



2639 02

Memoria Descriptiva

para

una patente de INVENCION, por veinte años,

a favor de

r.s. Elektrophysikalische Anstalt Bernhard Berghaus
(sociedad de Liechtenstein)

residente en

Vaduz -Liechtenstein -

-sin más señas-

por:

"Procedimiento para el tratamiento de sales metálicas y materiales de partida conteniendo sales metálicas."

Prioridad: { Sol.patente Suiza No. 231/60 - día 11 Enero 1960.
 { Sol.patente Suiza No. 367/60 - día 14 Enero 1960.
 { Sol.patente Suiza No. 749/60 - día 22 Enero 1960.

Inventores: { Bernhard Berghaus
 { Maria Staesche -ambos alemanes-.

263902



5 El invento se refiere a un procedimiento que sirve para la obtención de metal para tratamiento de sales metálicas que o bien resultan en forma pura, por ejemplo como cloruros de metal directamente del proceso de obtención, o que pueden obtenerse fácilmente con relatividad de los productos de partida o productos intermedios beneficiados o de otro modo obtenidos.

10 Es conocido en general que los metales que hoy se emplean económicamente, sólo pueden beneficiarse en forma pura en casos muy raros, por ejemplo, en lugares donde han caído grandes meteoritos que se componen en su mayor parte de tal metal puro. La mayor parte de los metales hoy utilizados económicamente, sin embargo, se obtiene mediante procedimientos de obtención más o menos complicados de compuestos metálicos depositados en yacimientos de minerales o de sales.

15 Los costes de este procedimiento de obtención representan en ello para el precio del metal un papel muy esencial, si no decisivo. Así estaba situado el precio del aluminio, por ejemplo, a mediados del siglo pasado todavía aproximadamente en el orden de valores del precio del oro, lo que debía achacarse en su mayor parte a los costes del procedimiento de fabricación.

20 Pero todavía hoy en el tiempo de la explotación de gran técnica de los metales, los costes de obtención por tonelada de metal sobrepasan en la gran mayoría a los costes em -

263902



pleados para el material de partida utilizado para ello. Por lo tanto desde siempre ha sido el propósito de los técnicos activos en este campo el reducir en lo posible estos costes de obtención.

5 Ahora ofrece la ciencia, especialmente la química y la química física una pluralidad de caminos de solución que conducen todos desde el punto de partida del compuesto metálico para la obtención del metal puro. De estos caminos de solución se elimina desde un principio una gran parte, porque el procedimiento necesario para el recorrido de estos caminos de solución no es realizable económicamente según el estado momentáneo de la técnica, y esto no porque cada fase del procedimiento es antieconómica, sino en la mayoría de los casos porque estos procedimientos en un punto conducen a un compuesto, cuya ulterior elaboración está unida con considerables dificultades.

10

15

Los técnicos activos en el campo de la obtención de metales se ocuparon por ello tanto más intensamente con los caminos de solución restantes y según su opinión únicamente realizables de modo económico y desarrollaron procedimientos en todos sus detalles, que tienen por fundamento estos caminos de solución. Así existe hoy, para la obtención de los distintos metales utilizados principalmente, para cada metal, determinado procedimiento de obtención, que se considera como el más económico.

20

25



263902

Por ejemplo se efectúa la obtención de aluminio como sigue:

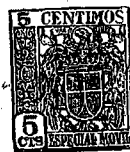
La bauxita $Al_2O_3 \cdot nH_2O$ ($n=1, 2$ ó 3) disponible como materia básica, con impurezas de hidróxido de hierro $Fe(OH)_3$ se cuece en lejía de sosa en forma molida y la solución de aluminato producida se separa por filtrado del hidróxido de hierro no disuelto y seguidamente se precipita desde este filtrado, en la siguiente forma



por introducción de CO_2 , hidróxido de aluminio $Al(OH)_3$.

El producto intermedio $Al(OH)_3$ producido se transforma por calcinación en óxido de aluminio Al_2O_3 , desde el que después en electrolisis de fundición fluida, con una fundición compuesta de aproximadamente 10% Al_2O_3 y aproximadamente 90% criolita Na_3AlF_6 se obtiene aluminio puro, que se acumula en el crisol de fusión conectado como cátodo.

Los inconvenientes que se manifiestan en esta electrolisis de fundición fluida como el desprendimiento por fumigación de la fundición y también el consumo necesario de energía eléctrica de 20 kWh por kilogramo de aluminio y la temperatura de la fundición de aproximadamente $950^\circ C$ necesaria para la realización de la electrolisis de fundición fluida, se aceptaron como circunstancias inevitables, porque aparentemente y en todo caso por vía directa no podía conseguirse ninguna mejora fundamental de estas propiedades de la electrolisis de



263902

fundición fluida.

5 Como puede demostrarse por muchos casos paralelos en la técnica, para la mejora de tales circunstancias ya consideradas como fijas se requiere actividad inventiva fundamental, que no se propone como punto de partida del problema el mejorar una o varias circunstancias consideradas firmes, sino que no teniendo en cuenta los prejuicios formados por los círculos técnicos - esto es que los procedimientos empleados representan un grado óptimo respecto a su economía - busca procedimientos fundamentalmente nuevos y los prueba para

10 ver si las vías de solución que sirven de base a estos procedimientos muestran un punto, en que la ulterior elaboración del producto intermedio obtenido, según el concepto hasta ahora vigente, esté unido a tal gasto, que estos procedimientos se eliminan desde un principio para una utilización en la gran

15 técnica por ser demasiado antieconómicos. En tal búsqueda de nuevos procedimientos para la obtención de metales los inventores partieron del hecho conocido de que de la mayoría de los metales, en el proceso de preparación y beneficio pueden obtenerse con relativamente poco gasto los halogenuros de los

20 metales, y que además los yacimientos naturales del compuesto de algunos metales son ya los halogenuros de estos metales, así por ejemplo al lado de los cloruros de los metales alcalinos sodio y potasio, especialmente los halogenuros también obtenidos de yacimientos de sal, del magnesio que hoy gana cada

25

263902



vez más en importancia como primera materia, como son el cloruro de magnesio y bromuro de magnesio.

5 Este punto de partida parecía ofrecer, sin embargo, sólo reducidas posibilidades, porque se tenía como generalmente vigente, que estos halogenuros de metal sólo pueden liberarse de su contenido de halógeno mediante considerable gasto, porque los halógenos están enlazados al metal de un modo relativamente fuerte y porque también, por lo demás, la elaboración, especialmente de los halogenuros de más altas valencias, a causa de su inestabilidad respecto al aire y a la humedad, está unida a considerables dificultades.

10 El objeto básico del invento consistía, por lo tanto, en hallar un método para liberar de su contenido de halógeno, es decir en terminos generales, de su contenido de formadores de sales, con reducido gasto técnico, a los halogenuros de metal, que sirven de material de partida, y en tanto sea posible, también a otras sales existentes o fácilmente obtenibles.

15 Según el invento se resuelve este problema fundamental en un procedimiento para el tratamiento de sales o de materiales de partida conteniendo sal para la reducción del contenido de formadores de sal, especialmente para el tratamiento de halogenuros de metal para la reducción del contenido de halógeno, por que con la sal o con el material de partida conteniendo sal se llevan a reaccionar materias, por ejemplo

25



263902

5 compuestos de nitrógeno-hidrógeno y de ellos especialmente amoníaco, y para ello preferentemente se yuxtaponen a la sal, poseyendo respecto a dichas materias la participación anióni - ca de la sal, es decir el formador de sales, en determinados alcances de temperatura, una afinidad de tal modo más alta que respecto a la participación catiónica de la sal, esto es por ejemplo respecto al metal, que estas materias en estos alcan - ces de temperatura están en posición de arrancar y de combi - nar la participación aniónica de la sal respecto a la partici -
10 pación catiónica de la sal, esto es por ejemplo, a arrancar el formador de sales respecto al metal y a combinarle.

15 La disminución del contenido de formador de sales, respectivamente del contenido de halógeno se efectúa después porque la sal se somete a un tratamiento de temperatura con colaboración de las materias que deben llevarse a la reacción, respectivamente yuxtapuestas a la misma, y para ello se lleva a una temperatura que está situada dentro del mencionado al -
20 cance de temperatura de mayor afinidad de la participación aniónica de la sal, es decir del formador de sales, respecto a las materias que deben llevarse a la reacción, respectiva - mente a las materias yuxtapuestas, que respecto a la partici - pación catiónica de la sal, es decir, por ejemplo, respecto al metal, y se mantiene a esta temperatura durante tanto tiempo hasta que la sal, respectivamente el compuesto de yuxtaposi -
25 ción, esté liberado de una cantidad predeterminable de su con-

263902



tenido de formador de sales, dependiente de la temperatura elegida.

5 Esta segunda fase del procedimiento que representa un tratamiento de temperatura puede realizarse ahora, bien sea en una instalación separada, prevista para ello, o también, como se muestra en los siguientes ejemplos de utilización, puede representar una parte de aquel proceso en que se utilizan ya los compuestos de yuxtaposición a sales metálicas obtenidos como productos intermedios en la primera fase del procedimiento. 10 tal posibilidad de realizar la segunda fase del procedimiento no por separado, sino en combinación con tal proceso, existente siempre que los productos intermedios dentro de este proceso experimenten un correspondiente tratamiento de temperatura como en la segunda fase del procedimiento.

15 Como sin embargo, los productos intermedios obtenidos en la primera fase del procedimiento, en contraposición a los productos finales resultantes de la segunda fase del procedimiento, no son resistentes al aire, sino que expuestos al aire, por ejemplo en el caso de yuxtaposición de amoniaco se descomponen en el correspondiente hidróxido de metal y cloruro de amonio y por consiguiente su manipulación es extremadamente difícil porque no deben estar en contacto con el aire, el empleo de estos productos intermedios entra en consideración en los casos, en que el tratamiento de temperatura es la consecuencia de un proceso químico que se desarrolla, en el que par- 20 25



263902

5 ticipan los productos intermedios y en el que, por ejemplo, como se muestra en un ejemplo de empleo, a consecuencia de una formación de compuesto se libera el calor de formación necesario para el tratamiento de temperatura, mientras que en todos aquellos casos en que con el mismo éxito puede emplearse tanto el producto intermedio como el producto final, a causa de su más fácil manipulación, entra en consideración preferentemente, el empleo del producto final.

10 Al comprobar la posibilidad de utilización del producto final resultantes previamente de la segunda fase del procedimiento los inventores hicieron el sorprendente descubrimiento que este producto final resulta excelentemente adecuado como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de metal. Las mejoras obtenidas por ello, por ejemplo en la electrolisis de fusión fluida del aluminio con sólo pequeñas adiciones de aproximadamente 1% a la fundición son primeramente una disminución del desprendimiento de humo de la fundición, en segundo lugar un considerable aumento de la conductibilidad del electrolito y una reducción considerable unida a ello del consumo de energía por unidad de peso del aluminio obtenido, y en tercer lugar un descenso de la temperatura de fusión de la fundición.

20 Como la temperatura de la fundición está situada dentro del mencionado alcance de temperatura de más alta afinidad del formador de sal respecto a las materias yuxtapues -



263902

tas que respecto al metal, según lo arriba expuesto debía es-
pararse que también el empleo del producto intermedio como a-
dición a la fundición trajese consigo un correspondiente éxi-
to, ya que estos productos intermedios dentro de la fundición
5 experimentan el mismo tratamiento de temperatura que en la se-
gunda fase de procedimiento. Una comprobación posterior dió
por resultado que esta suposición era correcta y que los pro-
ductos intermedios tienen un efecto absolutamente igual que
los productos finales, bajo la condición de que el contenido
10 de metal de las cantidades agregadas sea igual que el de los
productos finales. Por consiguiente las adiciones, al emplear
el producto intermedio, por razón del menor contenido de me-
tal del mismo en comparación con el producto final, tienen que
estar situadas más altas en su tanto por ciento correspondien-
15 te, y aquí en el ejemplo indicado de la electrolisis de fusión
fluida del aluminio, aproximadamente a 3% de la fundición.

