

199198

PATENTE DE INVENCION



199198

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOBRE:

"PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA PRODUCCION DE ALUMINIO
POR DESTILACION DE ALUMINIO ALEADO A OTROS METALES".

SOLICITANTES: "PECHINEY", CIE. DE PRODUITS CHIMIQUES
& ELECTROMETALLURGIQUES, residentes en:
23, Rue Balzac, PARIS (Francia).

El presente invento se refiere a un procedimiento y aparato para la producción de aluminio por destilación de aluminio aleado a otros metales.

El aluminio se fabrica industrialmente mediante la electrólisis de la alúmina disuelta en criolita fundida. La mayoría de los metales contenidos en las materias primas como impurezas (Alúmina, criolita, electrodos) son separados por catodo antes que el aluminio, por lo cual ensucian este último; para poder obtener el aluminio de un porcentaje comercial conveniente es necesario utilizar



- únicamente productos de una pureza extraordinaria, y por lo tanto, muy elevados de precio. Particularmente, la purificación de la bauxita con objeto de obtener alúmina pura, sólo puede realizarse mediante instalaciones importantes, para las cuales es necesario invertir capitales de una gran importancia. Así, pues, sería de una gran utilidad poder disponer de un procedimiento que evitase dichos inconvenientes y que permitiese obtener aluminio comercial tratando directamente el mineral sin necesidad de recurrir
- 15.
- 20.
- 25.

Ya ha sido propuesto proceder a la fabricación del aluminio por medio de destilación directa de aleaciones o de residuos o desperdicios de dicho metal, a una temperatura y bajo un vacío elevados; hasta ahora, dicho procedimiento no ha dado resultados prácticos, ya que se encontraban innumerables dificultades.

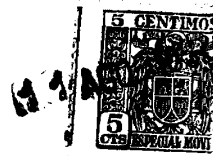
30.

Era imposible, pues, poder separar de una forma suficientemente completa el silicio y el hierro del aluminio, con el fin de obtener un aluminio comercial, es decir, de un porcentaje mínimo de 99 %.

35.

Además, el aluminio destilado se presentaba en un estado dividido de una forma extremada (glóbulos o cristales), muy a menudo mezclado con los óxidos muy es-

40.



trechamente.

Por último, los materiales empleados, grafito u óxidos metálicos, se encontraban rápidamente puestos fuera de uso por el aluminio líquido.

45. Con la colaboración del Sr. Don René Périères, la Compañía demandante ha logrado evitar dichos inconvenientes.

La invención concierne, pues, un procedimiento de fabricación de aluminio de un porcentaje comercial, operando por destilación directa de aleaciones o de residuos de dicho metal a una temperatura y bajo un vacío elevados, por medio de materiales que resistan prácticamente a la acción del aluminio líquido a una temperatura y bajo un vacío elevados.

55. Se ha constatado, que operando a temperaturas cercanas a los 1.400°C , y bajo vacíos inferiores a 200 micrones, el aluminio líquido ataca los óxidos con los cuales entra en contacto, alúmina, glucina, etc., reduciéndolos a la forma de óxidos y subóxidos volátiles de aluminio que, al pasar de la temperatura de destilación a la temperatura de condensación, vuelven a producir óxidos y se disocian del aluminio en un estado muy dividido. Sin embargo, conforme a la invención, es posible utilizar materiales, como por ejemplo los carburos, tales como el carburo de silicio, CSi , muy puro, el carburo de aluminio, o los nitruros de aluminio. Dichos cuerpos resisten suficientemente, en la práctica, a la acción del aluminio líquido, a temperaturas y bajo vacíos elevados.

65. Al contacto del aluminio líquido, el carburo de silicio se transforma poco a poco en carburo de alumi-
- 70.



75. El silicio así desprendido puede arriesgas de llegar a ensuciar el condensado. Por lo tanto, es preferible utilizar desde el principio el carburo de aluminio, si se puede llegar a prepararle suficientemente puro. El carburo de aluminio se adapta perfectamente como revestimiento, con la condición de mantenerle al abrigo de la humedad; el nitruro de aluminio resiste convenientemente a la acción del aluminio líquido, bajo un vacío elevado y hasta 1.500°C.

