

257224



257224

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CLORUROS METALICOS
CON LA DISPOSICION CORRESPONDIENTE PARA REALIZARLO", a favor
de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA
(Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento
para la preparación de cloruros metálicos mediante transposi-
ción de cloro con el metal fundido.

5. Tales procedimientos para la preparación de cloruros
metálicos son conocidos, por ejemplo por la Memoria de patente
estadounidense 2 849 293 (Wendell et al.). Si el metal utiliza-
do como material de partida no es puro, entonces entran en el
cloruro metálico impurezas clorables, pudiendo ser eliminadas
del mismo solamente mediante procedimientos engorrosos. Así
10. por ejemplo apenas se puede evitar en la preparación de cloruro



257224

de aluminio la formación de cloruro férrico, puesto que el aluminio utilizado como material de partida siempre contiene reducidas cantidades de hierro. En los procedimientos continuos tales impurezas ocasionan dificultades ulteriores, ya que en el transcurso del tiempo se van acumulando en los aparatos impurezas y productos secundarios en forma de escorias que causan perturbaciones. Entonces la cloración tiene que ser interrumpida continuamente para limpiar los aparatos.

5.

10.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la cloración continua de metal fundido mediante transposición con cloro, caracterizándose porque la cloración del metal y la descarga del calor reaccional que se origina durante la reacción son efectuadas en zonas separadas y el metal líquido es mantenido en circulación continua entre ambas zonas.

15.

Al efecto, la zona de enfriamiento está dispuesta concéntricamente alrededor de la zona de cloración.

La invención se refiere, además, a una disposición para llevar a cabo el procedimiento.

20.

A continuación se facilita un ejemplo de realización del invento a base de los dibujos adjuntos, a cuyo efecto ilustran la

figura 1, la disposición de principio de la totalidad de los aparatos, y la

25.

figura 2 y 3 el recipiente utilizado para la cloración, en planta y proyección horizontal.

30.

La disposición de conjunto representada en la figura 1, sirve para la preparación de cloruro de aluminio. El aluminio fundido se encuentra dentro de un crisol 10 en el que es introducido el cloro a través de un conducto 12. Encima del crisol se encuentra un embudo colector 14 para el cloruro de alu-



257224

minio gaseoso ascendente. Del extremo superior del embudo llega el cloruro de aluminio gaseoso a través de un tubo de comunicación 16 en una cámara de enfriamiento 18 en la que se deposita en forma sólida. Se acumula en la parte inferior 19 de la cámara 18, que se descarga mediante un tornillo sin fin 20, siendo transvasado por ejemplo a un envase de transporte 22.

El crisol 10 utilizado para la cloración está ilustrado con sus unidades según el invento en las figuras 2 y 3.

Como enseña la figura 2 en sección, se encuentra en el interior del crisol 10 el metal fundido 30. El cloro es introducido, a través de un número mayor, según el dibujo de cuatro toberas 32, desde abajo en el crisol. Dentro del crisol se encuentra, sumergida en el metal, una inserción 34 provista de una perforación vertical que está alojada mediante los pies 35 en el interior del crisol. A la vez presenta tal distancia del fondo de crisol y de la superficie del nivel de metal que la circulación continúa, indicada por las saetas 38, del metal puede efectuarse a través de la perforación de la inserción 34. Esta inserción divide el contenido del crisol, es decir, por lo tanto el metal que se encuentra en el crisol según la invención en dos zonas comunicadas entre sí, o sea en la primera zona de cloración 40, propiamente dicha, que se encuentra dentro del anillo, y una zona de enfriamiento fuera del anillo.

Encima de la inserción se encuentra un embudo colector 42 para el cloruro de aluminio que se escapa de la masa metálica fundida. El borde inferior 44 de este embudo colector está sumergido en el metal y precisamente de modo que entre el borde del embudo y el borde superior 46 del crisol 10 queda una ranura anular 48 abierta hacia arriba. Esta ranura forma una parte de la segunda zona antes mencionada, separada por el anillo 34.



25.224

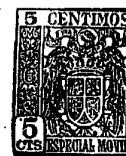
El embudo 42 ventajosamente, está alojado en salientes radiales 36 de la inserción 34 y centrado.

