

1341

27 FEB. 1963

284916.



*24138

P.- 24.138

AJH/1341

MEMORIA DESCRIPTIVA
 para solicitar
 P A T E N T E D E I N V E N C I O N
 e n
 E S P A Ñ A
 por VEINTE años

a nombre de ALUMINIUM LABORATORIES LIMITED, entidad
 canadiense, establecida en 1, Place Ville Marie, Mon-
 treal, Quebec, Canadá, por:
 "UN APARATO PARA LA DESTILACION DE SUB-HALURO"

5

Esta invención se relaciona con un procedi-
 miento de destilación de sub-haluro para la recupera-
 ción de aluminio a partir de metal que contiene alumi-
 nio y particularmente con el calentamiento de trihalu-
 ro de aluminio en forma gaseosa antes de que sea intro-
 ducido en la zona de reacción, en donde se hace reac-
 cionar con el contenido de aluminio de un metal que con-
 tiene aluminio.

10

En el procedimiento de destilación de sub-ha-
 luro, el trihaluro de aluminio gaseoso se pone en con-
 tacto con el metal que contiene aluminio a una tempera-
 tura de 1000 a 1400°C. en un horno convertidor para ge-
 nerar monohaluro de aluminio. El efluente gaseoso des-



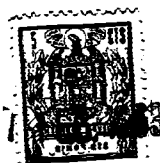
- 2 -

de el convertidor se conduce hasta un condensador de descomposición, en donde el gas se enfría para descomponer su contenido de monohaluro de aluminio mediante reacción invertida, involucrando la disociación de monohaluro de aluminio para rendir metal de aluminio relativamente puro, que se condensa en el condensador de descomposición, y trihaluro de aluminio, que permanece en la fase gaseosa y constituye una descarga gaseosa desde el dispositivo de descomposición y se recupera separadamente o se vuelve a introducir en el convertidor.

Es claramente evidente que el rendimiento y la eficiencia del convertidor se aumentarían, si del trihaluro de aluminio, usualmente tricloruro de aluminio, que es suministrado al convertidor, fuera pre-calentado hasta una temperatura elevada llegando o igualando a aquella de la reacción de conversión. En trabajos experimentales se ha pre-calentado la corriente de gas de trihaluro de aluminio haciéndola pasar a través de un dispositivo de calentamiento, que contenía un lecho de material carbonoso, tal como coque, calentado haciendo pasar una corriente eléctrica a través de la misma o mediante aplicación de alguna otra procedencia de energía térmica.

El calentador experimental para el gas de trihaluro de aluminio comprendía una coraza de acero

284916



- 3 -

externa teniendo un forro refractario, que consistía de una capa considerable de ladrillo de arcilla refractario inmediatamente adyacente al casco, para constituir principalmente un cuerpo aislante térmico, y un
5 forro interno constituido de alúmina en la forma de ladrillos o en la forma de una mezcla asentable, vaciada en su sitio, y destinada a proteger la capa descrita en primer término. Este forro interno de alúmina estaba destinado a constituir una superficie que sería re-
10 lativamente inerte al ataque del tricloruro de aluminio. Para un calentador funcionando a temperaturas de 1200°C. y mayores, es necesario, en la práctica, que la cámara de calentamiento tenga un aislamiento térmico eficiente para reducir la pérdida de calor. La capa de arcilla
15 refractaria, siendo un material refractario silicoso, se reconoce como teniendo buenas propiedades de aislamiento térmico, y desde luego se emplea en una variedad de equipos en donde están involucradas temperaturas extremadamente altas (como en la presente) y la conservación de la energía térmica así como protección de las
20 estructuras metálicas externas serían importantes.