80. Se ha comprobado igualmente que el aluminio, en su estado de vapor, no parece atacar sensiblemente el grafito compacto. Por lo tanto, existe la posibilidad de utilizar dicho material para el recinto del horno y como resistente de calentamiento. El resto del aparato que pueda entrar en contacto con el aluminio líquido puede construirse con los materiales anteriormente indicados (carburos, nitruros, etc.).

85. Las temperaturas y presiones correspondientes a las cuales el aluminio puro empieza a destilar, son dadas por una curva pasando aproximadamente por los puntos siguientes:

1.240°C.	bajo un vacío de	0,03 milímetros de mercurio
1.340°C.	" " " "	0,3 " " "
1.400°C.	" " " "	0,5 " " "
1.455°C.	" " " "	1 " " "

95. En este intervalo de vacío, el silicio puro no destila de manera apreciable, sino a unos 100 a 150 grados por encima de la temperatura de destilación del aluminio puro. Para el hierro, la diferencia es mayor todavía.

100. Se obtiene aluminio de mayor pureza cuanto más baja es la temperatura de destilación.



- Por lo tanto, el procedimiento a que se hace objeto en dicha invención consiste en separar de una forma prácticamente completa el silicio y el hierro del aluminio, por medio de una serie de destilaciones, en las cuales cada una vuelve a tomar, el condensado de la precedente operación. Para las aleaciones que contienen más de 20 % de silicio, es necesario efectuar generalmente tres destilaciones, pero existe la posibilidad de evitar la primera de dichas destilaciones por medio de una sencilla segregación de la aleación, lo cual permite la obtención de un eutéctico que contiene aproximadamente un 13% de silicio. Esta aleación es destilada a continuación una o dos veces, generalmente.

EJEMPLO I .-

115. Comenzando por la composición siguiente de sílico-aluminio:

Si	34,5 %
Fe	6,5 %
Ti	2,2 %
Al	el resto

120.

Se procede a una segregación y se obtiene un eutéctico que da el análisis siguiente:

Si	14,3 %
Fe	1,3 %
Ti	0,2 %
Al	el resto

125.

Después de proceder a una primera destilación de este eutéctico, se obtiene en el condensado, un porcentaje en Si inferior a 2,8 %, y un porcentaje de Fe de 0,1 %.

130.

Después de una segunda destilación, se obtiene



un condensado que arroja la siguiente composición:

Si	0,24%
Fe	0,04%
Ti	0,05%
Al	99,67%

135.

Los materiales y soportes que entran en contacto con el aluminio líquido son de nitruro del aluminio. Por medio de una temperatura de 1.380° a 1.450°C. y un vacío de 0,200 mm. a 0,020 mm. de mercurio, se obtiene un rendimiento en Al sobre el sílicoaluminio inicial de 81 %.

140.

El silicio y el aluminio no forman entre ellos mismos un cuerpo definido y la destilación de una aleación aluminio silicio tiene lugar, prácticamente, en las mismas condiciones que la destilación del aluminio puro.

145.

Contrariamente, el hierro forma junto con el aluminio, o el aluminio y el silicio, compuestos definidos, pudiendo temerse que dichas combinaciones llegasen a disociarse en condiciones de temperatura y de vacío utilizadas, cosa que hubiera impedido la separación del aluminio con un buen rendimiento de las aleaciones de más de 6 % de hierro. Sin embargo, nada de esto ocurre, como se demuestra por medio del ejemplo II, a continuación.

150.

EJEMPLO II -

Destilación de ferro-sílico-aluminio compuesto cristalizado de una fórmula aproximada: Al₅ Fe.Si.

155.

Composición en peso de la aleación:

Si	=	12,3	%
Fe	=	20	%
Al	=	67,7	%



160.