Un ejemplo, en el que solamente entra en considera-
ción el empleo de los productos intermedios obtenidos en la
primera fase del procedimiento, es la utilización de los mis-
20 mos como materia de partida para la obtención de metal según
procedimientos de obtención, en los que se forma metal libre
bajo la acción de materias de reducción ionizadas con ayuda de
descargas eléctricas. En estos procedimientos de obtención,
una parte de las materias contenidas en los productos interme-
25 dios, yuxtapuestas a la sal metálica, entra en combinación, que



263902

se desprende del producto intermedio, con materias de reducción actuantes sobre el producto intermedio, ionizadas con ayuda de una descarga eléctrica, especialmente con una descarga incandescente, y por ello fuertemente capaces de reaccionar, preferentemente gases ionizados. El calor de formación producido en esta combinación calienta a la sal metálica así como a las restantes materias yuxtapuestas a temperaturas situadas en los alcances de temperatura, en los que por una parte se efectúa un desprendimiento de las materias yuxtapuestas, y en que por otra parte el formador de sales posee una afinidad de tal modo mayor hacia las materias yuxtapuestas que hacia el metal, que éste es arrancado simultáneamente por las materias de yuxtaposición desprendidas y por lo menos con una parte de estas materias de yuxtaposición que se desprenden forman una combinación, de modo que, por lo tanto, se forman metal libre, combinaciones entre las materias de yuxtaposición y el formador de sales y compuestos entre las materias de yuxtaposición y los productos reductores actuantes, en lo que los elementos que quedan libres en la formación de una de las combinaciones pueden cooperar en la formación de la otra combinación, respectivamente pueden estar contenidos en ésta.

Las sales metálicas, respectivamente los materiales de partida conteniendo sales metálicas que entran en consideración para el procedimiento según el invento son preferentemente halogenuros de metal, respectivamente materiales de partida conte-



263902

niendo halogenuros de metal, por ejemplo combinaciones entre un metal y yodo, bromo, fluor o cloro. De estos halogenuros de metal, respectivamente materiales de partida conteniendo halogenuros de metal que preferentemente se consideran adecuados entran en consideración principalmente los cloruros de metal, respectivamente los materiales de partida conteniendo cloruros de metal, por ejemplo $AlCl_3$, $BeCl_2$, $MgCl_2$, $TiCl_4$. Al lado de estos entran en consideración además determinadas sales metálicas, respectivamente materiales de partida conteniendo sales metálicas para el tratamiento según el procedimiento del invento, especialmente nitritos de metal, respectivamente materiales de partida conteniendo nitritos metálicos, por ejemplo $Cu(NO_2)_2$, nitratos de metal, respectivamente materiales de partida conteniendo nitratos de metal, por ejemplo $Cu(NO_3)_2$, $Ca(NO_3)_2$, $Zn(NO_3)_2$ y $Cd(NO_3)_2$, cloratos de metal respectivamente materiales de partida conteniendo cloratos de metal, por ejemplo $Cu(ClO_3)_2$, $Zn(ClO_3)_2$ y $Cd(ClO_3)_2$, y percloratos de metal, respectivamente materiales de partida conteniendo perclorato, por ejemplo $Cu(ClO_4)_2$ y $Cd(ClO_4)_2$.

La primera fase del procedimiento se realiza ventajosamente de tal modo que la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica y el producto que debe yuxtaponerse al mismo para la formación de un compuesto de yuxtaposición, se introducen en una división muy fina de tal modo en un recipiente de reacción que allí tiene lu-

263902

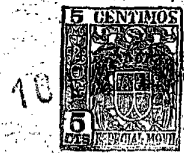


gar un contacto íntimo de las partículas mínimas de ambos participantes en la reacción, por ejemplo, de tal modo que los dos participantes en la reacción se introducen en el recipiente de reacción a través de dos toberas coaxiales. En la mayoría de los casos es necesario a causa de la inestabilidad al aire de los productos intermedios producidos en la primera fase del procedimiento, que en el recipiente de la reacción se encuentre una atmósfera de gas protector libre de oxígeno.

En ello es especialmente ventajosa una división muy fina de la sal metálica, respectivamente del material de partida conteniendo sal metálica en un gas portador libre de oxígeno que no pueda reaccionar con el mismo y al mismo tiempo pueda actuar como gas protector para el compuesto de yuxtaposición producido, por ejemplo en un gas noble como argón o en nitrógeno molecular.

Preferentemente además la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica está distribuido en forma de vapor en el gas portador, pudiéndose conseguir esta distribución por ejemplo de tal modo que se hace pasar el gas portador en forma de burbujas de gas, a través de sal metálica, respectivamente material de partida conteniendo sal metálica existente en forma líquida y llevado a temperatura de vaporización o evaporación.

La materia destinada a la yuxtaposición deberá ser un gas ventajosamente en el alcance de temperatura conveniente.



263902

para la realización del procedimiento y por ello deberá encontrarse ya por su naturaleza en una distribución muy fina. Como materia a utilizar para la yuxtaposición entra en consideración ventajosamente gas de amoníaco.

- 5 La cantidad de moléculas de la materia destinada a la yuxtaposición que se yuxtapone en este proceso de yuxtaposición a una molécula de la sal metálica, respectivamente del material conteniendo sal metálica, depende ahora en esencia de la temperatura, en la que se ejecuta esta yuxtaposición.
- 10 Por consiguiente debe elegirse la temperatura de acuerdo con las moléculas que se desee que se yuxtapongan a una molécula de la sal metálica. Para la producción de la temperatura prevista para la ejecución puede aprovecharse por lo menos parcialmente con ventaja el calor liberado en el proceso de formación exotérmico del compuesto de yuxtaposición. Además, para la temperatura prevista para la ejecución pueden utilizarse fuentes de calor exteriores, actuantes sobre el lugar de reacción, sin embargo, se obtiene la temperatura prevista para la ejecución porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica disponible en reserva se mantiene a una temperatura correspondiente determinable teniendo en cuenta el suministro de calor por el proceso de formación exotérmico (por ejemplo el $TiCl_4$ para la formación de $TiCl_4 \cdot 8NH_3$ a menos $20^\circ C$ hasta $0^\circ C$, para la formación de $TiCl_4 \cdot 6NH_3$ a más $20^\circ C$ y para la formación de $TiCl_4 \cdot$
- 15
- 20
- 25



263902

5 $4NH_3$ a más $80^{\circ}C$ hasta más $90^{\circ}C$) y con esta temperatura se introduce en el recipiente de reacción. Adecuadamente se efectúa la ejecución a una temperatura tal que el número de moléculas yuxtapuestas a una molécula de la sal metálica, respectivamente del material de partida conteniendo sal metálica, de la materia destinada a la yuxtaposición, sea lo menor posible y según ello se limita a un mínimo la cantidad necesaria como mínimo de la materia destinada a la yuxtaposición por unidad de volumen de la sal metálica, respectivamente del material

10 de partida conteniendo sal metálica para la formación del compuesto de yuxtaposición. En esta conexión debe indicarse que el producto final, obtenido en la segunda fase del procedimiento, en una duración del tratamiento del producto intermedio de tal clase que el desprendimiento del compuesto del producto intermedio obtenido a partir de las materias yuxtapuestas y el formador de sales arrancado del metal, al final de la

15 duración del tratamiento ha alcanzado su valor límite dependiente de la temperatura de ejecución en esta segunda fase del procedimiento y por ello cesa, muestra la misma acción y evidentemente tiene también la misma composición, independientemente

20 de la cantidad de las moléculas originalmente yuxtapuestas a una molécula de la sal metálica.

Además se ejecuta la primera fase del procedimiento ventajosamente de tal modo que las cantidades de sal metálica, respectivamente de material de partida conteniendo sal me -

25

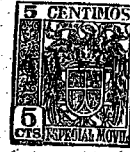


263902

5 tática suministradas por unidad de tiempo al recipiente de reacción, por una parte, y de materias destinadas a la yuxtaposición, por otra parte, están ajustadas entre sí, correspondiendo a la proporción de la cantidad de las moléculas que deben yuxtaponerse a una molécula de la sal metálica, respectivamente del material de partida conteniendo sal metálica, resultante en la temperatura prevista para la ejecución, de tal modo que puedan reaccionar totalmente entre sí.

10 Es además conveniente ajustar entre sí la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica por una parte, y las materias destinadas a la yuxtaposición por otra parte, respecto a su acción química recíproca de tal modo que el compuesto de yuxtaposición que forma el producto de reacción sea un producto sólido y por ello se precipite. En este caso en un producto de reacción resultante de tal modo en forma de polvo puede efectuarse una condensación del producto de reacción por prensado del polvo en moldes de prensa a una elevada presión de apriete por ejemplo 15 30 kg. por cm^2 .

20 En la segunda fase del procedimiento se efectúa la ejecución a una temperatura correspondiente al grado de estabilización deseado del producto final, determinándose el grado de la estabilización principalmente por la deseada estabilidad del producto final contra aire, humedad y otras influencias atmosféricas. 25



263902

5 Preferentemente deberán experimentar los productos intermedios en la segunda fase del procedimiento un tratamiento de una duración tal que la precipitación del compuesto producido a partir de las materias yuxtapuestas y del formador de sales arrancado del metal respecto al producto intermedio, al final de la duración del tratamiento haya alcanzado su valor límite dependiente de la temperatura de ejecución y cese por lo tanto.

10 En el caso de productos intermedios inestables al aire también la segunda fase del procedimiento tiene que ejecutarse en una atmósfera protectora libre de oxígeno.

15 Ventajosamente pueden recuperarse las materias utilizadas para la yuxtaposición desde el compuesto obtenido a partir de las materias yuxtapuestas y del formador de sales arrancado del metal, y que se desprende del producto intermedio, por tratamiento con correspondientes productos químicos y puede suministrarse de nuevo al procedimiento para la formación de nuevos compuestos de yuxtaposición, por ejemplo, en el caso de NH_3 yuxtapuesto a cloruros metálicos, por introducción del NH_4Cl desprendido en lechada de cal $\text{Ca}(\text{OH})_2$ puede obtenerse una recuperación del NH_3 .

20 Los productos finales resultantes de la segunda fase del procedimiento, después del tratamiento de temperatura, pueden convertirse posteriormente en un nitrato estable al aire y al agua por fumigación con reducidas cantidades de ácido nítrico concentrado HNO_3 a un máximo de 100°C .



263902

5 El procedimiento según el invento puede aplicarse con especial ventaja a halogenuros de un metal del grupo de los metales ligeros aluminio, magnesio, berilio y titanio. De estos preferentemente entran en consideración los cloruros de los mencionados metales. Así puede servir la primera fase del procedimiento por ejemplo para la formación de los compuestos de yuxtaposición $\text{AlCl}_3 \cdot 2 \text{NH}_3$, $\text{MgCl}_2 \cdot 2 \text{NH}_3$, $\text{BeCl}_2 \cdot 4 \text{NH}_3$ y $\text{TiCl}_4 \cdot 4 \text{NH}_3$, que después en la segunda fase del procedimiento se someten al correspondiente tratamiento de temperatura.

