



5 D 10
PATENTE DE INVENCION
=====

B.475.
=====

08650
206659

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

sobre:

"Procedimiento para la fabricación del aluminio".
=====

SOLICITANTES: PECHINEY, Compagnie de Produits Chimiques et
Electrometallurgiques, entidad francesa,
con domicilio en 23 Rue Balzac, PARIS, Francia.

=====

- Quando se procede a reducir por medio de carbón las materias primas aluminosas, ya es sabido que se obtiene una aleación previa que, además de las impurezas de los materiales existentes al principio de la operación, contienen,
5. asimismo, alúmina y carburo de aluminio $Al^4 C^3$. Las impurezas están constituidas por el hierro, silicio y titanio. Mediante diversos procedimientos, se ha intentado llevar a cabo la separación del aluminio de estos productos embarazosos, pero hasta el presente, dichos procedimientos
10. no han llegado a abrirse paso bajo el punto de vista técnico.

206659

E 5 D 10



En efecto, han sido realizadas diversas tentativas para conducir fuera del horno, bajo forma gaseosa, los productos de la reacción Al y CO.



15. Pero el procedimiento tropieza con el inconveniente derivado de la gran velocidad del proceso inverso. Además, una parte importante de las impurezas vuelven a encontrarse en el producto de destilación.

20. Otro proyecto consiste en elevar la temperatura del aluminio entre 2600 y 2400° K., con objeto de separarle del CO. Pero a la temperatura mencionada la presión del vapor de aluminio es lo suficientemente elevada para que este procedimiento sea irrealizable en la práctica.

25. Por lo tanto, todavía no existe ningún procedimiento de reducción por el carbón de materias aluminosas por medio del cual pueda obtenerse de una manera sencilla un metal que posea una pureza comercial aceptable.

30. Las investigaciones llevadas a cabo por el Doctor Erhard GRUNERT sobre el equilibrio mencionado anteriormente, así como el del carburo Al_4C_3 , estrechamente relacionado, y asimismo el comportamiento de las impurezas durante la reducción, han servido para demostrar la existencia de un camino por medio del cual puede llegarse hasta tal procedimiento, el cual está basado en las siguientes aseveraciones:

35. El estudio de la formación y de la estabilidad del carburo de aluminio ha permitido comprobar que por encima de 1200° K. la velocidad de formación de Al_4C_3 , a partir de sus distintos elementos, queda regulada por la velocidad de difusión Al/Al $_4\text{C}_3$; de ello se deriva, que la
- 40.



206659

velocidad de formación Al^4C^3 está en relación con la temperatura, el tiempo, y, por último, la superficie de contacto.

45. Por ejemplo, para una superficie de aluminio de 7500 mm.² por gramo de aluminio, se obtiene un 100% de carburo en 5 minutos, a una temperatura de 1700° K.

50. Por encima de los 2200° K. empieza a manifestarse la disociación del carburo de aluminio en sus diversos elementos. A 2300° K. y bajo una presión normal, la descomposición no ataca todavía sino la superficie del carburo, debido a que la difusión de los gases en este último no es muy grande; contrariamente, la tensión de descomposición ya es lo suficientemente elevada para que pueda llegarse a descomponer industrialmente el carburo de aluminio, bajo una presión de 20-50 mmHg. Este resultado está de acuerdo con el valor, recientemente determinado, para el calor de formación de Al^4C^3 mediante su calor de disolución en HCl (- 30 K cal. ± 0,5 K cal. a 298° K.) . Por medio de esta cifra se encuentra, para 2300° K., una tensión de vapor de aluminio de 0,05 atm.

60. El estudio del comportamiento de las impurezas, ha permitido llegar a las siguientes conclusiones:

65. Los óxidos de hierro, silicio y titanio, son más fáciles de reducir que el propio aluminio. Por lo tanto, se corre el riesgo de volver a encontrarlos, aleados de manera cuantitativa al aluminio, en el producto finalmente obtenido.

70. Por otra parte, las combinaciones de hierro y aluminio $Fe-Al_m$, del silicio y del aluminio $Si Al_n$, y del hierro con el silicio y el aluminio $Fe-Si-Al_p$, así como

206659

501



los carburos SiC y TiC, etc. etc., son notablemente más estables que el carburo de aluminio a las temperaturas anteriormente mencionadas.