Nº de prueba	Temperatura en grados C.	Vacío en milímetros de mercurio.	Análisis del metal condensado.		Metal condensado por 100 de metal inicial.
			Fe %	Si %	
1	1.470°	1 mm.	0,65	0,62	47,5 %
2	1.470°	0,5 mm.	1.07	0.82	65 %
3	1.470°	0,1 mm.	1.54	0,53	70 %

165.

170.

Puede comprobarse que a la temperatura escogida, las combinaciones de hierro con el aluminio se han, prácticamente, disociado por entero y el metal líquido se comporta en la destilación como una sencilla mezcla.

175.

En la práctica, cuando quieren destilarse aleaciones que contienen combinaciones Fe Al o Fe Si Al, es preferible operar a una temperatura superior de 1.400°C. ya que a temperaturas inferiores es demasiado lenta la destilación del aluminio.

180.

Al efectuar la comparación con el Ejemplo I, puede comprobarse que, por un porcentaje de silicio casi idéntico en el metal inicial, se obtiene en una única destilación en el Ejemplo II un metal condensado más pobre en silicio: 0,52 a 0,82, contra 2,8%. Parece ser que el hierro retiene, en parte, el silicio en estado de combinación de hierro y de silicio, impidiéndole destilar.

185.

Una segunda destilación permite la obtención de aluminio de un porcentaje de 99,5 %.

En lugar de proceder de forma discontinua por medio de destilaciones sucesivas, la invención concierne igualmente la aplicación a la separación del aluminio del



190. del silicio, del hierro y del titanio por la técnica de la destilación continua con reflujo, como se practica generalmente para separar dos líquidos cuyas temperaturas de ebullición son cercanas, por medio de columnas de destilar o de cualquier otro aparato similar.

195. EJEMPLO III -

En los dibujos adjuntos, las figuras 1 y 2 representan, dándose sólo como ejemplo, un horno de destilación de reflujo, que permite obtener un metal más puro y con un rendimiento mejor: la figura 1 es una vista del corte longitudinal central y la figura 2 es una vista del corte según la línea 2-2 de la figura 1.

200. El crisol prolongado c, que contiene el metal líquido, es de nitruro de aluminio, está inclinado hacia la horizontal.

205. En la extremidad inferior del crisol está situado un recipiente c¹, que contiene la aleación líquida, por ejemplo un eutéctico de 13 % de silicio, obtenido por segregación de sílicoaluminio, como se indica anteriormente. En la extremidad superior del crisol está situado un

210. recipiente c², destinado a recibir el aluminio condensado.

El crisol está formado, en su parte superior, por una tapa b¹ de nitruro de aluminio, rodeado de una junta o tapa de calentamiento a, constituida, por ejemplo, por una resistencia cónica de grafito; una segunda tapa

215. b², calorífuga, interpuesta entre dicha superficie de calentamiento y la primera tapa b, permite la obtención de una temperatura menos elevada, que va disminuyendo regularmente entre el recipiente c¹, en que reina una temperatura de 1.470°C. y el recipiente c², en el que reina una temperatu-



220. ra de 1.210° a 1.230°C.

La posición de dicha tapa calorífuga es graduable.

Un enfriador d, está colocado fuera del crisol c y cerca del recipiente c², en el interior del forro a. En la parte superior del crisol, está situada una pequeña

225. apertura e al lado de la tapa b¹ con el fin de permitir la extracción por el vacío de los gases inertes.

El recipiente c², colector del aluminio condensado, queda cerrado en su parte superior por una plancha c³, de carborundo o de nitruro de aluminio, en la cual hay

230. un orificio c⁴.

El crisol c está calentado por el forro cónico, de grafito a, que forma resistencia eléctrica de calentamiento, con entradas de corriente por sus extremidades, en a¹.

