

AÑO 1958

Expediente núm.



243364

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por VEINTE años, en España

a favor de

ALUMINIUM LABORATORIES LIMITED, de nacionalidad
canadiense domiciliado en 1800 Sun Life Building,
calle ~~de~~ Montreal, Quebec, Canada. ~~núm.~~

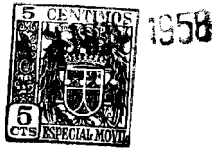
por:

PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR ALUMINIO METALICO DE GAS
DE SUBHALURO DE ALUMINIO"

Nº 9134

Agente Sr. ELZABURU

10 NOV 1958



243364

PROCESO DE DESALMINO.

para obtener

PAPELES DE INVENTOR

en

ESPAÑA

por VEINTIUN años

a nombre de ALUMINUM LABORATORIES LIMITED, entidad canadiense, establecida en 1500 Sun Line Building, Montreal, Quebec, Canada, por:

"PROCEDIMIENTOS PARA RECUPERAR ALUMINIO A PARTIR DE SUBSTRATOS METALICOS OXIDADOS".

Esta invención se refiere a la manera de desalminar en el estado del aluminio, por ejemplo, a partir de materiales metálicos o compuestos que contienen aluminio y otros metales, y en particular, los presentes perfeccionamientos se refieren a la recuperación de aluminio metálico a partir de su estado en forma de gas o de vapor. En tal procedimiento, que se denomina también a veces desalminación catalítica, el material que lleva aluminio, líquido o en estado gaseoso, se trata para obtener aluminio en estado gaseoso, a una temperatura



NOV. 1958

943364

ra elevada, y el gas que comprende el subaluro se conduce a un convertidor donde tiene lugar una reacción química inversa que asegura la disociación del subaluro para dar metal estannoso relativamente puro, junto con haluro de antimonio normal que es separable o se separa, por ejemplo, preferentemente quedando en forma gaseosa y a veces hasta fuera del convertidor. La presente invención tiene por objeto proporcionar un aparato y procedimiento mejorado para descomponer subaluros volátiles, por ejemplo, en forma gaseosa, a partir del gas subaluro por la reacción directa de disociación o de descomposición, denominándose dicho dispositivo el aparato o convertidor utilizado para esta operación, respectivamente.

En una forma preferida de poner en práctica el proceso de destilación mencionado, el subaluro volátil se suelta en un convertidor adecuado donde se calienta y en el que se pone en contacto con el mismo un haluro en estado gaseoso, por ejemplo, triclóruro o tricloruro de antimonio, de SnCl_3 o SnCl_2 , haciendo variar convenientemente el grado de antimonio y bromuro de antimonio. La temperatura apropiada, ordinariamente del orden de 1000° C. y más, y la proporción adecuada, que puede ser la adecuada o inferior a la mencionada, el haluro gaseoso reacciona con el subaluro existente en el material para producir en forma gaseosa un subaluro de antimonio, por ejemplo, un subaluro. Así, cuando el vapor de subaluro es tricloruro de antimonio, el gas conductor usado en el convertidor contiene, por lo menos, una proporción considerable de cloruro de antimonio.

El gas convertido, que puede contener también algo de haluro sin reaccionar, se lleva a la región de descomposición donde se mantiene una temperatura conveniente entre menor, de

243364



forma que se produce la reacción inversa, volviendo el subhi-
drato a convertirse en aluminio y cloruro de aluminio normal. Se
recoge el aluminio metálico, mientras que el aluminio normal que se
se lleva a la regeneración y nuevo empleo. Por estas operacio-
5 nes químicas que llevan al nombre de destilación subhi-
drato aluminio muy puro y relativamente puro partiendo de un
tanque que contiene aluminio, de pureza como mejor.