75. Por ejemplo, cuando se procede a la reducción de materias primas aluminosas, no se llega nunca a transformar cuantitativamente el aluminio en carburo, incluso cuando se utiliza un exceso importante de carbón, o cuando los componentes finamente triturados se encuentran mezclados íntimamente. Además de Al_4C_3 , se obtienen siempre aleaciones, como ocurre con $FeSiAl_{\frac{p}{n}}$, que contienen importantes cantidades de aluminio. Por otro lado, si se intenta proceder a la carburación de semejantes aleaciones a 2100° K., finamente trituradas y mezcladas estrechamente a un exceso de carbón, puede observarse que el ataque es débil, mientras que el aluminio solo, en condiciones semejantes queda, prácticamente, instantánea y completamente carburado.

La reducción de la alúmina por el carbono ha sido, igualmente, objeto de estudios.

90. Como es sabido, dicha reducción se lleva a cabo con una velocidad industrialmente utilizable únicamente a partir del momento en que la alúmina se encuentra en estado fluido, e incluso fundido.

95. Cuando la temperatura se eleva pocos grados más del propio punto de fusión de Al_2O_3 , es decir 2350° K. aproximadamente, la reacción es muy rápida. A 2500° K., dicha reacción es muy violenta y a la temperatura mencionada llega a producirse una rápida vaporización del contenido del horno.

100. La reducción de la alúmina conduce, en primer



206659

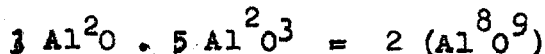
lugar, a la obtención del subóxido $Al^{2}O$.



105. El aluminio, siendo monovalente en $Al^{2}O$, este óxido pertenece, respecto de sus propiedades, al grupo de los óxidos alcalinos. Así, pues, tiene un carácter básico y proporciona sales con la alúmina ácida.

110. La existencia de tales sales se deduce de la curva de cristalización del sistema $Al/Al^{2}O^{3}$, conocida ya desde hace mucho tiempo. Dicha curva tiene, por ejemplo, un máximo a $2324^{\circ} K$ para una combinación a la cual los autores, en sus tiempos, no podían dar sino la fórmula bruta $Al^{8}O^{9}$, ya que las subcombinaciones del aluminio eran, entonces, desconocidas.

115. La combinación $Al^{8}O^{9}$, corresponde efectivamente a la sal



que contiene un 29% de $Al^{2}O$ y se funde a $2324^{\circ} K$.

120. De todo ello se deriva, que en el momento de la reducción de materias aluminosas, el subóxido $Al^{2}O$, puede encontrarse en la fase líquida y su concentración puede ser importante.

125. Por lo que se refiere a la existencia de $Al^{2}O$ en la fase gaseosa, se sabe que existe la posibilidad de destilarle bajo vacío, el cual puede elevarse a $1700^{\circ} K$. Las investigaciones han servido para comprobar que, incluso bajo una presión normal, $Al^{2}O$ puede tener una concentración importante en la fase gaseosa. Con este objeto se ha llevado a cabo el caldeo a $2000^{\circ} K$ de polvos de aluminio. El polvo de aluminio de calidad corriente se encuentra

130. muy oxidado en su superficie (un porcentaje de 13 % en

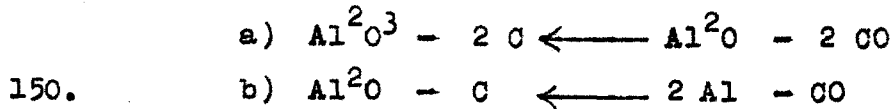
206659



135. $Al^{2}O^{3}$) por lo cual constituye una mezcla ideal de aluminio y de alúmina. A 2000° K la totalidad de la alumina destila cuantitativamente en un periodo de varios minutos fuera de dicho polvo, bajo la forma de $Al^{2}O$, y va a condensarse hacia lugares más fríos, bajo la forma de $Al^{2}O^{3}$. El mismo fenómeno se produce a temperatura más elevada, a partir de 2000° K. cuando se utiliza una mezcla de carbono y de alúmina, en una relación de 2 C por 1 $Al^{2}O^{3}$. La tensión de vapor de $Al^{2}O$ no es, por lo tanto, reducida, siendo notablemente más elevada que la del aluminio, siendo posible, pues, destilar $Al^{2}O$ a partir de 2000° K., bajo presión atmosférica y en una corriente de gas inerte.