10 Al lado de los halogenuros de los mencionados metales ligeros que principalmente entran en consideración para el tratamiento con el procedimiento según el invento, son adecuados para la formación de compuestos de yuxtaposición de amoníaco con ayuda del procedimiento según el invento principalmente los halogenuros de un metal del grupo de elementos vanadio, estaño, hafnio, circonio, torio, uranio, boro, tantalio, molibdeno, volfram, niobio y cerio, por ejemplo para la formación de $\text{ThCl}_4 \cdot 6 \text{NH}_3$, $\text{UCl}_4 \cdot 8 \text{NH}_3$, $\text{MoCl}_3 \cdot 6 \text{NH}_3$, que después igualmente en la segunda fase del procedimiento experimentan el ya explicado tratamiento de temperatura.

15 Los productos finales o intermedios obtenidos de una sal metálica según el procedimiento del invento se utilizan preferentemente como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de este metal y produ-



263902

5 cen allí grandes ventajas. Especialmente entran en considera-
ción aquí de nuevo productos finales o productos intermedios
obtenidos de una sal metálica de un metal del grupo de los me-
tales ligeros aluminio, magnesio, berilio y titanio, como adi-
ción a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para
la obtención del correspondiente metal.

10 Por ejemplo resultan adecuados los compuestos de
yuxtaposición de amoniaco, obtenidos según el procedimiento
del invento, a $AlCl_3$ ya en esta forma o después de un trata-
miento de temperatura según la segunda fase del procedimiento,
excelentemente como adición a una fundición que contiene casi
100% de fluoruro alcalino de aluminio como Na_3AlF_6 en la
electrolisis de fusión líquida para la obtención del aluminio.

15 Otro ejemplo está constituido por los compuestos de yuxtapo-
sición de amoniaco a $TiCl_4$ obtenidos según el procedimiento
del invento, que resultan igualmente adecuados bien sea como com-
puesto de yuxtaposición o después de una tratamiento de tem-
peratura según la segunda fase del procedimiento excelentemen-
te como adición a una fundición que contiene casi 100% de fluo-
20 ruro alcalino de titanio, como K_2TiF_6 en la electrolisis de
fusión fluida para la obtención de titanio.

25 Sin embargo, también los productos intermedios o
productos finales, obtenidos según el procedimiento del inven-
to, de un metal del grupo de elementos vanadio, estaño, hafnio,
circonio, torio, uranio, tantalio, boro, molibdeno, volfram,

263902



niobio y cerio son excelentemente adecuados como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de este metal.

5 Además, sin embargo, pueden servir también productos intermedios o productos finales obtenidos de la sal de un metal según el procedimiento del invento, ventajosamente como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida de otro metal, por ejemplo productos intermedios o productos finales obtenidos de una sal del circonio, como adición
10 a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de titanio. Esto es especialmente ventajoso cuando el metal, cuya sal, después del tratamiento con el procedimiento del invento, debe ser agregada como adición a la fundición, de todos modos ha de ser un componente de aleación del metal
15 contenido en la fundición. En este caso debe elegirse la cantidad adicionada adecuadamente de tal modo que el tanto por ciento de aleación deseado esté contenido en el metal resultante de la electrolisis de fusión fluida. Además puede ser muy ventajoso, por ejemplo, en el caso de una aleación compuesta de un metal básico y de una pluralidad de componentes de aleación, el utilizar diferentes productos intermedios o productos finales obtenidos según el procedimiento del invento
20 a partir de sales de varios metales, por ejemplo de todos o de una parte de los metales empleados como componentes de la aleación como adiciones, por ejemplo, en las cantidades corres-

25



263902

pondientes a los tantos por ciento de la aleación, a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención, por ejemplo, del metal fundamental. En ello pueden utilizarse adiciones sólo obtenidas de las sales de los metales de aleación, como también adicionalmente una adición obtenida de la sal del metal fundamental.

En el caso de utilización de productos intermedios no estables al aire como adición a la fundición éstos deben suministrarse como productos aislados del aire, respectivamente bajo un gas protector libre de oxígeno, a la fundición.

Preferentemente se efectúa la utilización de las materias citadas como adición a la fundición en una participación pequeña en su tanto por ciento respecto a la fundición, que está situada entre 0,3 y 5%. Esto naturalmente no se refiere al caso arriba explicado, en que deben alcanzarse determinados tantos por ciento de aleación, porque en este caso la cantidad de la materia adicionada se determina por la altura del tanto por ciento de la aleación deseada.

Con gran ventaja pueden utilizarse las materias utilizadas como adición a la fundición mencionadas para rebajar la temperatura del electrolito, respectivamente de la temperatura de la fundición, para disminuir la evaporación por humo de la fundición y para aumentar la conductibilidad del electrolito y por ello para reducir el consumo de energía eléctrica por unidad de peso del metal obtenido.



263902

5 El empleo de las materias indicadas como adición a la fundición produce además la gran ventaja, de que éstas forman gérmenes de cristalización, alrededor de los cuales se forman en cada caso mono-cristales del metal contenido en la fundición.

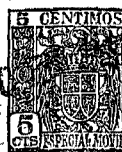
A base de las siguientes figuras está descrito el procedimiento mediante instalaciones destinadas a la ejecución del mismo, en algunos ejemplos. Nos muestran:

10 La figura 1 una ejecución para laboratorio de una instalación, mediante la cual puede obtenerse un compuesto de yuxtaposición a partir de halogenuros de metal existentes en forma líquida y puede realizarse un tratamiento de temperatura de este compuesto de yuxtaposición.

15 La figura 2 una instalación, mediante la cual puede obtenerse un compuesto de yuxtaposición a partir de halogenuros de metal existentes en forma líquida y puede realizarse una reacción química de este compuesto de yuxtaposición bajo la acción de materias de reducción ionizadas con tratamiento de temperatura efectuado en la reacción.

20 En la instalación mostrada en la figura 1, que sirve para la ejecución de las dos fases de procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, en el recipiente 1 está contenido un halogenuro de metal, por ejemplo, tetracloruro de titanio, en forma líquida. A través del tubo 2 se suministra un gas portador, por ejemplo, nitrógeno molecular, que tiene que

25



263902

5 estar cuidadosamente purificado respecto al oxígeno. El gas
soportador asciende en forma de burbujas de gas hasta la su -
perficie del halogenuro de metal líquido, llevado a la tempe-
ratura de vaporización y por lo tanto se enriquece durante el
ascenso con una niebla de este cloruro de metal. La tempera -
tura del halogenuro de metal se elige en ello de tal modo que
en la reacción con las materias destinadas a la yuxtaposición
a una molécula del halogenuro del metal, se yuxtapongan las
cantidades deseadas de moléculas. Por ejemplo, en la yuxtapo -
10 sición de amoniaco a tetracloruro de titanio a una temperatura
del tetracloruro de titanio líquido de menos 20°C hasta 0°C
a una molécula del tetracloruro de titanio se yuxtaponen 8 mo -
léculas de amoniaco, a una temperatura de más 20°C se yuxtapo -
nen 6 moléculas de amoniaco y a una temperatura entre más 80°C
15 y más 90°C se yuxtaponen 4 moléculas de amoniaco. Por medio del
tubo 3 llega este halogenuro de metal, distribuido en forma de
vapor en el gas portador, al recipiente de reacción, 4. Además
se suministra al recipiente de reacción 4 gas de amoniaco por
el tubo 5, que con el halogenuro de metal aportado, finamente
20 dividido forma enseguida un compuesto sólido de yuxtaposición,
que por ejemplo en la utilización de tetracloruro de titanio
se hace visible como velo amarillo y prontamente se apelotona
en copos sueltos en la pared y en la parte inferior en forma
de embudo del recipiente de reacción 4 y de tiempo en tiempo
25 puede transportarse hacia abajo con el rascador 6. Los gases



263902

excedentes (nitrógeno molecular y amoniaco) se evacúan por el tubo anular 7, que está comunicado con aberturas con el recinto interior del recipiente de reacción 4, y llegan previamente al recipiente colector 8, donde pueden precipitarse las partículas eventualmente arrastradas del compuesto de yuxtaposición producido. Los gases excedentes salen después por el tubo 9 fuera del recipiente 8 de precipitación.

El recipiente de reacción 4 está superpuesto con un cuello 10 suficientemente ancho sobre el tubo transversal 11 de vidrio o plexiglás. En el tubo 11 está dispuesta una lanzadera 12 de esteatita de modo corridizo longitudinalmente, que por la caja prensa-estopas 13 hermética a los gases puede meterse con la varilla 14 sobre la corredera 15 situada en el tubo 11, dentro del tubo de esteatita 17 que penetra a través del horno 16 de caldeo. En el tubo de esteatita, en el lugar en que la lanzadera 12 de esteatita se corre para el tratamiento térmico, está dispuesto un termoelemento 18, que por medio de los conductos 19 indica la temperatura reinante en el instrumento 20. En el otro extremo está nuevamente unido el tubo de esteatita 17 con la instalación evacuadora de cristal o plexiglás, que por ejemplo se compone del tubo 21 con el embudo 22 y de la lanzadera 23 cónica, a la que está aplicado herméticamente el cuello del matraz 24.

Antes del experimento se hace el vacío en los aparatos a lo menos 1 Torr y se comprueba su estanqueidad. Después



263902

se les llena de gas seco de amoniaco por el tubo 5. Después se introduce por el tubo 3, el halogenuro de metal finamente distribuido en el gas portador, en el recipiente 4 de reacción, y el producto obtenido se llena en la lanzadera de es -
5 teatita 12 situada en la parte izquierda del tubo 11. La lanzadera se corre entonces con la varilla 14 fija en ella lentamente hacia la derecha, hasta que está llena totalmente. Después se corre la lanzadera más hacia la derecha por encima de la corredera 15 hasta el centro del horno 12 y allí se calienta después del cierre de la corredera 15. La sustancia, des -
10 pués de alcanzar la temperatura deseada, se mantiene por ejemplo durante una hora a la misma. Después de un cierto enfriamiento, para no poner en peligro al tubo 21, la lanzadera 12 se corre dentro del tubo 21, se vuelca y se vacía en el matraz 24. Durante todo el proceso de calentamiento y enfriamiento se hace pasar gas de amoniaco a través del tubo 17 en el horno. El amoniaco sobrante, así como los productos de calentamiento producidos se recogen en una instalación de absorción no dibujada aquí, y el gas de amoniaco se vuelve a conducir al proceso.

20 Ya a cerca de 200°C comienzan a desprenderse vapores blancos de cloruro de amonio NH_4Cl . Manteniendo constante la temperatura cesa esta formación de cloruro de amonio después de algún tiempo y se obtiene un producto todavía con aspecto amarillo hasta naranja que respecto a la humedad del aire, sin embargo, ya es ampliamente estable. Siguiendo con el
25



263902

calentamiento se forma más cloruro de amonio. Al mantener constante la temperatura se detiene de nuevo este desarrollo, pero se manifiesta de nuevo al seguir aumentando la temperatura. Se ha comprobado que incluso a 1100°C todavía se manifiesta una formación de cloruro de amonio no poco considerable.

El producto en la lanzadera, según la temperatura elegida, es amarillo, naranja, castaño, negro o en el caso de temperaturas muy altas, castaño con brillo bronce. La estabilidad respecto a la humedad del aire e incluso al tratamiento con agua aumenta con creciente temperatura de calcinación, sin que se reduzca notablemente la actividad química. También un producto calcinado a 1100°C reacciona todavía con ácidos y ejerce un efecto como medio de adición para la electrolisis de fusión fluida.

En el tubo 17, detrás de la lanzadera (hacia la salida) siempre está situada una masa con color amarillo, naranja o castaño, que principalmente se compone de clorito de amonio. Esta contiene como promedio todavía aproximadamente hasta 2% del metal, cuyo halogenuro era el material de partida en el proceso.