Se ha encontrado que la descomposición del subhi-
drato de aluminio puro en forma subhi-
10 drato efectivo en un recipiente dispuesto y que funciona de
la manera llamada condensador de tipo de salpicadura, en el cual
el gas de pureza en contacto con aluminio fundido, por
ejemplo, aprovechando por las salpicaduras o flujos más o menos
continuos, del tipo líquido, de forma que la superficie aplica-
15 da de este último ejerza el necesario efecto refrigerante sobre
el gas, para producir la reacción inversa o reacción de descom-
posición en un grado eficiente. La operación abarca el manteni-
miento de una masa considerable de aluminio fundido (a partir
de la cual se crea la salpicadura o flujo) y el enfriamiento
20 de esta masa, es decir la separación de calor de la misma de
manera que se mantiene la temperatura deseada para la reacción
de descomposición. En condensadores de salpicadura corrientes
para estos fines, la separación de calor se efectúa por medio
25 de tuberías refrigerantes, cañales o dispositivos similares que atra-
viesan el metal fundido en una posición adecuada, o dispositivos
algunas veces en el tipo de rodillos. Se ha encontrado ahora,
sin embargo, que se evitan dificultades en la operación ante-
rior de descomposición de subhi-
30 drato de aluminio, porque las tu-
berías o conductos, tal como las tuberías de acero, que tienen
suficiente resistencia mecánica y conductividad térmica necesari-

243364



07 1956

da para ser empleadas en los medios refrigerantes, tienden a disolverse en el aluminio fundido, con la consiguiente contaminación de este último.

De acuerdo con la presente invención, que tiene por objeto superar la dificultad anterior y proporcionar un procedimiento y un aparato perfeccionados para la descomposición de dicho vapor de subhaluro, la operación de condensación o descomposición se efectúa poniendo el vapor en contacto íntimo con el aluminio fundido en un punto de una masa de este último, y por encima del mismo, y enfriando la masa fundida, por ejemplo, de manera que se mantenga a temperatura adecuada para la reacción de descomposición o condensación del vapor, manteniendo una cantidad de sal fundida en contacto íntimo de intercambio térmico con el aluminio fundido en otro punto, mientras se retira calor de la sal fundida. Según una forma de la invención, especialmente ventajosa, la sal fundida se mantiene en una masa que flota sobre el aluminio fundido en un punto que está esencialmente aislado de la trayectoria del vapor de subhaluro, mientras que el metal circula entre la región de condensación o descomposición y la proximidad de la masa salina. Puede efectuarse el enfriamiento de la sal fundida de un modo adecuado que evite la exposición de las tuberías de enfriamiento u otros elementos de cambio térmico, a la acción del aluminio metálico. Por ejemplo, los serpentines refrigerantes o dispositivos análogos pueden sumergirse en la sal fundida, o hacer circular la sal por medio refrigerantes externos.

Otro procedimiento que puede utilizarse consiste en emplear una sal fundida más densa que el aluminio. En este caso, la sal fundida puede confinarse en un pozo o en otra región separada en el fondo de una parte de la masa de aluminio fundida,

243364



adoptando las disposiciones correspondientes para retirar el calor de la sal.

Como se ha dicho, el aluminio fundido se hace circular entre los puntos de descomposición de subhaluro y de enfriamiento por la sal fundida, para eliminar de modo eficiente el calor originado en la reacción de descomposición o disociación. A medida que transcurre la operación, puede retirarse aluminio fundido, de modo continuo o intermitente, de la masa de dicho metal, para constituir el producto deseado del descomponedor.

A título de ejemplo, el dibujo muestra ciertas formas de aparato en el que se incorpora y pone en práctica la invención.

Con referencia al dibujo:

La figura 1 es un corte longitudinal vertical de una forma de dicho aparato, representado en forma muy simplificada y algo esquemática;

La figura 2 es un corte horizontal fragmentario sobre la línea 2 - 2 de la figura 1;

La figura 3 es un corte horizontal fragmentario, análogo a la figura 2, mostrando un dispositivo refrigerante modificado; y

La figura 4 es un corte vertical fragmentario, análogo a la figura 1, ilustrando otra incorporación de la invención.