140. A título de ejemplo, a 2350° K., es decir, un poco por encima del punto de fusión de la alumina pura, se obtiene una mezcla gaseosa conteniendo 10 % $Al^{2}O$, 27% Al y el resto CO.

145. Por último, las investigaciones han permitido comprobar la inversión de los procesos:



se produce a 1900° K. Por encima de la temperatura mencionada, la atmósfera gaseosa del horno queda ópticamente vacía. Al, $Al^{2}O$ y CO siguen existiendo simultáneamente. A 1900° K se produce un depósito compuesto de $Al^{2}O^{3}$, $Al^{4}C^{3}$ y C.

155. Las propiedades del carburo $Al^{4}C^{3}$, su gran velocidad de formación y, asimismo, su fácil descomposición bajo vacío, proporcionan la posibilidad de separar el aluminio de sus impurezas.

160. Para ello es necesario llevar a cabo la reducción de la alúmina hasta el carburo con un rendimiento óptimo,

206659



con objeto de obtener un carburo bruto del cual, y por medio de un caldeo ulterior, pueda obtenerse un metal de aluminio de pureza comercial adecuada, caldeo que puede llevarse a cabo, por ejemplo, a 2300° K y bajo 20-50 mm.Hg.

165. Es imposible actuar de manera que la reducción de materias primas aluminosas sea llevada hasta el carburo en un solo tiempo, debido a que por encima del punto de fusión de la alúmina, temperatura necesaria para llevar a cabo una reducción a una velocidad industrial práctica, el carburo Al^4C^3 se descompone. La dificultad es solucionada de la forma siguiente, lo cual constituye la originalidad principal del procedimiento. La reducción de las materias aluminosas se lleva a cabo entre 2400° y 2500° K. y los productos gaseosos Al, Al^2O , CO son dirigidos hacia un carbono (coque, por ejemplo), evitando una reoxidación sensible de Al y Al^2 por CO, es decir, manteniéndose a una temperatura superior a 1700° K. y de preferencia superior a 1900° K. Se forma entonces carburo Al^4C^3 por fijación de Al y Al^2O por el coque, mientras que se evacua el óxido de carbono. Se obtiene, pues, de esta forma, la separación del aluminio y del óxido de carbono.
170. A continuación se descompone el carburo de aluminio, caldeándole a una temperatura y bajo un vacío convenientes, por ejemplo a 2300° K., bajo 20 a 50 mm. de mercurio. El carbono puede ser recuperado.
175. Dada la temperatura elevada del horno de reducción, es inevitable que ciertas cantidades de las impurezas contenidas en las materias primas (Fe, Si, Ti) destilen más o menos hacia la cámara de coque, cada una de ellas según su tensión de vapor. Si se trata únicamente de pequeñas cantidades, su presencia en el carburo bruto no supone ningún
- 180.
- 185.
- 190.

206659

ESTADO



inconveniente. El hierro, el silicio y el titanio quedan fijados en el carburo bruto, cierta parte bajo la forma de carburos, o bien bajo la forma de aleaciones con el aluminio, y las tensiones de vapor de todas estas combinaciones son bastante más débiles que la tensión de disociación de Al^4C^3 .
185. Por esta razón, únicamente se presentan, en cantidad insignificante, en el aluminio condensado obtenido por descomposición del carburo bruto.

Pero, tratándose de impurezas en mayor cantidad, las cantidades de aluminio, a las cuales vienen a ligarse dichos metales, ya sea en el horno de reducción o bien en la capa de carbón, cantidades de aluminio, que son, por lo tanto, perdidas, suelen ser entonces considerables. Es necesario, pues, eliminar las impurezas bajo la forma de aleación hierro-silicio-titanio, antes de proceder a reducir el corindón.
190.
195.

Por otra parte, resulta más económico llevar a cabo la reducción de manera que una gran parte del aluminio se escape bajo la forma de Al^2O . De esta forma, una fracción importante del calor de condensación de Al y Al^2O y del calor de formación del carburo, queda absorbida por la reducción de Al^2O en la capa de carbón y permite actuar sobre la temperatura de la chimenea.
200.

De acuerdo con el principio de la invención que nos ocupa, la reducción completa de la materia prima aluminosa será llevada a cabo en tres fases, a saber:
205.

La primera fase comprende dos tiempos.

1er tiempo - Preparación del corindón a partir de la materia prima aluminosa, tal como por ejemplo, la bauxita.
210.