En lugar de la lanzadera 12 puede preverse en el tubo 11 también un tornillo sin fin de transporte y prensa, que se impulsa por medio de un eje 14 y que transporta al producto suelto, procedente del recipiente 4 a través del cuello amplio 10, en la dirección hacia la corredera cerrada 15 y



263902

5 allí comprime contra esta corredera. Con tal tornillo sin fin de transporte y prensa puede producirse inmediatamente delante de la corredera una píldora del producto suelto y por ello puede conseguirse una condensación del mismo. Después de abrir la corredera la está píldora puede empujarse entonces de manera adecuada dentro del tubo 17 en el horno 16 y puede extraerse del horno después de terminado el proceso de calentamiento y enfriamiento. Por la utilización de tal píldora previamente condensada puede conseguirse un mayor paso de material tratado por unidad de tiempo.

10 Además puede utilizarse en la instalación de tratamiento arriba descrita, en lugar del horno 16 de calefacción, también una instalación para el calentamiento dieléctrico de alta frecuencia para el producto producido. También es posible un caldeo de los compuestos de yuxtaposición producidos en un recipiente eléctrico de incandescencia o de descarga de gas.

15 Los productos finales así producidos pueden elaborarse ahora directamente para obtener metal, ya que mientras que los halogenuros de metal, utilizados como materiales de partida, a causa del peso atómico relativamente alto de los halógenos, muestran un tanto por ciento relativamente pequeño de metal, los productos finales se componen en su mayor parte del correspondiente metal, contenido en el material de partida. Por ejemplo contienen los halogenuros de metal uti -

20

25



263902

lizables como materiales de partida, tetracloruro de titanio aproximadamente 25% de titanio y cloruro de aluminio aproximadamente 20% de aluminio. El compuesto de yuxtaposición $AlCl_3 \cdot 2 NH_3$ contiene 64% de cloro, 16% de aluminio y el resto se compone de NH_3 . Si se mantiene este compuesto de yuxtaposición durante una hora a una temperatura de $420^\circ C$, el mismo solamente contendrá 12% de cloro, 36% de aluminio y como resto NH_2 , mientras que a una temperatura de $500^\circ C$ resulta 5% de cloro, 46% de aluminio y como resto nuevamente NH_2 . Como se observa, aumenta por lo tanto con temperatura creciente del tratamiento de temperatura también el tanto por ciento del correspondiente metal en el producto final.

Sin embargo, es esencialmente más ventajoso el utilizar los productos finales enriquecidos con metal como adición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de metal. Esto se explicará en lo que sigue en el ejemplo de la obtención de titanio y de la obtención de aluminio con más detalle.

En la electrolisis de fusión fluida hasta ahora usual para la fabricación de titanio se compone la fundición de aproximadamente 5 de un fluoruro de álcali-titanio, por ejemplo Na_2TiF_6 , y de aproximadamente 95% de otras sales como NaF y CaF_2 y KCl , NaO y SrF_2 . Esta electrolisis de fusión fluida se realiza a una tensión de aproximadamente 3 voltios y una temperatura de la fundición entre 700° y $750^\circ C$ y produ-



263900

5 ce un rendimiento de la corriente de aproximadamente 80%. En la
electrolisis de fusión fluida con adición de productos finales
obtenidos según el procedimiento del invento o de productos in-
termedios puede utilizarse una fundición compuesta de casi 100%
de fluoruro de álcali-titanio. Si se mezcla con tal fundición,
utilizando un anodo de titanio y un catodo de cobre, níquel, ace-
ro o semejante, fracciones de uno por ciento hasta algunos tan-
tos por ciento, preferentemente por ejemplo 1% de un producto final
obtenido desde un compuesto de yuxtaposición de amoniaco a
10 tetracloruro de titanio mediante tratamiento de temperatura,
como materia de adición, se obtiene a tensiones por debajo
de 1 voltio, preferentemente entre 0,5 y 0,7 voltios, un fuer-
te precipitado de titanio con cristales extremadamente gruesos
en el catodo, que sobrepasa con mucho a la cantidad de
15 titanio disuelta en el anodo, es decir que procede de la fun-
dición. Las materias de adición actúan aquí como gérmenes de
cristalización, alrededor de los cuales se forman respectiva-
mente monocristales del metal contenido en la fundición. La
temperatura de la fundición está situada según la cantidad
20 de la materia de adición aproximadamente entre 700°C a 730°C
siendo por lo tanto esencialmente más baja que la temperatura
de fusión del fluoruro puro de álcali-titanio, que, por ejem-
plo, en Na_2TiF_6 está situada aproximadamente a 870°C.
En ello se alcanza un aprovechamiento de corriente entre 90
25 y 95%. En lugar del producto final puede hallar utilización



263902

5 con igual éxito también el compuesto de yuxtaposición no sometido a tratamiento de temperatura, es decir el producto intermedio. En este caso, sin embargo, las cantidades agregadas, de acuerdo con el menor contenido de titanio del compuesto de yuxtaposición no tratado, tienen que incrementarse aproximadamente tanto que de nuevo esté contenida la misma cantidad de titanio en la materia de adición. Las cantidades a agregar están situadas aquí aproximadamente entre 1% y 10%, preferentemente en 3%. Sin la adición, bien sea del producto final o bien del producto intermedio, en las mismas condiciones de tensión no se precipita ningún metal, tampoco cuando la temperatura se eleva por encima del punto de fusión de la fundición de sal. Después de algunas horas de duración de electrolisis la corriente desciende. Por adición de nuevo material de adición asciende el mismo rápidamente de nuevo a su antigua altura. Puede continuarse de este modo con la electrolisis, hasta que se haya consumido totalmente el electrolito.

15
20
25 En la electrolisis de fusión fluida hoy usual y conocida para la obtención de aluminio la fundición se compone de aproximadamente 10% de óxido de aluminio Al_2O_3 y aproximadamente 90% de un fluoruro de álcali-aluminio, por ejemplo Na_3AlF_6 . Esta electrolisis de fusión fluida se realiza a una tensión entre 5 y 6 Voltios y una temperatura de aproximadamente $950^{\circ}C$ y produce un aprovechamiento de corriente de aproximadamente 95%.



263902

Al agregar un producto intermedio obtenido según el procedimiento del invento en forma de un compuesto de yux -
taposición de amoniaco a tricloruro de aluminio o de un pro -
ducto final obtenido desde este producto intermedio mediante
5 tratamiento de temperatura en una cantidad, que al emplear el
producto final, está situada entre fracciones de uno por cien -
to hasta algunos tantos por ciento, preferentemente a 1% de
parte de peso aproximadamente, y al utilizar el producto in -
termedio está situada aproximadamente en la cantidad triple,
10 preferentemente, por lo tanto, a 3% de la parte de peso apro -
ximadamente, se obtiene un incremento importante de la conduc -
tibilidad del electrolito y un descenso de la temperatura de
fusión de la fundición por aproximadamente 150°C hasta aproxi -
madamente 800°C. Para la conservación de esta temperatura de
15 la fundición, a consecuencia del notable aumento de la conduc -
tibilidad del electrolito, sólomente se requiere una tensión
aproximada de 1 voltio. A esta tensión fluye entonces aproxi -
madamente la misma corriente que en el caso, en que la electro -
lisis de fusión fluida se realiza sin tales adiciones con una
20 tensión entre 5 y 6 voltios. Además resulta en esta electrolí -
sis de fusión fluida con materias de adición un aprovechamien -
to de corriente de aproximadamente 95 a 97%. Por el descenso
de temperatura, la energía eléctrica de 20 kWh requerida hasta
ahora para la obtención de un kilogramo de aluminio en la elec -
25 trolisis de fusión fluida sin materias de adición se rebaja a



233902

3 - 4 kWh en la electrolisis de fusión fluida con materias de adición. Esta mejora es tanto más considerable cuanto que una gran parte de los costes de producción del aluminio correspondía a cargo de la energía eléctrica consumida en la electrolisis de fusión fluida.

El procedimiento según el invento es aplicable a casi todos los metales y se refiere especialmente a los metales que son capaces de formar compuestos como halogenuros, ocasionalmente también como nitratos, cloratos y percloratos, con compuestos de yuxtaposición de amoníaco. Estos compuestos de yuxtaposición, especialmente compuestos de yuxtaposición de aluminio a halogenuros de metal son en su mayor parte inestables respecto al aire y a la humedad. De los halogenuros una parte es sólida y estable al aire. Esto ocurre especialmente en el caso de halogenuros de los grupos I y II, así como VI hasta VIII del sistema periódico de los elementos. Están situados en el centro, además del grupo de los metaloides (Si, Ge, Sn) los de los metales ligeros y de los así llamados metales de transición, cuyos halogenuros son líquidos o en forma de gases y son inestables al aire. Para estos grupos es especialmente adecuado el procedimiento según el invento. El mismo se refiere, por lo tanto, especialmente a los halogenuros metálicos de berilio, titanio, circonio, hafnio, torio, niobio, vanadio, aluminio y boro. Sin embargo, puede aplicarse con ventaja el procedimiento según el invento también a otros halogenuros de

203902



metal, como por ejemplo, halogenuro de estaño o también aque-
 llos halogenuros que son hidroscoópicos, como por ejemplo clora-
 to de magnesio o halogenuros de los metales alcalino-térreos,
 o también a aquellos halogenuros que son resistentes al aire,
 como halogenuros del cerio, lantano y halogenuros de otras
 tierras raras, molibdeno y semejantes.

De los metales ensayados sobre la aplicabilidad
 del procedimiento según el invento se mencionarán los siguien-
 tes, que pertenecen a los siguientes seis grupos:

I.) Metales alcalinos.

Li, Na, K, Cs, Rb

II.) Metales alcalino térreos.

Ca, Sr, Ba.

III.) Metales ligeros.

Be, Mg, Al, Ti

IV.) Metales pesados.

A./ Metales pesados no férreos.

Cu, Pb, Jn, Hg, Cd, Sn, Sb, Bi, Ga^{III},
 Jn^{III}, Tl, Cr, Gr, Th, U, (Ni, Co)

(Ni y Co solamente en tanto existan como
 compuestos de yuxtaposición, que pueden ob-
 tenerse en determinadas condiciones).

B./ Hierro y ennoblecadores de acero.

Fe, Mo, V, Mn, Nb, Ta

El W que pertenece aquí no da compuestos de

5

10

15

20

25



263902

yuxtaposición, sino nitruros.

V.) Semi-metales.

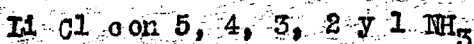
B. As, Te

El boro produce además de las imidas típicas para los semi-metales, por ejemplo (BH_2NH_2) también un boro-triclor-borazol $(BCl NH_3)_3$, que puede descomponerse en el sentido mencionado en la descarga de incandescencia.

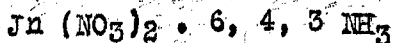
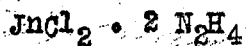
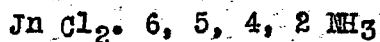
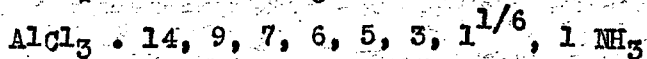
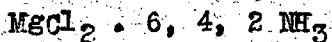
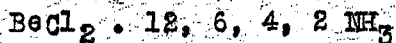
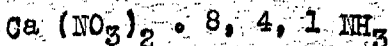
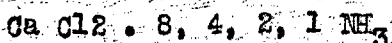
VI.) Tierras raras.

Lantánidos, inclusive scandio e ytrio.