Haciendo referencia a las figuras 1 y 2, el aparato comprende una vasija cerrada 10, de material refractario adecuado o bien forrada con material de este tipo, es decir apropiado desde el punto de vista mecánico para el objeto perseguido, y prácticamente inerte a la alteración por aluminio fundido y haluros de aluminio a las temperaturas que intervienen, siendo ejemplos de este tipo de material el carbono, el grafito, los

243364



refractarios de tipo de alúmina, y análogos. La vasija está
construida de manera que contenga una masa sustancial de alu-
minio fundido de gran pureza, 11, por ejemplo, hasta un nivel
según se representa, en la totalidad de su parte del fondo, de
5 manera que la superficie del aluminio fundido esté expuesta en
la sección o espacio de descomposición designada de modo general
con 12. La cámara de descomposición 12 está provista convenientemente
con medios de separación o tabiques que sobresalen hacia abajo, o análogos,
10 tal como el tabique 13, que divide la cámara en una sección de entrada 14
y una sección de salida o salpicadura 15. Así, el gas de subhaluro de aluminio
introducido por el conducto de entrada 16 en la parte superior de la sección
de la cámara 14, pasa a esta última, por debajo de la placa o tabique 13,
15 que está construida con material análogo a las paredes 10 y después por la
sección 15 hasta un conducto de salida 17 que está en la parte superior.

Un agitador rotatorio o impulsor 18, montado sobre un árbol motor 19
y que penetra en parte en el aluminio fundido, mantiene un riego o
rociado prácticamente continuo del metal en la sección de la cámara 15.
20 El gas subhaluro atraviesa, pues, una región en la que las corrientes
y las gotas del metal en todo el espacio y descendiendo por las paredes,
proporciona un área superficial grande que tiene una temperatura sustan-
cialmente menor que la del gas. Como consecuencia, se produce
25 una transferencia térmica efectiva desde el gas al metal fundido,
efectuando la deseada reacción de descomposición o disociación, con lo
cual el subhaluro de aluminio se convierte nuevamente en haluro de aluminio
normal y aluminio metálico. El aluminio reconvertido se deposita en el
metal que está salpicando y de este modo se acumula en la masa principal
30 de aluminio 11.

243364



El tabique o placa de desviación 13, si se emplea, separa la sección de entrada 14 de la salpicadura violenta en la sección de la cámara 15, de manera que mantiene el metal fuera de la tubería de entrada 16 y cualquier otro paso que abre en la sección 14.

Existe una cámara de refrigeración 20 en un punto de la vasija, por ejemplo en el extremo apartado de la conducción de salida 17, por un tabique más, 21, de dimensiones tales que sobresale prácticamente por debajo de la superficie del aluminio fundido 11, de modo que proporciona una región aislada del flujo principal de gas que se está tratando y de la turbulencia o salpicadura en la cámara de descomposición 12. Este tabique, construido de material refractario adecuado lo mismo que las otras partes de la vasija, puede tener un pequeño paso o pasos 22, cerca de su parte superior, para igualar la presión entre las cámaras 12 y 20.

Flotando sobre la superficie del aluminio fundido que está en la cámara 21, se mantiene una masa o capa de sal fundida 24, para eliminar calor del aluminio. Se dispone de intercambio térmico para enfriar la sal fundida. Por ejemplo, en la figura 1, las tuberías de enfriamiento 25, dispuestas en bucles o serpentes adecuados, están montadas para que queden dispuestas totalmente dentro de la masa salina fundida. A través de las conexiones de entrada y salida, 26, 27, se hace circular continuamente un líquido refrigerante, por ejemplo agua, a través de las tuberías 25, desde una fuente exterior, que no se representa en el dibujo.