235. El funcionamiento del horno es el siguiente:

después de haber hecho el vacío, y una vez que la aleación que ha de destilarse ha alcanzado la temperatura de ebullición 1.470° los vapores metálicos ocupan el espacio libre bajo la tapa b¹ y van a condensarse en la pared interna

240. del crisol, enfrente del enfriador d. El metal, una vez condensado, chorrea sobre la plancha c³, que recubre el recipiente colector c²; sólo una parte penetra en dicho recipiente c² por el orificio c⁴; el resto vuelve hacia atrás manando por la cara superior inclinada c⁵ del crisol,

245. que forma una rampa de reflujo, y cuyo recorrido ha sido alargado todo lo que ha sido posible por medio de nervaduras o saledizos en forma de laberinto c⁶. Durante dicho reflujo, el metal líquido se encuentra en contacto con los vapores metálicos, que a su vez se dirigen en sentido in-

250. verso, produciéndose una verdadera destilación fraccionada



ya que la fase vapor queda enriquecida de metal mas volátil (aluminio), mientras que el líquido que refluye se enriquece de metales menos volátiles (silicio, hierro, titanio).

255. Graduando las temperaturas como se indica anteriormente y bajo un vacío de 0,03 mm., puede obtenerse, por medio de una destilación únicamente, aluminio comercial en el recipiente colector del metal condensado en C2.

260. En los intervalos de temperatura en los cuales se efectúa prácticamente el procedimiento 1.200-1.500°C. la tensión del vapor del silicio puro es muy inferior a la del aluminio puro; de ello se deriva que, bajo un vacío determinado, el silicio se condensa a una temperatura de

265. 100 a 150°C mayor que la temperatura a que se condensa el aluminio. Para el hierro y el titanio la diferencia es mayor todavía. Un modo de ejecución del procedimiento según la invención, consiste en la utilización de la condensación fraccionada para separar el silicio, el hierro y el titanio del aluminio. Para ello puede ser utilizado un condensador compuesto de dos partes, estando una de ellas a

270. una temperatura inferior a la restante. El silicio, el hierro y el titanio se condensan entonces en la parte más caliente del condensador y el aluminio sobre la parte más fría.

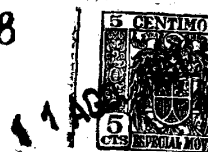
275.

Igualmente, es posible crear dentro del horno de destilación zonas de temperatura diferentes, como se demuestra en el Ejemplo IV.

EJEMPLO IV -

280.

Las figuras 3 y 4 representan, dándose únicamen-



te como ejemplo, un horno en que se pone en práctica dicho principio; la figura 3 representa la vista del corte longitudinal central, y la figura 4 una vista del corte transversal según la línea 4-4, de la figura 3.

- 285. La cámara del horno, así como el forro g de éste, presentan una forma de cono truncado, la sección transversal aumenta de derecha a izquierda (figura 3). En el fondo del horno se encuentran instaladas tres cubetas, h, i, j; la primera de estas cubetas, h, saliendo de la derecha, recibe por el conducto g¹ la aleación para depurar, por ejemplo, una aleación de aluminio de un 13 % de silicio. La pared transversal opuesta, g², cercana de la tercera cubeta, j, está enfriada por una circulación de agua, en g³. Un canal, g⁴, situado a través de dicha pared fría, une la cámara del horno con el aparato productor de vacío (no representado); un tabique, g⁵, en forma de laberinto, protege el orificio de dicho canal, del lado de la cámara del horno. Se gradúa el enfriamiento de dicha pared g² del horno con el fin de que esta última se mantenga a una temperatura inferior a la del punto triple del metal (600°C por ejemplo). Los elementos de resistencia, k, están situados en la parte superior de dicha cámara del horno. Un tabique, l, separa esta zona superior calorífera del horno de las cubetas h, i, j, protegiendo los elementos de resistencia contra las proyecciones de metal.
- 290. Los elementos de resistencia k, y los niveles de las cubetas h, i, j, se separan gradual y regularmente del eje longitudinal del horno, lo cual permite graduar con precisión la temperatura de cada una de las cubetas; las temperaturas de dichas cubetas, que disminuyen de derecha a iz-
- 295.
- 300.
- 305.
- 310.



quiera, son determinadas por la presión que reina en la cámara del horno.