A título de ejemplo se relacionarán algunos compuestos de yuxtaposición, que pueden formarse con diferentes metales tomados del número de los metales investigados:

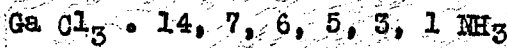
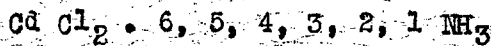
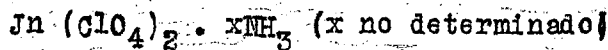
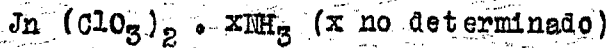
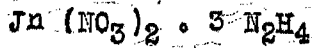


(también I_2 , Br y $I_2 J$)

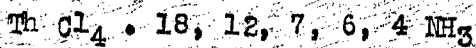
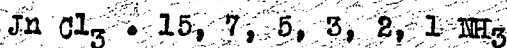




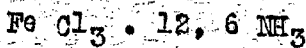
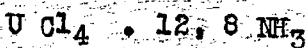
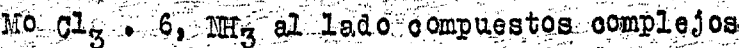
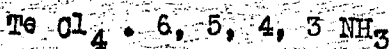
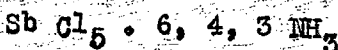
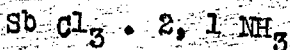
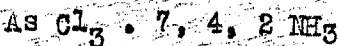
263902



10 igualmente bromuros y yoduros



15 al lado compuestos complejos



igualmente bromuros y yoduros.

25 Esta relación demuestra además que el número de las moléculas de amoniaco yuxtaponibles a una molécula de sal



263902

metálica no parece evidentemente estar limitado hacia arriba. Puede deducirse además de esta relación que en lugar de los halogenuros de metal que entran en consideración preferente - mente para el procedimiento según el invento, también son a -
5 aplicables otras sales metálicas. Ciertamente el número de o - tras sales metálicas que entran en consideración respecto al número de los halogenuros de metal que entran en consideración para el procedimiento según el invento, es esencialmente menor. En general se trata de los aniones NO_2 , NO_3 , ClO_3 y ClO_4 , co -
10 mo otros ejemplos de estas sales de metal que entran en consi - deración para el procedimiento según el invento se mencionarán las siguientes: $\text{Cu} (\text{ClO}_3)_2$, $\text{Cu} (\text{ClO}_4)_2$, $\text{Cu} (\text{NO}_2)_2$, $\text{Cu} (\text{NO}_3)_2$, $\text{Ca} (\text{NO}_3)_2$, $\text{Zn} (\text{NO}_3)_2$, $\text{Zn} (\text{ClO}_3)_2$, $\text{Cd} (\text{NO}_3)_2$, $\text{Cd} (\text{ClO}_3)_2$, $\text{Cd} (\text{ClO}_4)_2$.

15 Por el contrario no forma, por ejemplo, el nitra - to de titanio o el perclorato de titanio con amoniaco ningun compuesto de yuxtaposición pero pueden obtenerse otros produ - ctos, fumigándose el producto final obtenido a partir de un com - puesto de yuxtaposición, a tetracloruro de titanio mediante un
20 tratamiento de temperatura, cuidadosamente con ácido nítrico, ácido clorhídrico o ácido perclórico. Se forman entonces com - puestos cuyo catión es Ti y cuyo anión se compone por ejemplo de $\text{N} (\text{NH}_2)$, NH_2 y NO_3 , respectivamente ClO_3 , respectivamente ClO_4 .

25 En lo que sigue se indican todavía algunos ejem - plos de ejecución del procedimiento según el invento:



263902

Obtención de un producto final conteniendo titanio de gas de amoniaco y tetracloruro de titanio.

Tetracloruro de titanio se lleva con nitrógeno a temperatura ambiente al recipiente 4, figura 1, se forma con amoniaco el compuesto de yuxtaposición amarillo y éste se pone en la lanzadera 12 y con ésta en el horno 16. Después del calentamiento a 680°C y una duración de tratamiento de aproximadamente una hora, la lanzadera contenía un producto negro, atravesado por partes de color castaño, que era ampliamente estable al aire. El análisis para determinar el titanio dió en las partes preferentemente castañas 73,5% Ti, y en las partes predominantemente negras 66,2% Ti, en la sustancia de promedio según la relación de mezcla de 69,4 a 70,6% de titanio.

El sublimado en el tubo 17 era gris-blanco hasta verde-amarillo y contenía entre 0,4 y 2,9% Ti. (0,4/0,5/0,6/0,8/0,9/1,1/2,5/2,9% Ti).

De la misma manera se produjeron:

un producto conteniendo Al final de un compuesto de yuxtaposición AlCl₃

	"	"	final conteniendo Be	"	"	"	"	"	BeCl ₄
20	"	"	"	Hf	"	"	"	"	HfCl ₄
	"	"	"	Mg	"	"	"	"	MgCl ₂
	"	"	"	Th	"	"	"	"	ThCl ₄
	"	"	"	Zr	"	"	"	"	Zr Cl ₄
	"	"	"	B	"	"	"	"	BCl ₃
25	"	"	"	Ta	"	"	"	"	TaCl ₅
	"	"	"	Mo	"	"	"	"	MoCl ₅
	"	"	"	W	"	"	"	"	WCl ₅
	"	"	"	V	"	"	"	"	VCl ₄

263902



5 En lo que sigue se describe ahora además mediante la instalación mostrada en la figura 2, la obtención de un compuesto de yuxtaposición, a una sal metálica y el empleo de este producto intermedio para la obtención de metal según un procedimiento de fabricación, en el que bajo la acción de materias de reducción, ionizadas con ayuda de descarga eléctrica, sobre el producto intermedio, se forma metal libre, y en que se efectúa un tratamiento de temperatura, correspondiente a la segunda fase del procedimiento, por el calor de formación producido en la formación de compuestos de las materias de reducción.

10 como material de partida se ha previsto aquí por ejemplo tetracloruro de titanio en forma líquida, que se encuentra en un depósito de reserva 25 y está designado con 26. Desde este depósito de reserva 25 se inyecta el compuesto 26
15 conteniendo metal, mediante presión de gas por medio de una tobera 27 como chorro de líquido finamente distribuido en el depósito 28. El gas necesario, sometido a presión correspondiente se suministra al depósito 25 de reserva por la tubería 29. Tiene que elegirse un gas, por ejemplo argon, que no pueda reaccionar con el compuesto 26, que contiene metal, y que también
20 pueda actuar como gas protector para el producto intermedio obtenido en el recipiente 28. En el recipiente 28 se mezcla el tetracloruro de titanio finamente dividido íntimamente con una atmósfera conteniendo nitrógeno y también hidrógeno, por ejemplo con gas de amoníaco, que se insufla por los tubos inclina -
25



263902

dos 30 en la dirección hacia el chorro de gas líquido. A los tubos 30 se suministra este gas por medio de un órgano regulador 31 desde el depósito 32. En lugar de gas de amoníaco puede emplearse también otra mezcla de nitrógeno y de hidrógeno. Adecuadamente el volumen de gas aportado se ajusta de tal modo al volumen del compuesto de metal aportado, que se combine por el producto intermedio sólido producido una parte del gas lo mayor posible. El gas sobrante se bombea extrayéndole por medio de la tubuladura 33 desde el recipiente 28, para lo que es suficiente una pequeña potencia de bomba en el caso de un ajuste adecuado de las cantidades aportadas de los participantes en la reacción.

Si se rocía tetracloruro de titanio por medio de la tobera 27 y se suministra gas de amoníaco por las tuberías 30, se obtiene como producto intermedio 34 un compuesto de yuxtaposición sólido conteniendo titanio, que se precipita en el extremo inferior del recipiente 28. Mediante el ajuste correspondiente de las cantidades de los participantes en la reacción, el producto intermedio se compone predominantemente de $TiCl_4 \cdot 6 NH_3$, es decir de un compuesto de yuxtaposición de tetracloruro de titanio y amoníaco. Este producto intermedio es estable, cuando se encuentra en una adecuada atmósfera de gas protector. En el caso de desearlo, puede estar agregado tal gas protector, por ejemplo argón, ya al participante gaseoso de la reacción en el depósito 32 y puede introducirse



263902

10

junto con éste en el recipiente de reacción 28. El gas protector tiene que elegirse de tal modo, que no participe en la reacción en el depósito 28.

5 El producto intermedio sólido se extrae desde la parte inferior del depósito 28 por un dispositivo de transporte adecuado, por ejemplo la hélice transportadora 36 impulsada por medio del árbol 35 y se aporta para la ulterior elaboración en la segunda fase del proceso de obtención.

10 Para la obtención del metal libre desde este producto intermediario se trata el mismo, por ejemplo, en una atmósfera de gas ionizada, que adecuadamente contiene por lo menos uno de los componentes nitrógeno e hidrógeno. Según las condiciones del tratamiento en esta segunda fase del proceso de obtención puede obtenerse del producto intermedio una participación mayor o menor de metal libre.

15 En el ejemplo de ejecución representado, el producto intermedio producido en la primera fase es hecho pasar a través del recipiente 40 sobre una cinta transportadora 39 sin fin que corre sobre los rodillos 37 y 38, se recoge en el embudo 41 y se evacúa desde el recipiente 40 por medio de un adecuado dispositivo de transporte, por ejemplo por medio de la hélice transportadora 43 impulsada por medio del árbol 42. El producto así generado contiene en el presente caso por lo menos partes de metal de titanio libre.

25 Durante el paso a través del recipiente 40 el pro-

263902



ducto intermedio situado sobre la cinta transportadora 39 se encuentra bajo la influencia de los rayos de gas 44 ionizados, que se insuflan desde ambas toberas 45 al recipiente 40. En el recipiente 40 se mantiene una presión de gas predeterminada, por ejemplo, por medio de una instalación de bomba empalmada a la tubuladura 46. Como todo el recinto interior del recipiente 40 solamente es alimentado por los chorros de gas 44, allí existe una atmósfera ionizada, que puede actuar sobre el producto intermedio.

Los rayos de gas 44 penetran por medio de un taladro a modo de tobera en la parte interna 47 metálica, que está aislada eléctricamente por el aislamiento 48 respecto a la tapa 49 metálica del recipiente 40. Delante de la tobera 45 en cada caso está dispuesto un contra-electrodo 50 de forma anular, que está aislado eléctricamente mediante aisladores 51 respecto a la pared metálica del recipiente 40. Uno de los conductores interiores 47 metálicos con el correspondiente contra-electrodo 50 está conectado a un par de bornes 51 y el otro conductor 47 interior está empalmado al par de bornes 52 con el correspondiente contra-electrodo 50.

A los taladros de las partes internas metálicas 47, las toberas 45, se suministra por las tuberías 53 y el regulador 54 el gas que se encuentra en el depósito 55 con la presión correspondiente. El depósito 55 se abastece de los gases correspondientes por medio de los conductos 56 y 57, estan-



263902

do previstos bien sea nitrógeno puro o hidrógeno puro, - respectivamente una mezcla de nitrógeno e hidrógeno respectivamente NH_3 .

5 Si en el depósito 40 por medio de las tubuladuras 46, se mantiene una presión correspondiente, y el gas se suministra con tal presión por los conductos 53 que de los taldros de las partes interiores 47 en cada caso salga un chorro de gas, por una tensión en los pares de bornes 51 y 52 de por ejemplo 150 a 400 voltios se creará una así llamada descarga de rayos, por medio de los cuales los chorros de gas salientes 10 44 experimentan una fuerte ionización.