Aunque pueden disponerse medios separados, si se desea, el impulsor de salpicadura rotatorio 13 sirve para favorecer la circulación del aluminio fundido entre la región por debajo de

243364



la cámara de descomposición 12 y la cámara de refrigeración 20, para ayudar a la sal fundida a mantener el aluminio en la temperatura deseada, suficientemente baja para el funcionamiento eficiente de la extracción de calor para la operación de descomposición en la sección de la cámara 15. En el ejemplo de aparato 5 ilustrado, el árbol impulsor 19 proyecta en la sección de cámara 15 a través de un cojinete cerrado convenientemente 30 en una porción inclinada de la cubierta 31 de la vasija. El árbol 19 gira por medios de accionamiento apropiados, no representados. 10 El impulsor y el árbol 19 están contruidos con un material que tiene la resistencia apropiada y la estabilidad adecuada al aluminio fundido, o revestido con dicho material, tal como por ejemplo grafito, nitruro de boro, carburo de silicio o nitruro de silicio. El impulsor 19 es de diseño de palas u hojas o análogo, para producir el riego o cascada deseada de metal en la 15 región 15 y proporcionar una circulación cerrada continua en la masa de aluminio fundida 11, entre la región 15 y la posición por debajo de la capa de sal fundida 24 en la cámara 20, para mantener el metal convenientemente enfriado.

20 Puede disponerse una tubería de salida 35 u otro medio adecuado, para la eliminación continua o periódica de aluminio fundido de la vasija, de manera que se mantenga en esta última prácticamente el mismo nivel. El producto que resulta de la acción de descomposición es suministrado, en efecto, a través de 25 la tubería 35.

El gas que contiene el subhaluro de aluminio, avanzado bajo la influencia de una bomba adecuada (no representada) aguas abajo de la tubería de salida 17, se hace pasar continuamente a la sección de la cámara 15, donde se enfría por el metal salpicante y sufre la reacción de descomposición, produciendose el 30

243364



195

correspondiente depósito de aluminio metálico en el baño 11.

El gas agotado sale por la tubería 17 y está constituido esencialmente solo por haluro normal, si el proceso trabaja con la eficiencia deseada para la descomposición prácticamente completa de subhaluro. El calor separado en la reacción de descomposición se absorbe por el aluminio fundido 11 y desde este último es recogido por la capa salina fundida 24 que, en efecto, le traslada al refrigerante circulante en las tuberías 25.

A título de ejemplo, el gas suministrado en el conducto 16 puede derivar de un convertidor apropiado, según se ha descrito arriba, y puede contener monoclорuro de aluminio. Como es natural, puede contener también cloruro normal sin reaccionar, es decir, tricloruro de aluminio gaseoso. La reacción de conversión original puede efectuarse a varias temperaturas y presiones. Generalmente la atmosférica o inferior a la atmosférica. Por ejemplo, un modo de operar preferido actualmente consiste en suministrar el gas que contiene el monoclорuro, a la cámara 12, a una temperatura que está comprendida entre los límites de 1000 y 1200° C y más. Por la reacción de descomposición al eliminar el calor en la sección de la cámara 15, el monoclорuro de aluminio ($AlCl$) se reconvierte en tricloruro de aluminio y aluminio elemental. El gas descargado por la tubería de salida 17 está constituido, pues, preferiblemente solo por tricloruro de aluminio, que puede recogerse o tratarse de cualquier otro modo para utilizarle de nuevo en el tratamiento de conversión.

Las temperaturas de la masa de aluminio 11 y la capa salina 24 se mantienen en valor adecuados para sus funciones refrigerantes deseadas, como se comprenderá fácilmente. Por ejemplo, si la temperatura del gas que entra en el descomponedor es de 1000 a 1200° C., el aluminio fundido puede mantenerse conveniente-

243364



1958

mente a una temperatura de 700-800° C y, para lograr esto, la solución salina fundida 24, se mantiene preferiblemente a una temperatura de 200-400° C., por ejemplo, haciendo circular agua de refrigeración por las tuberías 25 a la temperatura ambiente.