206659



215. Reducción de la mayor parte de los óxidos de hierro, silicio y titanio, por medio de una cantidad voluntariamente limitada y calculada de carbono y colada de los metales correspondientes. Dicha reducción puede llevarse a efecto en un horno electrotérmico de tipo corriente, o bien en un horno metalúrgico corriente, alto horno, etc.

2º tiempo - A continuación:

220. Reducción del corindón formado por una nueva adición voluntariamente limitada y calculada de carbono, para destilar una mezcla de Al^2O , Al y CO.

225. La temperatura del corindón queda mantenida de preferencia entre 2400º K y 2500º K durante la reducción. Se opera a una presión cercana de la presión atmosférica, en atmósfera de óxido de carbono.

Viene después la segunda fase:

230. Reducción completa de Al y Al^2O en presencia de un exceso de carbono (por ejemplo, en una columna llena de coque) y formación de carburo de aluminio. El aluminio se combina con el carbono para formar Al^4C^3 casi instantáneamente a 1700º K y aún más. Por el contrario, para reducir rápidamente Al^2O es necesaria una temperatura de 2300º K. Se mantendrá, pues, a 2300º K la temperatura a la entrada de la columna de coque. Esta operación se lleva a cabo al brigo del aire, y, de preferencia, a una presión cercana de la presión atmosférica.

Viene por último la tercera fase:

240. Disociación del carburo de aluminio a una temperatura y bajo vacío adecuados, de preferencia a 2300º K., bajo 20 - 50 mm., de mercurio.

5 DIC.

206659



El aluminio queda condensado en estado sólido o líquido.

El carbono puede ser recuperado.

N O T A

245. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. Tamiebn se hace constar
250. que el invento corresponde a una patente francesa presentada en 19 de diciembre de 1951, nº 621.004 , acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de
255. Invención, por 20 años en España: "Procedimiento para la fabricación del aluminio"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1ª.= Procedimiento para la fabricación del aluminio, partiendo de materias primas aluminosas por reducción carbotérmica que se caracteriza esencialmente porque
260. comprende una primera fase de reducción de alumina fundida por carbono, una segunda fase que consiste en hacer pasar por el carbono los productos gaseosos resultantes de la referida primera fase y una tercera fase de descomposición en aluminio y en carbono del carburo de aluminio formado en
265. el curso de la referida segunda fase.
- 2ª.= Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizándose porque la referida primera fase comprende tres operaciones sucesivas, siendo la primera operación la reducción de los óxidos de elementos
270. de pesos atómicos superiores al del aluminio por el empleo

206659 DIC.



de una cantidad limitada de carbono, siendo la segunda operación la separación de los elementos fundidos así obtenidos y la tercera operación la reducción de la alumina fundida que queda después de la segunda operación, por adición de una nueva cantidad de carbono.

275.

3ª.= Procedimiento, según reivindicación 2ª, caracterizándose porque la tercera operación de la primera fase mencionada se efectúa a una temperatura comprendida entre 2400º K. y 2500º K., prácticamente sin aire.

280.

4ª.= Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizándose porque los mencionados productos gaseosos que han de pasar al carbono se mantienen a una temperatura superior a 1700º K.

285.

5ª.= Procedimiento según reivindicación 4ª, caracterizándose porque la temperatura de los referidos productos gaseosos que han de pasar por el carbono, es superior a 1900º K.

290.

6ª.= Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizándose porque la temperatura del carbono en la referida segunda fase se mantiene a 2300º K., en la zona de llegada de los productos gaseosos.

7ª.= Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizándose porque la referida segunda fase, se efectúa bajo una presión cercana a 1 atmósfera.

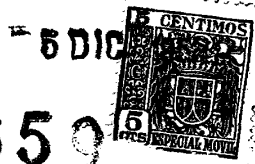
295.

8ª.= Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizándose porque la referida tercera fase se efectúa a una temperatura superior a 2200º K., bajo una presión inferior a 1 atmósfera.

300.

9ª.= Procedimiento, según reivindicación 8ª, caracterizándose porque la expresada temperatura es de unos

206650



2300° K. y la presión de 20 - 50 mm. de mercurio.

102.= Procedimiento para la fabricación del aluminio; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

305.

Madrid, 5 de diciembre de 1952.

PECHINEY, Compagnie de Produits

Chimiques et Electrometallurgiques.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODET