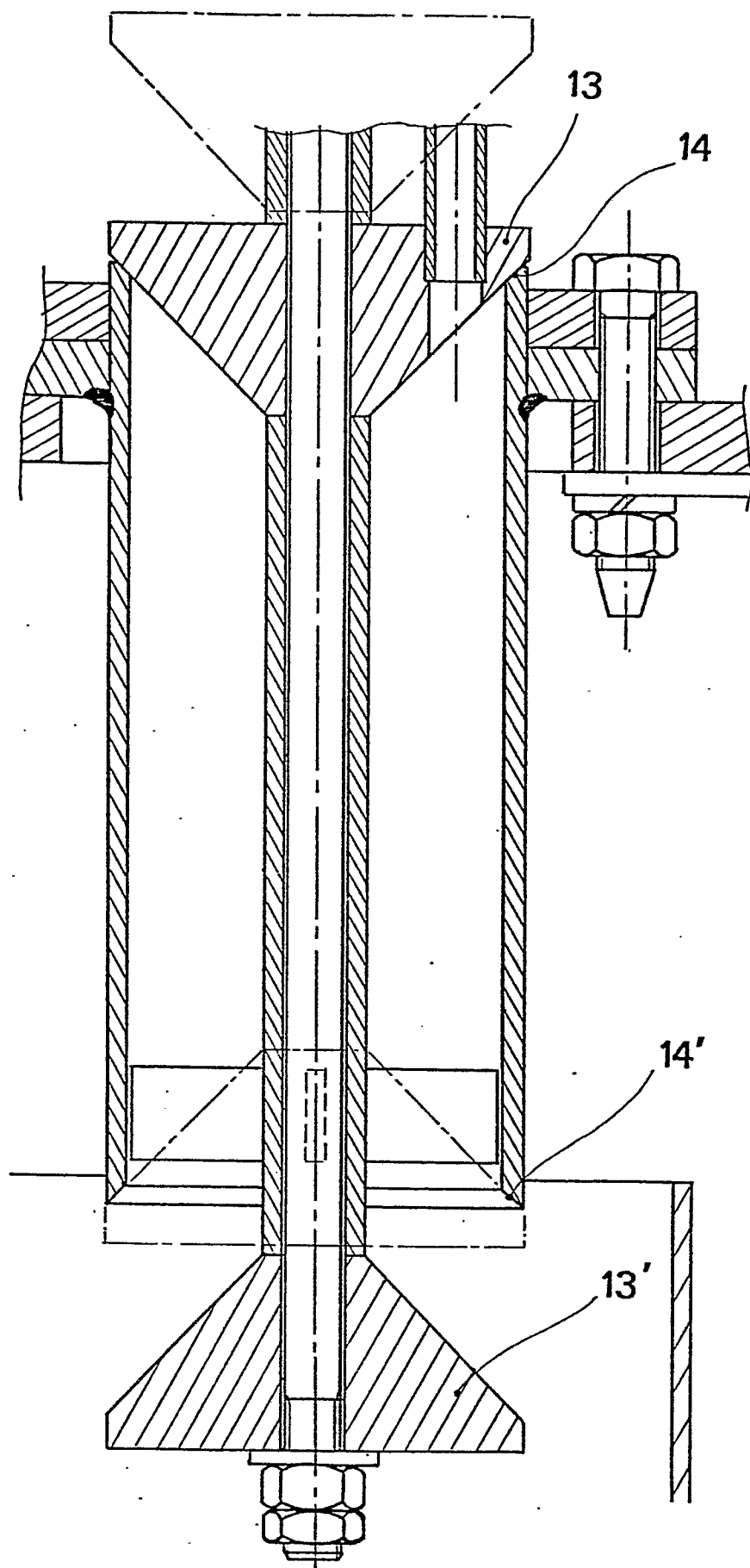
3/4

FIG. 4



4 / 4

FIG. 5





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0044794

Numéro de la demande

EP 81 42 0104

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. ³)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
DX	<u>US - A - 3 616 316 (H.T. SHIVER)</u> * Colonne 1, lignes 64-75; colonne 2, lignes 1-12; colonne 3, lignes 59-62; colonne 5, lignes 44-75; colonne 6, lignes 1-40; colonne 10, revendications * & FR - A - 1 457 746 --	1,2, 12	C 25 C 3/20 3/14
X	<u>US - A - 3 371 026 (A.J. KILEY)</u> * En entier; figure 3 * --	8,15	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. ³)
A	<u>FR - A - 2 179 099 (W.E. HAUPIN)</u>		C 25 C 3/20 3/14
A	<u>DE - A - 1 925 201 (PILLER)</u>		
A	<u>US - A - 3 660 256 (D.L. LIPPIT)</u> ----		
			CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES
			X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons
			&: membre de la même famille, document correspondant
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche La Haye	Date d'achèvement de la recherche 30-10-1981	Examineur GROSEILLER	