5 Para la capa refrigerante 24, pueden emplearse varias sales o mezclas salinas, convenientemente inertes y que tengan un punto de fusión apropiado. Un ejemplo conveniente es una mezcla de cloruro sódico y tricloruro de aluminio, preferiblemente en proporciones que mantengan el material en forma completamente
10 fundida a una temperatura relativamente baja y se eviten las pérdidas por vaporización. Una proporción preferida de estos componentes son las denominadas composiciones de equilibrio, constituidas por ejemplo por las siguientes proporciones en peso de NaCl y AlCl₃ para las temperaturas y presiones que se indican:

15

Temperatura salina (° C.)	Presión (atmosferas)	Composición salina	
		% AlCl ₃	% NaCl
330°	1	77	23
250°	1	81	19
200°	1	84	16
220°	0,4	80	20

20

Ejemplos de otras sales o mezclas salinas, que tiene un peso específico suficientemente bajo para flotar sobre el aluminio fundido, son: cloruro potásico (KCl) y tricloruro de aluminio (AlCl₃); cloruro cálcico (CaCl₂) y tricloruro de aluminio; y cloruro de litio (LiCl) y tricloruro de aluminio.

25

La figura 3 presenta otro modo de enfriar la sal fundida 24 en la cámara 20, en este caso por circulación externa de la mezcla salina, en forma líquida, a través de una tubería 40,

30

243364



1958

una unidad de refrigeración 41, por ejemplo, de tipo radiador,
y luego retornando a través de tuberías 42 y 43, a la cámara
24, por ejemplo, por el lado opuesto. Esta circulación se efec-
tua por medio adecuados, tal como una bomba 45 en la línea de
5 tuberías 42, 43.

En algunos casos, puede emplearse una sal o mezcla salina
fundida que tiene una densidad mayor que el aluminio fundido.
Así, por ejemplo, la figura 4 presenta un dispositivo que com-
prende no solamente una estructura de tabique 21a que separa la
10 cámara de descomposición, sino también medios para retener una
capa sumergida 47 de sal fundida separada de la turbulencia del
impulsor 13. Aun cuando tales medios pueden ser un pozo inferior
al nivel del suelo normal de la vasija 11, la figura 4 presenta
un elemento de tabique o placa de desviación 43 de material re-
15 fractario, alineado con la placa o tabique superior 21a y que
sobresale hacia arriba desde el suelo de la vasija. Como en las
figuras 1 a 3, hay previstos medios refrigerantes adecuados para
la masa de sal fundida, por ejemplo, tuberías refrigerantes 49
correspondientes a las tuberías 25.

El procedimiento para la figura 4 es esencialmente el mis-
mo que se ha descrito. La descomposición se efectúa en la sección
de cámara de salpicadura 14, y el aluminio fundido se hace cir-
cular por el impulsor (como en la figura 1) en relación de inter-
cambio térmico con la sal fundida 47 para retirar el calor de la
25 reacción de descomposición. Un ejemplo de una mezcla salina ade-
cuada, convenientemente inerte para aluminio líquido, que tiene
una densidad mayor que este último, es bromuro de bario y tri-
bromuro de aluminio, por ejemplo, en las proporciones en peso
de 28 %, BaBr_2 y 72 %, AlBr_3 .

Aún cuando en algunos casos, especialmente con los dispo-

243364



358

sitivos de las figuras 1 a 3, la porción de la vasija que contiene la sal fundida puede estar abierta a la atmosfera y el tabique 21 será entonces imperforado, el dispositivo de la cámara cerrada 20 con la abertura de igualación de presión 22 es ventajoso y desde luego, suele ser necesario cuando el gas que contiene el subhaluro se produce y se suministra a una presión sustancialmente menor de la atmosferica.