La primera cubeta h, que contiene la aleación para depurar, alcanza una temperatura aproximada de 1.450°C ,
315. por una presión de la cámara del horno del orden de 0,1 mm. de mercurio. El metal, que comienza a evaporarse un poco antes de alcanzar dicha temperatura, es conducido hacia la pared fría g² del horno, bajo el efecto de la diferencia de presión entre el recinto de dicha cubeta h, y las
320. cercanías de la pared fría g². Ha sido constatado que el metal se deposita en estado líquido sobre el umbral h¹, que separa dicha cubeta y la cubeta siguiente i; dicho umbral h¹ se encuentra a una temperatura de 1.380°C , por ejemplo. Una vez depositado, el metal líquido "trepa" sobre dicho umbral h¹, yendo a caer (como indica la flecha)
325. en la cubeta i. El porcentaje de este metal en Si, es inferior al 3%, mientras la destilación sea inferior al 90 % del contenido de la cubeta h.

El metal recibido en la cubeta i está estabilizado parcialmente; debido a que su temperatura queda estabilizada a 1.350°C , sigue, de todas formas, destilando, pero más despacio que en la cubeta h, a pesar de que la cubeta i se encuentra más cerca de la pared fría g², que ejerce un efecto acelerador sobre la destilación. El metal
330. "trepa" sobre el umbral i¹, que separa las cubetas i y j, según el mismo fenómeno observado en el caso de la cubeta h, yendo a vertirse en la cubeta j, lugar en que su porcentaje en Si ha de descender por debajo del 1 %.

La temperatura de dicha cubeta j, que forma recipiente colector del aluminio purificado, alcanza aproxi-
340.



madamente 1.200°C. temperatura en que la tensión del vapor del aluminio es muy débil. El metal queda estabilizado en su estado líquido por la presión que reina en la cámara del horno. La pared fría del horno g^2 , llega a cubrirse (en g^6) de metal sólido, que se funde y empieza a chorrear una vez que la temperatura ha alcanzado en la superficie su punto triple.

345.

El procedimiento de destilación continuo con reflujo puede utilizarse igualmente para la separación del aluminio del silicio y del hierro, utilizando una columna de destilación de platillos del modelo corriente, en la cual todas las partes que entran en contacto con el aluminio son de nitruro de aluminio.

350.

Puede utilizarse un cilindro sencillo en que se hayan introducido anillos de Raschig o incluso trozos en bruto de nitruro de aluminio sencillamente.

355.

El presente procedimiento es aplicable para la obtención de aluminio refinado de un porcentaje de 99,9 % a partir del aluminio comercial o de residuos de aluminios que no sean demasiado impuros, y todo ello mediante una sola destilación.

360.

- N O T A -

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que por ello se altere su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una Patente presentada en Francia con fecha 21 de Agosto de 1950, N° 595.593, acogiéndose por lo tanto a los benefi-

365.

370.



cios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por veinte años en España: "PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA PRODUCCION DE ALUMINIO POR DESTILACION DE ALUMINIO ALEADO A OTROS METALES"; caracterizándose por lo siguiente:

375.

1º - Procedimiento y aparato para la producción de aluminio por destilación de aluminio aleado a otros metales, por medio de la destilación directa de aleaciones de dicho metal o bien de residuos o desperdicios que le contengan, y a una temperatura y bajo un vacío elevados, utilizando para ello materiales que resistan en la práctica a la acción del aluminio líquido a la temperatura y bajo un vacío importantes.

380.

2º - Procedimiento y aparato para la producción de aluminio por destilación de aluminio aleado a otros metales, caracterizado porque la destilación está empezada a temperaturas y bajo presiones dadas por una curva pasando aproximadamente por los puntos siguientes:

385.

390.

0,03 mm.	de mercurio a	1.240°C.
0,3 mm.	"	1.340°C.
0,5 mm.	"	1.400°C.
1 mm.	"	1.455°C.

y la pureza del aluminio obtenido será mayor cuanto más baja sea la temperatura de destilación.

395.

3º - Procedimiento y aparato para la producción de aluminio por destilación de aluminio aleado a otros metales, caracterizado porque para obtener una separación lo suficientemente completa del silicio y del aluminio, se procede a efectuar varias destilaciones sucesivas, en las

400.



cuales cada una procede al tratamiento del condensado de la operación anterior.

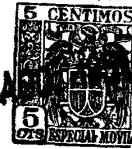
405. 4º - Procedimiento y aparato para la producción de aluminio por destilación de aluminio aleado a otros metales, caracterizado porque el silicio, el hierro y el titanio, son separados del aluminio por destilación continua de reflujo,

410. 5º - Procedimiento y aparato para la producción de aluminio por destilación de aluminio aleado a otros metales, caracterizado porque el aluminio destilado se condensa en esta líquido, por lo cual se puede obtener aluminio compacto.

415. 6º - Procedimiento y aparato para la producción de aluminio por destilación de aluminio aleado a otros metales, caracterizado porque el silicio, el hierro y el titano se separan del aluminio por condensación fraccionada, situando en aquellos lugares por los cuales pasan los vapores metálicos, superficies a temperaturas diferentes; el aluminio se condensará en la superficie más fría y las impurezas en las superficies cuya temperatura es más elevada.

420. 7º - Procedimiento y aparato para la producción de aluminio por destilación de aluminio aleado a otros metales, caracterizado porque se prepara aluminio puro a apartir de aleaciones que contengan combinaciones de aluminio y hierro o aluminio con hierro y silicio, destilando dichas aleaciones bajo un vacío y a una temperatura superior a 1.350°C y de preferencia superior a 1.400°C.

430. 8º - Aparato para realizar el procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, ca-



racterizado porque aquellas partes del aparato que están o pueden entrar en contacto con el aluminio en estado líquido, están construídas en carburo de silicio, carburo de aluminio y con preferencia en nitruro de aluminio.

435.

9ª - Aparato, según lo especificado en la reivindicación 8, caracterizado porque las partes del aparato que están en contacto únicamente con el vapor de aluminio (como ocurre, por ejemplo, con las resistencias de calentado), son de grafito compacto.

440.

10ª - Procedimiento y aparato para la producción de aluminio por destilación de aluminio aleado a otros metales; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria y representado en los dibujos que se acompañan.

445.