En un desarrollo ulterior de la invención se encuentra en el interior del embudo 42 una inserción 50 de inyección que según la representación gráfica presenta una forma apuntada cónicamente hacia arriba y abajo. Esta inserción de inyección se encuentra encima de la superficie del nivel del metal en el interior del embudo 42. Mediante esta pieza intercalada se evita que salpicaduras metálicas arrastradas por la salida del cloruro de aluminio de la masa metálica fundida sean lanzadas contra el extremo superior del embudo, solidificándose ahí y que obstruyan de este modo el embudo en el transcurso del tiempo. Según la representación está centrada la inserción de inyección 50 mediante varias nervaduras radiales 52 en el borde superior 62 de la inserción 34 y apoyada a la vez contra el interior de embudo.

En la ranura anular abierta entre el borde de crisol y el embudo es cargado posteriormente aluminio sólido en forma apropiada en la zona de enfriamiento que se va fundiendo y hundiéndose paulatinamente en la masa fundida.

En la disposición representada es incorporado mediante las toberas 32 cloro en el metal 30 fundido que se encuentra en el crisol, a cuyo efecto las toberas se encuentran debajo del taladro de la inserción 34. El cloro reacciona bajo generación de calor con el material que se encuentra en el interior de la inserción 34 y el cloruro de aluminio que origina se escapa en forma de gas de la masa fundida.

Puesto que el borde superior de la inserción 34 se encuentra dentro del embudo colector 42, es recogida la totalidad del cloruro de aluminio formado, pudiendo ser conducida



257224

a través del tubo de comunicación 16 en la cámara de enfriamiento 18.

En virtud del cloruro de aluminio gaseoso ascendente,

así como por el calor de cloración, es causado un movimiento

5.

ascendente del metal en el interior del anillo 34. El metal

va subiendo más allá del borde superior 62 de la inserción 34,

llegando, como se indica por las saetas 38, a la zona de en-

friamiento situada entre la inserción 34 y la pared de crisol.

Como sea que la pared de crisol hacia el exterior no está ais-

10.

lada contra el calor y que según un desarrollo ulterior de la

invención consiste en un material conductor de calor lo más

bueno posible, el metal se enfría en la segunda zona, va bajen-

do hacia abajo y llega a través de la hendidura entre el fondo

de crisol y el borde inferior de la inserción 34, otra vez en

15.

la zona de cloración propiamente dicha. Por consiguiente tiene

lugar una circulación continúa entre ambas zonas, a cuyo efecto

la zona reaccional se encuentra dentro, y la zona de enfria-
miento fuera, de la inserción 34.

Las escorias que se originan por reacciones secundarias

20.

con aditamentos del metal y con impurezas del cloro, llegan

por el ciclo en la segunda zona. Van subiendo hacia arriba y

acumulándose en la superficie de nivel de metal libre que se

encuentra entre el borde de embudo y el borde de crisol, o bien

se depositan en la pared de crisol, siendo entonces eliminadas

25.

periódicamente desde el exterior.

Tales escorias en la cloración de aluminio contienen

en primera línea óxido de aluminio, además metales extraños

traídos con el metal, como particularmente hierro. El hierro

va enriqueciéndose en la masa fundida sin alcanzar un grado

30.

que estorbe. Efectivamente se forman a partir de un contenido

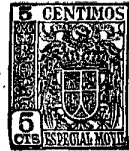
de hierro de un aproximadamente 3% cristales de $FeAl_3$ que son



257224

5. arrastrados juntamente con las escorias formadas, por la circulación de la masa fundida, de la cámara de cloración propiamente dicha. En virtud de ello se puede obtener cloruro de aluminio prácticamente puro, a pesar de que el metal utilizado contenga un cierto contenido de hierro. En tanto que el $AlCl_3$ que se origina de lo contrario con otros procedimientos de cloración, a consecuencia de su contenido de hierro, hace necesario un subsiguiente procedimiento de separación, como por ejemplo destilación bajo presión en presencia de virutas de aluminio,
10. en el presente caso se produce un $AlCl_3$ en extremo puro, de modo que resulta supérflua toda operación de purificación.