El aparato y procedimientos descritos proporcionan un medio efectivo para recuperar aluminio por descomposición del subhaluro, tal como monocloruro de aluminio o monobromuro de aluminio en forma gaseosa, eliminando eficientemente el calor de descomposición y evitando la exposición del aluminio a los medios refrigerantes que podrían contaminarlo.

Se sobreentenderá que la invención no está limitada a las formas especificas aqui señaladas y descritas, sino que puede realizarse por otros modos sin apartarse de su espíritu.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en E.U.A. el 9 de agosto de 1.957, con el número 677.318, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTIUNO años, son los siguientes:

1º Procedimiento para recuperar aluminio metálico a partir de subhaluro de aluminio gaseoso por descomposición del mismo, que comprende someter dicho gas a la acción de aluminio fun-

243364



dido a una temperatura menor que el gas para efectuar dicha descomposición, y mantener dicho aluminio fundido a la citada temperatura sometiendo sal fundida a la acción de dicho aluminio fundido y eliminando calor de la citada sal fundida.

5 2º.- Procedimiento según se reivindica en la reivindicación 1, en el que la exposición del gas al aluminio fundido se efectúa haciendo pasar el gas a un riego del aluminio desde una masa del mismo, manteniendo dicha sal fundida en contacto con la citada masa.

10 3º.- Procedimiento para recuperar aluminio metálico a partir de subhaluro de aluminio gaseoso, que comprende establecer una masa de aluminio fundido, conducir el gas hasta el contacto íntimo con aluminio fundido en un punto de dicha masa, y enfriar la masa para depositar aluminio en la masa por descomposición del
15 gas que entra en dicho contacto, manteniendo sal fundida en íntimo contacto con el aluminio fundido en otros punto de la citada masa, y enfriar dicha sal fundida.

 4º.- Procedimiento según se reivindica en la reivindicación 3, en el que el contacto íntimo del gas con el aluminio fundido se efectúa salpicando dicho aluminio en la trayectoria del
20 gas y en el que la sal fundida está confinada desde el punto de dicha salpicadura.

 5º.- Procedimiento para la recuperación de aluminio metálico a partir de subhaluro de aluminio gaseoso por descomposición
25 del mismo, que comprende hacer circular aluminio fundido entre zonas de descomposición y refrigeración, conducir el subhaluro gaseoso hasta el íntimo contacto con el aluminio fundido en la zona de descomposición, y mantener el aluminio fundido a una temperatura para enfriar el vapor de subhaluro para efectuar dicha
30 descomposición, sometiendo dicho aluminio fundido a la acción



243364

de sal fundida en dicha zona refrigerante, y eliminando calor de la sal fundida.

6º.- Procedimiento según se define en la reivindicación 5, en el que el contacto íntimo del subhaluro gaseoso con el aluminio fundido se efectúa rociando el aluminio a través de dicha zona de descomposición, mientras se introduce dicho gas en la misma, para depositar sobre dicho aluminio fundido el aluminio así producido por la descomposición del gas.

7º.- Procedimiento para recuperar aluminio metálico a partir de subhaluro de aluminio gaseoso, que comprende establecer una masa de aluminio fundido, conducir el gas hasta contacto vigoroso con aluminio fundido en un punto de dicha masa, y separar calor del aluminio fundido para rebajar la temperatura del gas que entra en dicho contacto, para descomponer el gas depositando aluminio en la masa, manteniendo sal fundida en contacto separador de calor con el aluminio fundido en otro punto de la masa, y enfriando dicha sal fundida, mientras se confina la citada sal fundida contra el flujo a dicho punto primeramente mencionado y mientras se hace circular el aluminio fundido por ambos puntos para favorecer la eliminación de calor del mismo por la sal.

8º.- Procedimiento para recuperar aluminio metálico a partir de subhaluro de aluminio gaseoso.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se



han especificado.