Esta Memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 11 AGO. 1951

PECHINEY

CIE. DE PRODUITS CHIMIQUES & ELECTRO-
METALLURGIQUES,

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODEJ

199198

FIG. 1

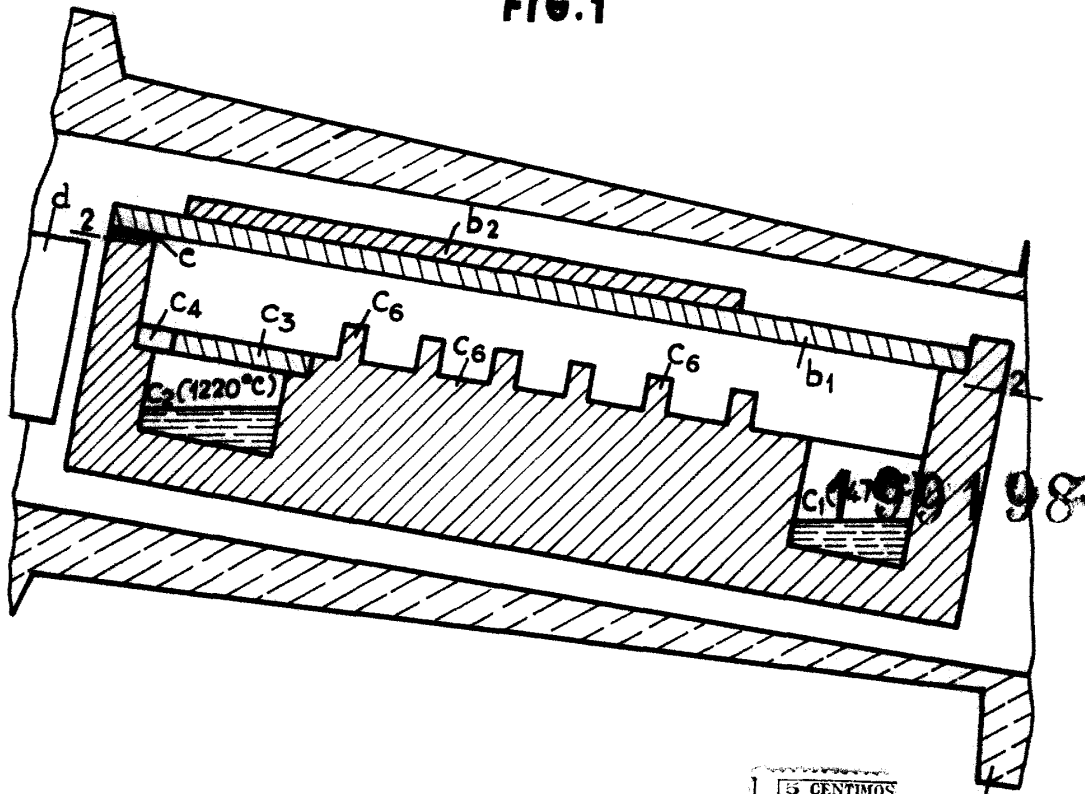
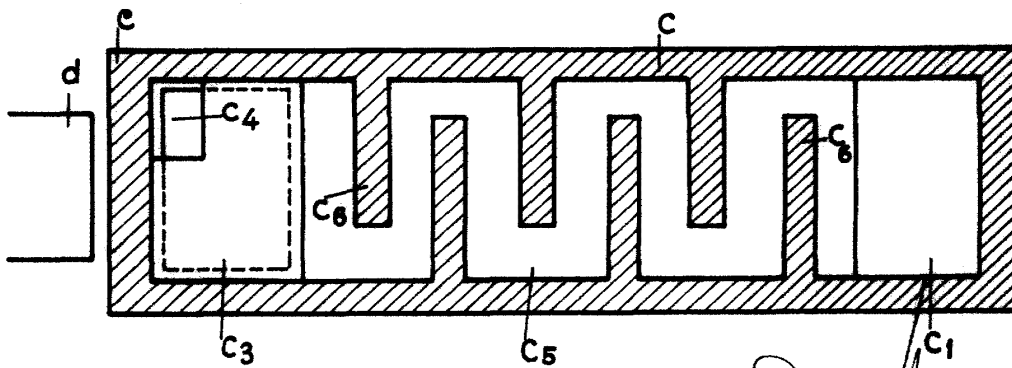


FIG. 2



MADRID DE 11 AGO. 1951 DE 1951

PECHINEY COMPAGNIE DE PRODUITS CHIMIQUES
ET ELECTROMETALLURGIQUES.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MOREY

199198

FIG. 3

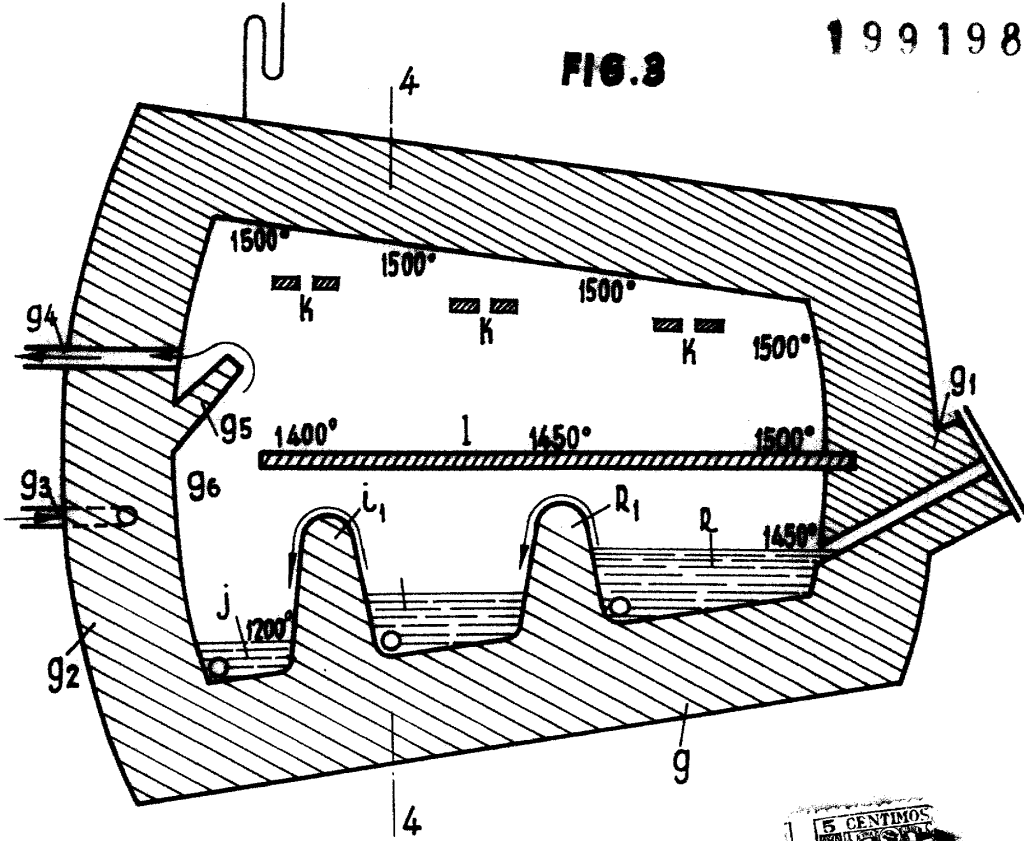
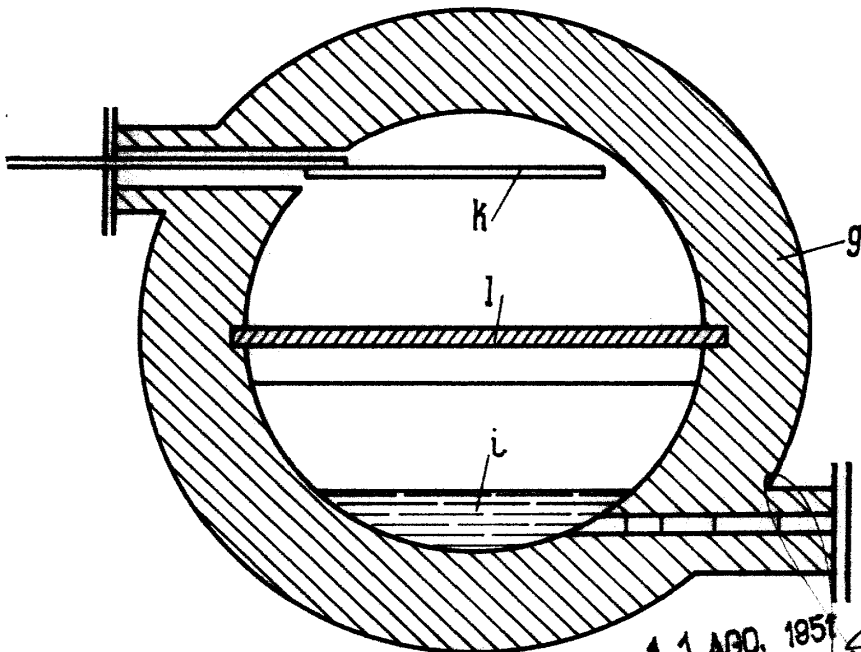


FIG. 4



MATRIU DE 11 AGO. 1951 DE 1951
PECHINEY COMPAGNIE DE PRODUITS CHIMIQUES
ET ELECTROMETALLURGIQUES.
P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MOSES