15. Estas ventajas son logradas en virtud de la división según el invento de todo el volumen metálico en una zona de cloración y en una zona de enfriamiento. La circulación del metal entre estas dos zonas es fomentada mediante insuflado del cloro en la zona reaccional. Por el soplado además es logrado un notable aumento de la superficie de contacto y del tiempo de contacto entre cloro y metal en comparación con los procedimientos anteriormente conocidos en los que el cloro era únicamente conducido por encima de la superficie de una masa fundida, o aplicado por soplado a la masa fundida. La circulación fomenta simultáneamente la segregación de las escorias e impurezas fuera de la zona reaccional e impide que se incrusten las toberas de soplado para el cloro. Con empleo de toberas de insuflación sin esta circulación de lo contrario,
20. se obstruirían las toberas después de un breve tiempo. La circulación permite, además, una descarga en extremo sencilla del calor reaccional sin dispositivos de enfriamiento adicionales. Por la aplicación en el espacio de la zona de enfriamiento alrededor de la zona reaccional situada en el interior resultó
- 25.
- 30.



254240

un notable aumento de la superficie exterior, de manera que el calor es despendido sin dificultad mediante irradiación al ambiente. El descenso térmico entre la zona reaccional y la zona de enfriamiento ayuda, además, la circulación del metal líquido, así como el depósito de las escorias en la zona de enfriamiento. Los dispositivos de enfriamiento adicionales, necesarios con otras disposiciones conocidas, complican procedimiento y disposición y forman, al emplear agua como medio de enfriamiento, un considerable riesgo.

5.

10.

La irradiación del calor de la zona de enfriamiento es ayudada por el empleo de material simultáneamente resistente a la corrosión y conductor térmico para el recipiente exterior. La situación de la zona de enfriamiento al exterior de la zona reaccional da una accesibilidad fácil a la zona de enfriamiento y permite la eliminación periódica de las escorias que se depositan, de la zona de enfriamiento. Así queda impedida la acumulación de incrustaciones que imposibilitarían en el transcurso del tiempo la circulación.

15.

20.

Para el logro de una capacidad productora óptima es ventajoso que se haga lo más grande posible el paso de calor a través de las paredes de crisol, mediante empleo de un material de buena conductibilidad térmica como por ejemplo carborundo o silimanita. El procedimiento según la invención, por lo tanto, no requiere enfriamiento forzoso, por ejemplo refrigeración por agua, como es necesaria con los equipos de aparatos conocidos. Esto representa un aumento considerable de la seguridad de servicio, ya que no se puede evitar nunca del todo ocasionalmente, deficiencias del sistema de refrigeración y que la presencia de agua en la cercanía de aluminio líquido siempre representa un peligro. Estos materiales a la vez son

25.

30.



257224

notablemente más resistentes a la corrosión que el grafito utilizado frecuentemente.

El ejemplo siguiente describe uno de los procesos llevados a cabo en este conjunto de aparatos para la cloración de aluminio líquido. Pero como es natural, la invención no queda limitada a este terreno de aplicación. Más bien puede ser utilizada toda parte donde es tratado metal líquido con cloro y donde con esta cloración se origina un producto gaseoso.

EJEMPLO

El crisol ilustrado en las figuras 2 y 3 tiene un diámetro de unos 40 cm y es cargado con aproximadamente 50 kg de aluminio fundido con un contenido de un 99,5 a 99,7% de aluminio (aluminio siderúrgico). A través de las toberas en el fondo del crisol es introducido cloro con aproximadamente 9,5 kg/h. El cloro es exento de oxígeno, o bien de aire, conteniendo por término medio menos que 0,1% de CO₂. El aluminio tiene una temperatura de aproximadamente 700°C. Durante la cloración se carga posteriormente por término medio 2,55 kg de aluminio por hora.

En el transcurso del procedimiento se van depositando en el borde exterior del crisol reducidas cantidades de escorias que son aflojadas por cauteloso rascado, siendo seguidamente quitadas de encima de la superficie del metal como masa pulverulenta. Las escorias consisten principalmente en óxido de aluminio, si bien contienen asimismo metales extraños incorporados en el aluminio, particularmente hierro. Con las cantidades de peso antes indicadas se presentan por día unos 3 kg de escorias. El contenido de hierro de la masa fundida en el crisol va subiendo en el transcurso del procedimiento a un

257224



aproximadamente 2 a 3%; a pesar de ello el cloruro de aluminio obtenido resulta prácticamente exento de hierro. Del equipo de aparatos de cloración el cloruro de aluminio ascendente llega a través del tubo 16 que es mantenido mediante aislamiento apropiado a una temperatura de aproximadamente 200°C, en la cámara de enfriamiento 18.