Al utilizarse tetracloruro de titanio como material de partida y gas de amoniaco como participante en la reacción en la primera fase del proceso de obtención, se produce 15 un producto intermedio 34 amarillento sólido, que se transforma bajo la acción de la atmósfera ionizada en el depósito 40 en un producto final en forma de polvo de color blanco hasta gris. La investigación de este producto ha dado por resultado, que en el mismo está contenida una participación de aproximada- 20 mente 15% de titanio metálico libre en forma de polvo. El producto generado contiene además cloruro de hidracina y cloruro de amonio, así como una pequeña parte de tetracloruro de titanio.

25 La separación del producto final obtenido, ^{que} cuando la reacción ha transcurrido por completo, (lo que es regulable),

263902



5 se compone de un fino polvo de metal con NH_4Cl y $\text{N}_2\text{H}_5\text{Cl}$, en el caso de metales inatacables o sólo difícilmente atacables, por ejemplo Ti, se trata con agua y se filtra separando el metal. Las sales disueltas se calientan con lechada de cal, liberándose NH_3 del NH_4Cl y se conduce de nuevo al proceso si se desea. (Formación del compuesto de yuxtaposición), mientras que se separa por destilación la hidracina al continuar la coe-
ción.

10 cuando el metal reacciona con agua, entonces se efectúa la separación por sedimentación con un medio sedimentador no acuoso.

15 En la instalación descrita, las dos fases del procedimiento de obtención se realizan en recintos de reacción separados, esto es la primera fase del procedimiento en el recipiente 28 y la segunda fase en el recipiente 40. En el caso de una constitución adecuada de una instalación para la ejecución del procedimiento, sin embargo, pueden realizarse también las dos fases del proceso de obtención al paso de las correspondientes materias a través de un recinto de reacción común, teniendo lugar la primera fase corriente arriba respecto a la
20 segunda fase.

25 En la instalación descrita, la atmósfera de gas ionizada, que está prevista en la ejecución de la segunda fase del procedimiento de obtención, se crea por medio de una así llamada descarga de rayos, que debe considerarse como una va -



263902

riante de las conocidas descargas de gas, respectivamente de incandescencia. Sin embargo, son aplicables también otros medios eléctricos para la ionización de la atmósfera que debe ser recorrida por el producto intermedio en la segunda fase del proceso, por ejemplo, descargas eléctricas de rodado y de haces, tales como son conocidas en la técnica de la alta tensión y ocasionalmente se designan como descargas corona. Existe además la posibilidad de obtener una ionización de la atmósfera por descargas de gas de alta frecuencia. También es posible una ionización de la atmósfera mediante descargas eléctricas de arco voltaico, pero en ello tiene que adoptarse medidas adecuadas (por ejemplo ensanchamiento magnético del arco) para crear una zona ionizada lo más uniforme posible sin que por temperaturas demasiado altas se modifiquen los productos intermedios de manera inconveniente. Una ionización de la atmósfera de gas mediante carga por irradiación intensiva o por corpúsculos acelerados como por ejemplo electrones o rayos alfa también es posible.

En la ejecución del presente procedimiento ha demostrado ser importante, que el grado de ionización de la atmósfera de gas en la segunda fase del proceso de obtención se ajuste a la clase y cantidad del producto intermedio a tratar. Una ionización demasiado intensa es igualmente poco adecuada que una ionización débil. Ha resultado ser ventajoso, cuando en la instalación descrita los rayos de gas que cargan al pro-



263902

ducto intermedio se componen de una mezcla de NH_3 y N_2 , ya que aparentemente las reacciones químicas deseadas del producto intermedio se influyen favorablemente por parte de la recombinación del nitrógeno disociado que tiene lugar simultáneamente. Posiblemente depende esta influencia favorable del hecho de que tienen lugar procesos químicos exotérmicos y endotérmicos, cuyo balance térmico por lo menos está compensado entre sí en cierto modo.

Finalmente se explicará este procedimiento de obtención en un ejemplo.

En una instalación análoga a la descrita según la figura 1 se realizó un tratamiento de 10 grs. de tetracloruro de titanio. El tetracloruro de titanio líquido se pulverizó mediante gas de nitrógeno y se mezcló con 10 litros de gas NH_3 . Se produjo una formación espontánea de un compuesto de yuxtaposición sólido amarillo azufre, que después de un ensayo químico resultó ser $\text{TiCl}_4 \cdot 6 \text{NH}_3$. Los dos productos de partida aportados se transformaron casi en un cien por ciento en el producto intermedio amarillo. Este producto intermedio puede conservarse indefinidamente bajo gas protector, es decir en el presente caso bajo nitrógeno, pero se descompone al aire rápidamente en un compuesto blanco que principalmente se compone de TiO_2 . También puede comprobarse la existencia de una pequeña participación de NH_4Cl .

El producto intermedio amarillo se expuso, aisla -



263902

5 do del aire, respectivamente bajo gas protector, a un rayo de gas ionizado de nitrógeno. El orificio de tobera utilizado tenía una anchura de luz de aproximadamente 1 mm^2 y la corriente de gas de entrada importó aproximadamente 3 - 5 litros por minuto. Entre el contra-electrodo 50 y el cuerpo de tobera 47 se aplicó una tensión eléctrica de 150 a 190 voltios y en el recipiente 40 se mantuvo en ello una infrapresión de aproximadamente 30 mm Hg. En estas condiciones tuvo que suministrarse una potencia eléctrica de aproximadamente 40 vatios.

10 El cuerpo de tobera 47 metálico formó el cátodo de la descarga incandescente producida respectivamente de la descarga de rayos. Teniendo en cuenta la pequeña cantidad del producto intermedio el mismo se amontonó solamente en un lugar de la cinta transportadora 39 y este lugar se sometió al rayo de gas 44 ionizado y allí se trató durante un tiempo de cuatro

15 horas. El producto intermedio varió en ello su color desde amarillo azufre a blanco hasta gris.

20 Después de este tiempo de tratamiento, el producto producido se extrajo del recipiente 40 y se disolvió en agua, pudiéndose separar en ello por filtrado un precipitado de aproximadamente 2 grm., que resultó ser titanio metálico libre. La producción de titanio fue según esto en el presente ejemplo de aproximadamente 80%. Por titulación de la solución separada por filtrado mediante una solución de yodo según

25 Stolle se comprobó un contenido de 5,7 grs. de cloruro de hidracina ($\text{N}_2\text{H}_5\text{Cl}$). El resto de la solución se componía de cloruro de amonio NH_4Cl y de una pequeña cantidad de tetracloruro de titanio sin modificar.



263902

N o t a.

Este registro consta de las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para el tratamiento de sales o materiales de partida conteniendo sales con el fin de disminuir el contenido de formador de sal, especialmente para el tratamiento de halogenuros de metal con el fin de disminuir el contenido de halógeno, caracterizado porque se llevan a reaccionar con la sal o con el material de partida conteniendo sal, materias, por ejemplo, compuestos de nitrógeno-hidrógeno y de ellos especialmente amoníaco, y para ello preferentemente se yuxtaponen a la sal, respecto a las cuales la participación aniónica de la sal, esto es el formador de sal, en determinados alcances de temperatura posee una afinidad de tal modo más alta que respecto a la participación catiónica de la sal, esto es por ejemplo respecto al metal, que estas materias en estos alcances de temperatura están en posición de arrancar y de combinar la participación aniónica de la sal, desde la participación catiónica de la sal, esto es por ejemplo, el formador de sal desde el metal.

20 2.- Procedimiento para la disminución del contenido de formador de sal, respectivamente del contenido de halógeno, según la reivindicación 1, caracterizado porque la sal se somete a un tratamiento de temperatura bajo la acción de las materias que deben llevarse a reaccionar, respectivamente

25



263902

5 las materias yuxtapuestas a la misma, y para ello se lleva a una temperatura, que está situada dentro del mencionado alcance de temperatura de mayor afinidad de la participación aniónica de la sal, es decir del formador de sal, respecto a las materias que deben llevarse a reaccionar, respectivamente las materias yuxtapuestas, que respecto a la participación catiónica de la sal, esto es por ejemplo respecto al metal y se mantiene a esta temperatura durante tanto tiempo hasta que la sal, respectivamente el compuesto de yuxtaposición esté liberado de una cantidad predeterminada de su contenido de formador de sal, dependiente de la temperatura elegida.

10 3.- Procedimiento para la obtención de metal, caracterizado por la utilización de los productos obtenidos según las reivindicaciones 1 ó 2 como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida.

15 4.- Procedimiento para la obtención de metal según procedimientos de fabricación en los que, bajo la acción de materias de reducción, ionizadas con ayuda de descargas eléctricas, sobre el material de partida se forma metal libre, caracterizado por la utilización de productos obtenidos según la reivindicación 1 como material de partida.

20 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica, que debe tratarse, es un halogenuro de metal, respectivamente un material de partida que

25



263902

contiene halogenuro de metal, por ejemplo, un compuesto entre un metal y yodo, bromo, fluor o cloro.

5 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el halogenuro de metal, respectivamente el material de partida conteniendo halogenuro de metal, que debe tratarse, es un cloruro de metal, respectivamente un material de partida conteniendo cloruro de metal, por ejemplo $AlCl_3$, $BeCl_2$, $MgCl_2$, $TiCl_4$.

10 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica, que debe ser tratado, es un nitrito de metal, respectivamente un material de partida conteniendo nitrito de metal, por ejemplo $Cu(NO_2)_2$.

15 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica, es un nitrato de metal, respectivamente un material de partida conteniendo nitrato de metal, por ejemplo $Cu(NO_3)_2$, $Ca(NO_3)_2$, $Zn(NO_3)_2$ ó $Gd(NO_3)_2$.

20 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica, que debe tratarse, es un clorato de metal, respectivamente un material de partida conteniendo un clorato de metal, por ejemplo $Cu(ClO_3)_2$ ó $Gd(ClO_3)_2$.

25



283902

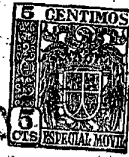
5 10.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica, que debe tratarse, es un perclorato de metal, respectivamente un material de partida conteniendo perclorato de metal, por ejemplo, $Cu(ClO_4)_2$, ó $Cd(ClO_4)_2$.

10 11.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 5-10, caracterizado porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica y la materia que debe juxtaponerse al mismo para la formación del compuesto de yuxtaposición, se introducen en una división muy fina de tal modo en el recipiente de reacción, que allí tiene lugar un contacto íntimo de las partículas mínimas de ambos participantes en la reacción, por ejemplo de tal modo que los dos participantes en la reacción se introducen en el recipiente de reacción por dos toberas coaxiales.

15 12.- Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque en el recipiente de reacción se encuentra una atmósfera de gas protector libre de oxígeno.

20 13.- Procedimiento según las reivindicaciones 11 ó 12, caracterizado porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica, está distribuido muy finamente en un gas portador libre de oxígeno, de tal modo que no pueda reaccionar con el mismo y al mismo tiempo pueda actuar como gas protector para el compuesto de yuxta-

25



263902

posición producido en el recipiente de reacción, por ejemplo en un gas noble como argón o nitrógeno molecular.

5 14.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica, está distribuido en forma de vapor en el gas portador, pudiéndose obtener esta distribución por ejemplo de tal modo, que el gas portador se hace pasar en forma de burbujas de gas a través de sal metálica, respectivamente de material de partida conteniendo sal metálica, existente en forma líquida y llevado a temperatura de vaporización o evaporación.

10 15.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 11-14, caracterizado porque la materia destinada a la yuxtaposición es un gas en el alcance de temperatura considerado para la ejecución del procedimiento, y por ello ya se encuentra por su naturaleza en una división muy fina.