243364

Esta memoria consta de quince hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

13 NOV. 1958

P. A.



29

243364

Fig. 1.

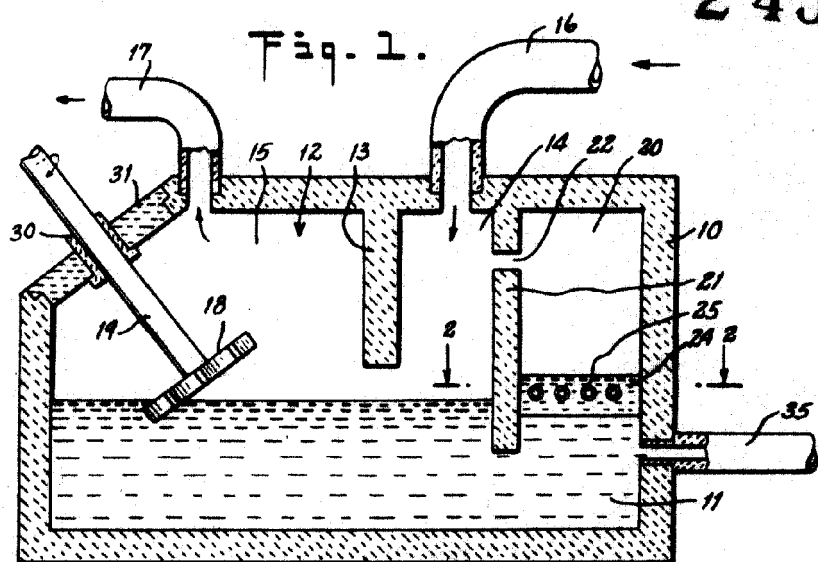


Fig. 2.

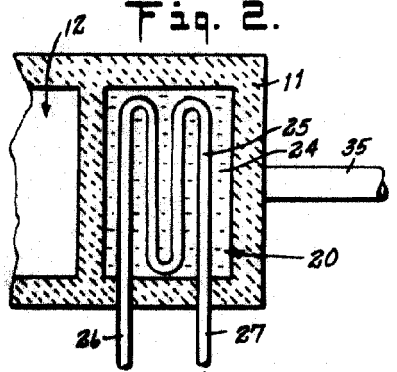


Fig. 3.

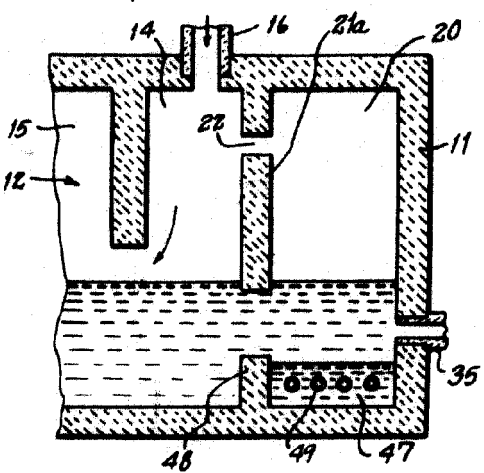
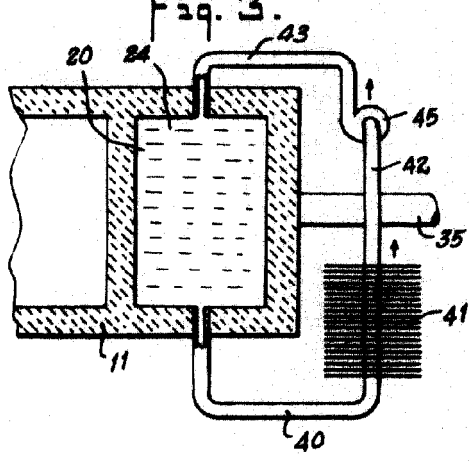


Fig. 4.

Alberca de Estudios
Alberca de Estudios