La base de las cantidades de carga antes mencionadas son producidos por hora por término medio 11,9 kg de cloruro de aluminio. Una vez desplazado el aire presente primitivamente en los aparatos, sólo escapan cantidades insignificantes de gas remanente en el gas de escape que ya no contiene cloro.

El rendimiento con respecto al aluminio es superior al 90%, el rendimiento con respecto al cloro utilizado con un contenido puro de 99,9% es de 99%. Las impurezas por hierro son inferiores al 0,005%, siendo las más de las veces alrededor de 0,001 - 0,003%.

Al poner en servicio la disposición, primero es calentado el crisol reaccional vacío con ayuda de un cuerpo de calefacción móvil, dispuesto alrededor del crisol, a 700°C y se hace circular para la expulsión del aire una corriente débil de nitrógeno a través de las toberas de cloro. El tubo de comunicación 16 es previamente calentado a 180°C. Entonces es cargado en el crisol aluminio fundido en un horno separado, siendo cambiado simultáneamente el suministro de gas de nitrógeno a cloro. Entonces el cuerpo de calefacción utilizado para el calentamiento es separado y se continúa el proceso de modo continuo de la manera antes indicada.



257224

N O T A

Descrito el invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la patente suiza nº 81991 del 13 de diciembre de 1.959.

5. 1. Procedimiento para la preparación de cloruros metálicos con la disposición correspondiente para realizarlo mediante transposición de metal fundido con cloro, caracterizado porque la cloración del metal y la eliminación del calor reaccional que se origina durante la reacción es llevada a cabo en zonas separadas, y porque el metal líquido es mantenido en circulación continua entre ambas zonas.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la zona de enfriamiento es dispuesta concéntrica alrededor de la zona de cloración.
15. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el metal gastado es substituído continuamente mediante adición de metal sólido en la zona de enfriamiento.
20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque las escorias que se originan durante la cloración son eliminadas periódicamente de la zona de enfriamiento.
25. 5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la disposición para llevarlo a cabo es caracterizada por comprender un crisol, una pieza intercalada concéntrica provista de una perforación vertical que divide el crisol en una zona de cloración situada en el interior y una zona de enfriamiento situada en el exterior, una o varias toberas para la alimen-



251224

tación de cloro en la zona de cloración, así como un embudo colector para la conducción al exterior del cloruro de metal formado.

5. 6. Procedimiento en el cual la disposición según la reivindicación 5, es caracterizada porque la inserción concéntrica está sumergida enteramente en el metal, siendo mantenida de tal manera que resulta posible una circulación del metal líquido a través de la perforación de la inserción o pieza intercalada.
10. 7. Procedimiento en el que la disposición según la reivindicación 5, se caracteriza porque las toberas de cloro en el fondo del crisol están dispuestas debajo del taladro de la inserción.
15. 8. Procedimiento en el cual la disposición según la reivindicación 5, se caracteriza porque el borde inferior del embudo colector está sumergido en el metal de tal manera que entre el embudo y el borde de crisol queda una ranura llenada de metal abierta hacia el exterior.
20. 9. Procedimiento en el que la disposición según la reivindicación 5, se caracteriza porque dentro del embudo colector está dispuesto, encima de la superficie de nivel del metal un cuerpo protector de salpicaduras que deriva las salpicaduras metálicas dejándolas apartadas de la superficie interior del embudo colector.
25. 10. Procedimiento en el que la disposición según las reivindicaciones 5 a 9, caracterizado porque el crisol, la inserción anular, el embudo y el cuerpo protector de salpicaduras están hechos a base de material resistente a la corrosión y de buena conducción térmica.
30. 11. Procedimiento para la preparación de cloruros



257224

8 1960

metálicos con la disposición correspondiente para realizarlo.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 12 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de dos láminas de dibujos.

5.

Madrid, a 8 de abril de 1.960.

CIBA SOCIETE NONYME.

p. a.

CIBA SOCIETE NONYME

R/pp.

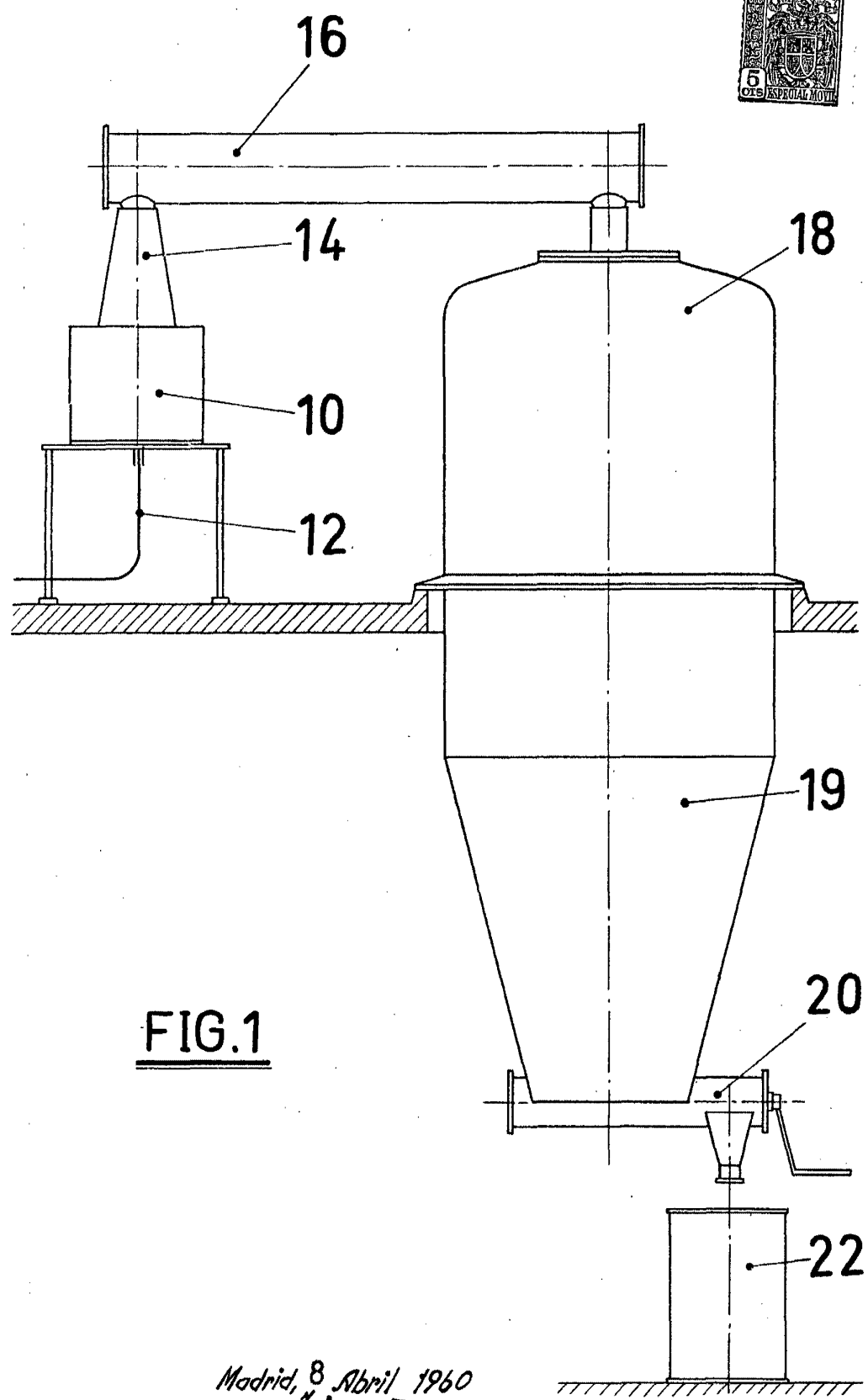


FIG. 1

Madrid, 8 Abril 1960
p.a. Jaime Isern



FIG. 2

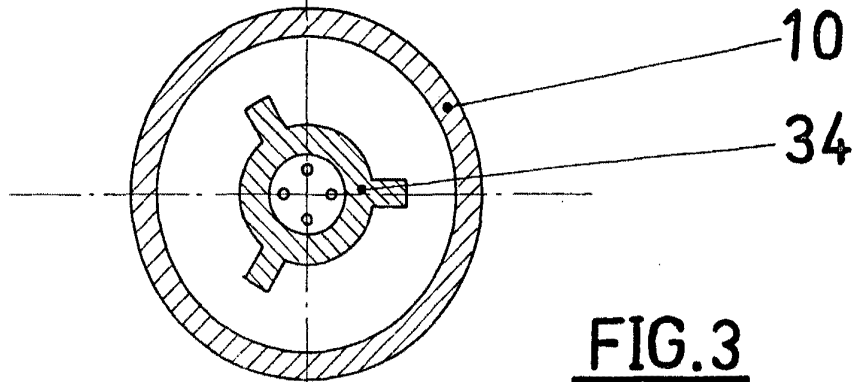
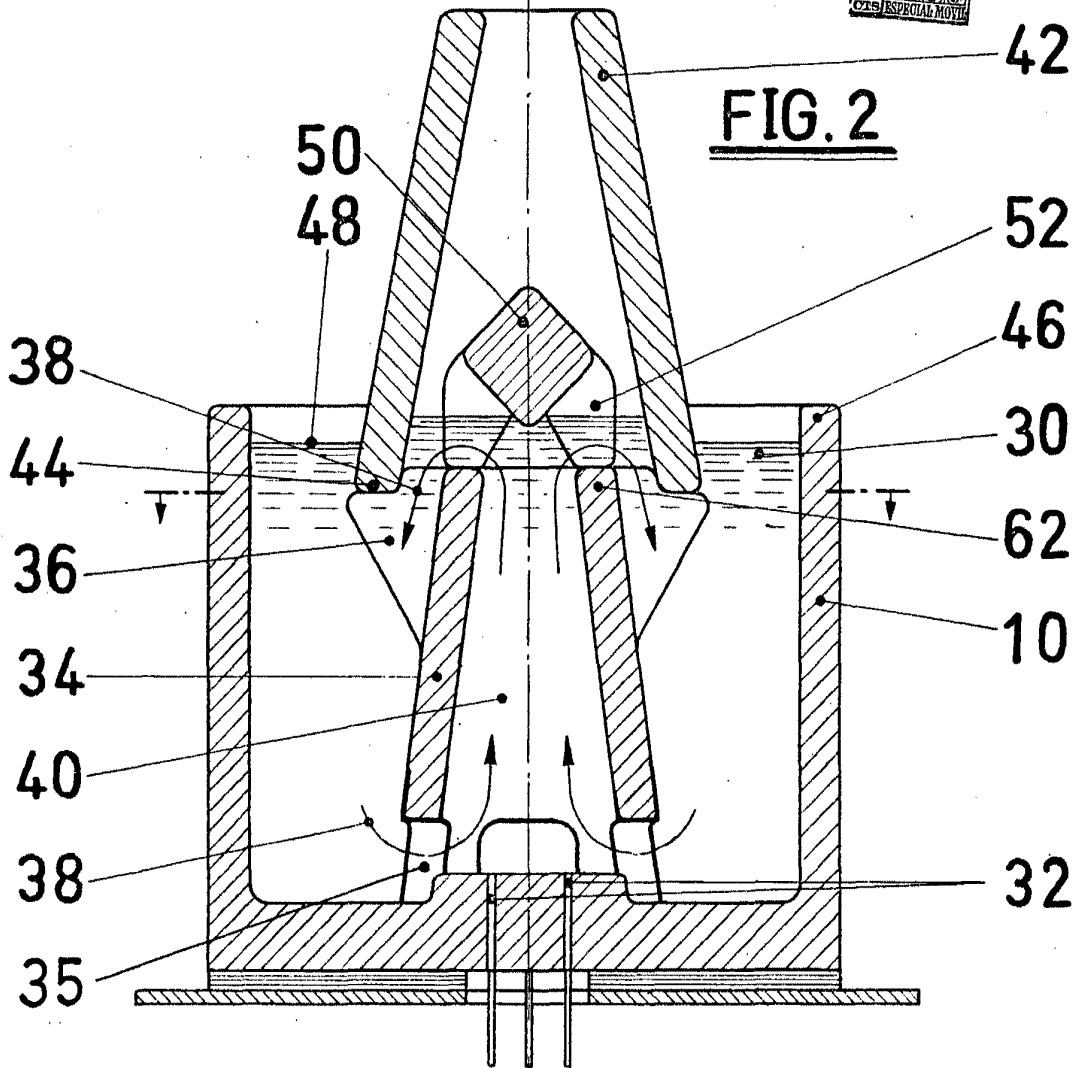


FIG. 3

Madrid, 8 Abril 1960
p.a. Jaime Isern