15 16.- Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque la materia destinada a la yuxtaposición es amoníaco.

20 17.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 5-16, caracterizado por su ejecución a una temperatura correspondiente a la yuxtaposición de la materia destinada para ello en la cantidad de moléculas que deben yuxtaponerse a una molécula de la sal metálica respectivamente del material de partida conteniendo sal metálica.

25



263902

5 18.- Procedimiento según la reivindicación 17, caracterizado porque para la generación de la temperatura prevista para la ejecución se aprovecha parcialmente por lo menos el calor liberado en el proceso de formación exotérmico de los compuestos de yuxtaposición.

19.- Procedimiento según las reivindicaciones 17 ó 18, caracterizado porque para la generación de la temperatura prevista para la ejecución se utilizan fuentes térmicas exteriores actuantes sobre el lugar de reacción.

10 20.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la temperatura prevista para la ejecución se consigue porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica, que se encuentra en reserva se mantiene a una temperatura correspondiente determinable teniendo en cuenta el suministro de calor por el proceso exotérmico de formación y se introduce con esta temperatura en el recipiente de reacción (por ejemplo, el $TiCl_4$ para la formación de $TiCl_4 \cdot 8 NH_3$ a menos $20^\circ C$ hasta $0^\circ C$, para la formación de $TiCl_4 \cdot 6 NH_3$ a más $20^\circ C$ y para la formación de $TiCl_4 \cdot 4 NH_3$ a más $80^\circ C$ hasta más $90^\circ C$).

15 21.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 17-20, caracterizado por la ejecución a una temperatura tal que el número de las moléculas de la materia destinada a la yuxtaposición, yuxtapuestas a una molécula de la sal metálica, respectivamente del material de partida conteniendo



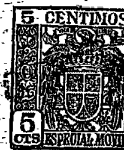
263902

sal metálica, es lo menor posible y según esto se limita a un mínimo la cantidad mínima necesaria por unidad de volumen de la sal metálica, respectivamente del material de partida conteniendo sal metálica, para la formación del compuesto de yuxtaposición.

22.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 17-21, caracterizado porque las cantidades suministradas por unidad de tiempo al recipiente de reacción, de sal metálica respectivamente de material de partida conteniendo sal metálica por una parte, y las materias destinadas a la yuxtaposición, por otra parte se ajustan entre sí de acuerdo con la proporción del número de las moléculas que deben yuxtaponerse a una molécula de la sal metálica, respectivamente del material de partida conteniendo sal metálica, a la temperatura prevista para la ejecución, de tal modo que puedan reaccionar entre sí totalmente.

23.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 5-22, caracterizado porque la sal metálica, respectivamente el material de partida conteniendo sal metálica por una parte, y las materias destinadas a la yuxtaposición, por otra parte, están adaptadas entre sí respecto a su acción única recíproca de tal modo que el compuesto de yuxtaposición que forma el producto de reacción, es una materia sólida.

24.- Procedimiento, según la reivindicación 23, caracterizado porque en el caso de un producto de reacción re-



263902

sultante en forma de polvo se efectúa una condensación del producto de reacción por prensado del polvo en moldes de prensa a una elevada presión de apriete, por ejemplo 30 Kg. por cm^2 .

5 25.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por la ejecución a una temperatura correspondiente al grado de estabilización deseado del producto final.

10 26.- Procedimiento según la reivindicación 25, caracterizado por una duración tal del tratamiento del producto intermedio, que la separación del compuesto obtenido a partir de las materias yuxtapuestas y del halógeno arrancado del metal, respecto al producto intermedio, al final del tiempo de tratamiento ha alcanzado su valor límite dependiente de la temperatura de ejecución y cesa por ello.

15 27.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 2, 25 ó 26, caracterizado por la ejecución en una atmósfera de gas protector libre de oxígeno.

20 28.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 ó 25-27, caracterizado porque se recuperan las materias empleadas para la yuxtaposición producidas a partir de las materias yuxtapuestas y del halógeno arrancado del metal, cuyo compuesto se separa del producto intermedio por tratamiento con productos químicos correspondientes, y se agregan de nuevo al proceso para la fabricación de ulteriores compuestos de yuxtaposición, por ejemplo en el caso de NH_3 yuxtapuesto a

25



263902

cloruros metálicos, por introducción del NH_4Cl que se precipita, en lechada de cal $\text{Ca}(\text{OH})_2$ se consigue una recuperación del NH_3 .

5 29.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 ó 25-28, caracterizado porque el producto después del tratamiento de temperatura, por fumigación con pequeñas cantidades de ácido nítrico concentrado HNO_3 a un máximo de 100°C se transforma en un nitrato resistente al aire y al agua.

10 30.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, caracterizado por la formación de un compuesto de yuxtaposición de amoníaco en el halogenuro de un metal del grupo de los metales ligeros, aluminio, magnesio, berilio y titanio.

15 31.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 25-29, caracterizado porque se utilizan como materiales de partida, compuestos de yuxtaposición de amoníaco en el halogenuro de un metal del grupo de los metales ligeros, aluminio, magnesio, berilio y titanio, obtenidos según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11 - 14.

20 32.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11 - 24, caracterizado por la formación de un compuesto de yuxtaposición de amoníaco en el cloruro de un metal del grupo de los metales ligeros aluminio, magnesio, berilio y titanio, por ejemplo para la formación de

25



263902

$\text{AlCl}_3 \cdot 2 \text{NH}_3$, $\text{MgCl}_2 \cdot 2 \text{NH}_3$, $\text{BeCl}_2 \cdot 4 \text{NH}_3$ y $\text{TiCl}_4 \cdot 4 \text{NH}_3$.

5 33.- Procedimiento según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 25 - 29, caracterizado porque se utilizan como materiales de partida compuestos de yuxtaposición de amoniaco en el cloruro de un metal del grupo de los metales ligeros aluminio, magnesio, berilio y titanio, por ejemplo en $\text{AlCl}_3 \cdot 2 \text{NH}_3$, $\text{MgCl}_2 \cdot \text{NH}_3$, $\text{BeCl}_2 \cdot 4 \text{NH}_3$ y $\text{TiCl}_4 \cdot 4 \text{NH}_3$, obtenidos según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24.

10 34.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, caracterizado por la formación de un compuesto de yuxtaposición de amoniaco en el halogenuro de un metal del grupo de elementos vanadio, estaño, hafnio, circonio, torio, uranio, boro, tantalio, molibdeno, volfram, niobio y cerio, por ejemplo para la formación de $\text{ThCl}_4 \cdot 6 \text{NH}_3$, $\text{UCl}_4 \cdot 8 \text{NH}_3$, $\text{MoCl}_3 \cdot 6 \text{NH}_3$.

15 35.- Procedimiento según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 25 - 29, caracterizado porque se utilizan como materiales de partida, compuestos de yuxtaposición de amoniaco en el halogenuro de un metal del grupo de elementos vanadio, estaño, hafnio, circonio, torio, uranio, boro, tantalio, molibdeno, volfram, niobio y cerio, por ejemplo en $\text{ThCl}_4 \cdot 6 \text{NH}_3$, $\text{UCl}_4 \cdot 8 \text{NH}_3$, $\text{MoCl}_3 \cdot 6 \text{NH}_3$, obtenidos según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11 - 24.

20

25



263902

5 36.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 3, caracterizado por la utilización de un producto obtenido según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 2 - 29, que contenga una gran participación de un metal, como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de este metal.

10 37.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 36, caracterizado por la utilización de un producto obtenido según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 25 - 29, conteniendo una gran participación de un metal del grupo de los metales ligeros, aluminio, magnesio, berilio y titanio, como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención del correspondiente metal, aluminio, magnesio, berilio y titanio.

15 38.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 37, caracterizado por la utilización de un producto obtenido según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 25-29, a partir de un compuesto de yuxtaposición de amoniaco en $AlCl_3$ conseguido según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, que contiene una gran participación de aluminio, como adición a la fundición, que contiene por ejemplo aproximadamente 10% Al_2O_3 y 90% $NaAlF_6$ en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de aluminio.

25 39. - Procedimiento para la obtención de metal



26391

5 según la reivindicación 37, caracterizado por la utilización de un producto obtenido según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 25 a 29 a partir de un compuesto de yuxtaposición de amoniaco en $TiCl_4$ producido según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, que contiene una gran participación de titanio, como adición a una fundición que contiene casi 100% de fluoruro alcalino de titanio como K_2TiF_6 en la electrolisis de fusión fluida para la fabricación de titanio.

10 40.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 36, caracterizado por la utilización de un producto obtenido según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 25-29 que contiene una gran participación de un metal del grupo de los elementos que comprenden los metales vanadio, estaño, hafnio, circonio, torio, uranio, boro, 15 tantalio, molibdeno, volfram, niobio y cerio, como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de este metal.

20 41.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 3, caracterizado por la utilización de compuestos de yuxtaposición a sales de un metal, obtenidos según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de este metal.

25 42.- Procedimiento para la obtención de metal se-



263902

5 según la reivindicación 41, caracterizado por la utilización de compuestos de yuxtaposición a sales de un metal del grupo de los metales ligeros, aluminio, magnesio, berilio y titanio, obtenidos según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención del correspondiente metal, aluminio, magnesio, berilio o titanio.

10 43.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 42, caracterizado por la utilización de un compuesto de yuxtaposición a $AlCl_3$, obtenido según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, como adición a la fundición que contiene por ejemplo aproximadamente 10% de Al_2O_3 y 90% $NaAlF_6$ en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de aluminio.

15 44.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 42, caracterizado por utilizar el compuesto de yuxtaposición de amoníaco a $TiCl_4$, obtenido según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, como adición a una fundición conteniendo casi 100% de fluoruro alcalino de titanio, como K_2TiF_6 , en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de titanio.

20 45.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 1, caracterizado por la utilización de un compuesto de yuxtaposición a sales de un metal del grupo de elementos vanadio, estaño, hafnio, circonio, torio, uranio,

25



263902

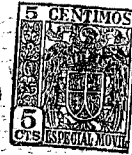
boro, tantalio, molibdeno, wolfram, niobio y cerio, obtenido según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24 como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de este metal.

5 46.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 3, caracterizado por la utilización de un producto conteniendo una gran participación de un metal, obtenido según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 25-29, como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de otro metal, por ejemplo, la
10 utilización de un producto conteniendo circonio como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de titanio.

15 47.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 3, caracterizado por la utilización de compuestos de yuxtaposición a sales de un metal, obtenidos según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de otro metal.

20 48.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 3, caracterizado por la utilización de diferentes productos, que contienen respectivamente una gran participación de uno de varios metales, obtenidos según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 25-29, como adición
25 a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para

263902



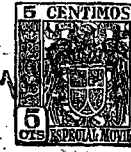
la obtención de uno de estos metales.

5 49.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 3, caracterizado por la utilización de compuestos de yuxtaposición a sales de diferentes metales, obtenidos según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, como adición a la fundición de la electrolisis de fusión fluida para la obtención de uno de estos metales.

10 50.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 3, caracterizado por la utilización de diferentes productos conteniendo respectivamente una gran participación de uno de varios metales, obtenidos según la reivindicación 2 ó una de las reivindicaciones 25-29, como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de un metal que no está contenido en uno
15 de los diferentes productos.

20 51.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 3, caracterizado por la utilización de compuestos de yuxtaposición a sales de diferentes metales, obtenidos según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, como adición a la fundición en la electrolisis de fusión fluida para la obtención de un metal, que no está contenido en uno de estos compuestos de yuxtaposición.

25 52.- Procedimiento para la obtención de metal según una de las reivindicaciones 41-45, 47, 49 y 51, caracterizado porque los materiales utilizados como adición a la



263902

fundición, se suministran a la fundición con exclusión del aire, respectivamente bajo un gas protector libre de oxígeno.

5 53.- Procedimiento para la obtención de metal según una de las reivindicaciones 3 ó 36 a 51, caracterizado porque los materiales, mencionados como adición a la fundición, se emplean en una participación que tiene un tanto por ciento reducido en la fundición, que está situado preferentemente entre 0,2 y 5%.

10 54.- Procedimiento para la obtención de metal según una de las reivindicaciones 3 ó 36-51, caracterizado porque los materiales mencionados como adición a la fundición sirven para rebajar la temperatura del electrolito.

15 55.- Procedimiento para la obtención de metal según una de las reivindicaciones 3 ó 36-51, caracterizado porque los materiales mencionados como adición a la fundición sirven para la disminución de la esfumación de la fundición.

20 56.- Procedimiento para la obtención de metal según una de las reivindicaciones 3 ó 36-51, caracterizado porque los materiales mencionados como adición a la fundición sirven para incrementar la conductibilidad del electrolito.

25 57.- Procedimiento para la obtención de metal según una de las reivindicaciones 3 ó 36-51, caracterizado porque los materiales mencionados como adición a la fundición sirven de gérmenes de cristalización, alrededor de los cuales se forman respectivamente monocristales del metal contenido en la



263902

fundición.

58.- Procedimiento para la obtención de metal según la reivindicación 4, caracterizado porque los compuestos de yuxtaposición a sales de metal, obtenidos según la reivindicación 1 ó una de las reivindicaciones 11-24, se emplean como materiales de partida y porque se trabaja según procedimientos de obtención, en los que una parte de las materias contenidas en los compuestos de yuxtaposición a la sal metálica, se produce un compuesto que se separa del compuesto de yuxtaposición con materias reductoras actuantes sobre el compuesto de yuxtaposición, con ayuda de una descarga eléctrica, ionizados especialmente con una descarga incandescente y por ello con fuerte capacidad de reducción, preferentemente gases ionizados, y el calor de formación producido al crearse este compuesto cae en parte a la sal metálica, así como a las materias yuxtapuestas restantes a temperaturas situadas en los alcances de temperatura, en los que, por una parte, se produce una separación de las materias yuxtapuestas y en las que por otra parte el halógeno posee una afinidad de tal modo más alta respecto a las materias yuxtapuestas que respecto al metal, que este último es arrancado por los productos de yuxtaposición que se separan y por lo menos con una parte de estas materias de yuxtaposición separadas produce un compuesto, de modo que se forman por lo tanto, metal libre, compuestos entre las materias de yuxtaposición, y el halógeno, y compuestos entre las materias de yuxtaposición y las materias reductoras actuantes, en lo que los elementos li-

263902



berados en la formación de compuestos de uno de ellos pueden colaborar en la formación de compuestos de la otra combinación, respectivamente pueden estar contenidos en ésta.

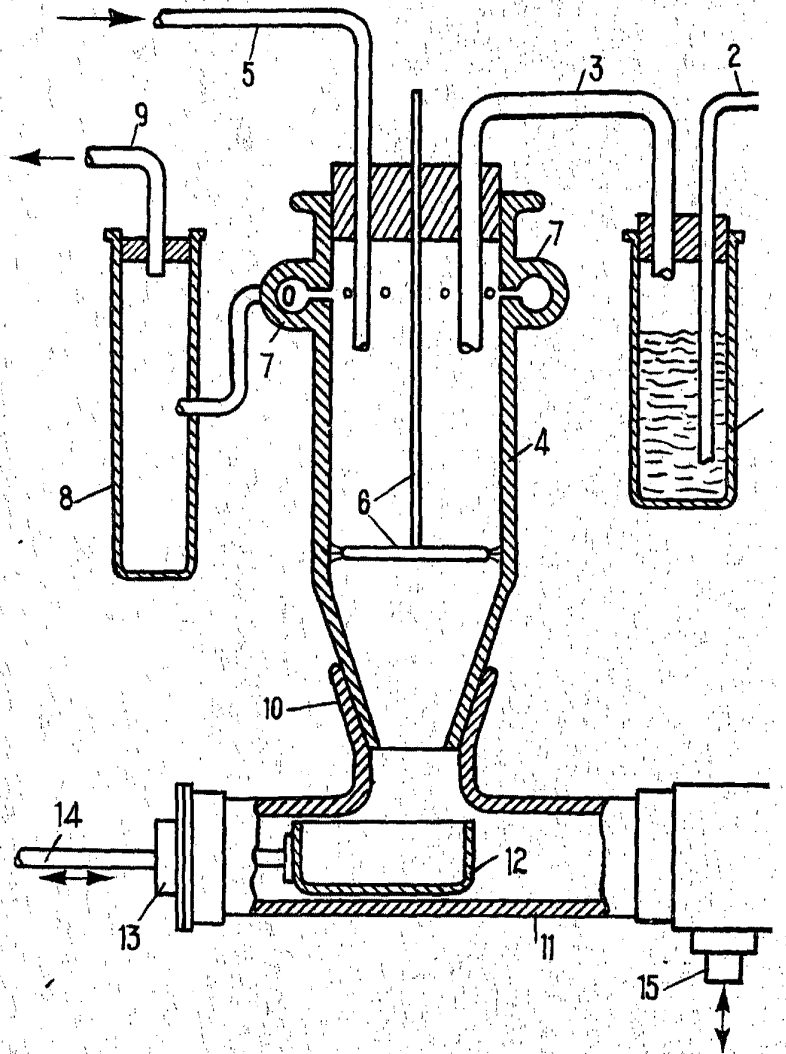
5 59.- Procedimiento para el tratamiento de sales metálicas y materiales de partida conteniendo sales metálicas.

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

Se detalla e ilustra con los planos que a la misma se acompañan.

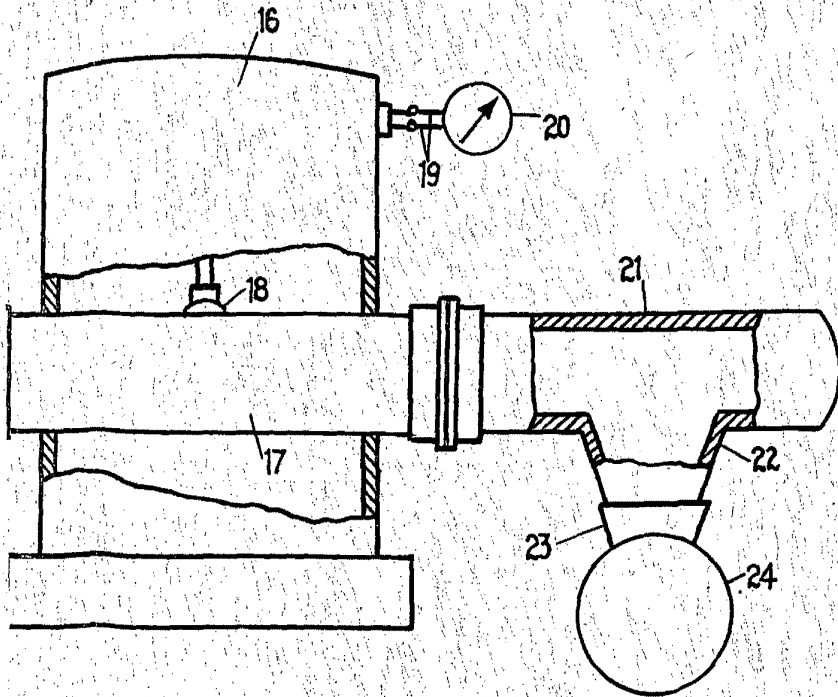
10 Y cuya memoria descriptiva consta de 64 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 10 Enero 1961.



Handwritten signature

FIG. 1



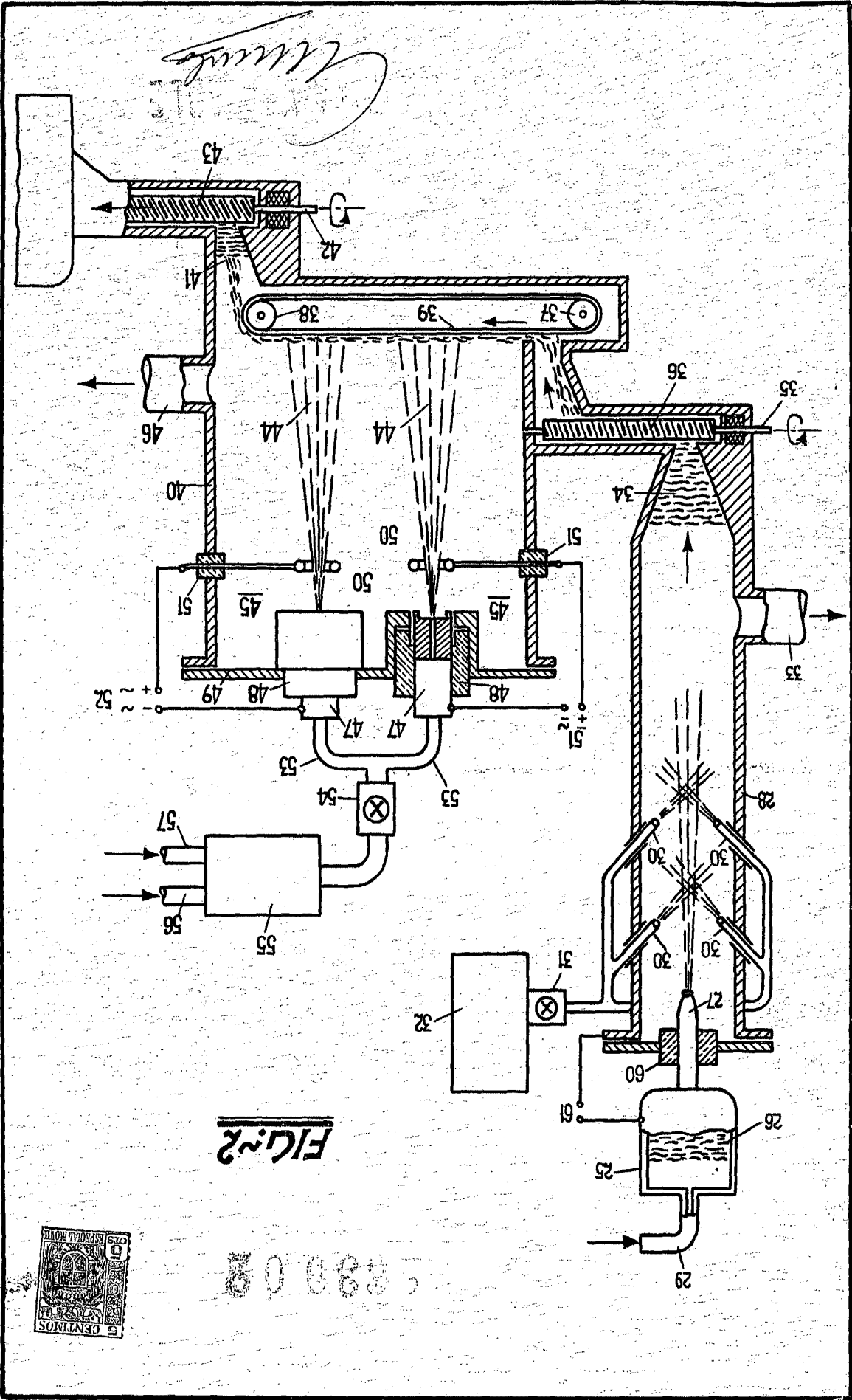


FIG. 2



Elektrophysikalische Anstalt

Dos hojas

Hoja 28.