Al llevar a cabo el procedimiento de destilación de sub-haluro en el aparato que incluía un calentador de esta naturaleza, en donde el gas de tricloruro de aluminio se pre-calentó mediante el paso hacia arriba
25

284910



a través de un lecho de coque caliente, surgió la dificultad mediante la formación de depósitos voluminosos de materia sólida encima del lecho y en el conducto que desembocaba en el convertidor. Estos depósitos se encontraron que consistían de carburo de silicio y la explicación para su formación fué difícil. Se descubrió eventualmente que su origen era debido a la difusión del tricloruro de aluminio altamente calentado a través de la capa interna de alúmina para ponerse en contacto con el aislamiento de arcilla refractaria que quedaba debajo. El tricloruro de aluminio reaccionaba con el silicato en la arcilla refractaria para producir cloruro de silicio gaseoso, que se difundía nuevamente dentro del espacio de gas, en donde reaccionaba con los compuestos de carbono volátiles, presentes en el gas, debido a la interacción del carbono del lecho de calentamiento con pequeñas cantidades de vapor de agua en el sistema, para producir un carburo de silicio en estado sólido. De esta manera aparecía que la porosidad del refractario aluminoso, aún cuando el último se usaba en la forma de alúmina densa, permitía que el tricloruro de aluminio gaseoso reaccionara con el sílice de la capa aislante de arcilla refractaria.

Aún cuando el efecto de alteración principal de la reacción de trihaluro de aluminio y sílice era

284916



la formación de depósitos sólidos que impiden o evitan el paso de trihaluro de aluminio hasta el convertidor, se encontró una dificultad adicional. El cloruro de silicio también es capaz de contaminar el aluminio pu-
5 rificado, haciéndolo reaccionar con el aluminio condensado en el dispositivo de descomposición para producir una aleación de aluminio-silicio.

De conformidad con la invención, estas dificultades se vencen mediante la provisión de un pre-calentador para el trihaluro de aluminio del carácter que se
10 ha explicado anteriormente, en donde la totalidad del forro refractario, tanto para fines de protección y de aislamiento térmico, está constituido prácticamente de alúmina pura y, en particular, está esencialmente exento
15 de sílice. De esta manera, un pre-calentador para el fin manifestado puede comprender un casco de acero externo y un forro refractario en el mismo consistiendo solamente de un cuerpo relativamente grueso, v.gr., dentro del orden de 0.304 a 0.608 metros o más en espesor,
20 que consiste esencialmente sólo de alúmina.

Cuando el pre-calentador y el conducto hasta el convertidor se forran de esta manera, se ha encontrado que evitan enteramente la formación de masas de carburo de silicio o cuando menos impiden dicha forma-
25 ción hasta cualquier grado que podría bloquear o impedir

284916



- 6 -

el recorrido deseado del gas. Se ha encontrado también que para los mejores resultados, otras porciones de circuito de gas en el sistema deben forrarse de manera semejante con alúmina sola, es decir, con un material que
5 tenía un contenido de sílice de menos de 0.1 por ciento. En comparación con el calentador experimental, en donde el refuerzo del forro de alúmina constituía un refractario silicoso, el calentador mejorado se forra completamente con material de alúmina solo, un requisito específico siendo que aún la parte externa del forro con-
10 tenga prácticamente menos de 0.5 por ciento de sílice y preferiblemente menos de 0.1 por ciento. De esta manera la estructura mejorada del calentador abarca un casco de acero u otro casco metálico apropiado que tiene un
15 forro refractario aluminoso grueso dimensionado para proporcionar aislamiento térmico eficaz, así como protección del ataque del tricloruro de aluminio. Por ejemplo, mientras que el forro del calentador experimental consistía de una capa externa de 34.29 centímetros de
20 arcilla refractaria y una capa interna de 11.43 centímetros de alúmina, la nueva construcción utilizó una capa de alúmina de 57.15 centímetros como el único forro refractario que es adecuado para fines de aislamiento térmico, v.gr., para reducir la temperatura de 1200°C.
25 en la superficie interna a 300°C. en el casco. El es-

284916



- 7 -

pesor total del forro de alúmina puede ser algo menor si el casco puede resistir una temperatura más elevada con aislamiento externo adecuado.

Otras partes del sistema en donde se encuentra
5 ventajoso emplear refractario de alúmina exento de sílice semejante, incluye particularmente la tubería para el trihaluro de aluminio gaseoso proveniente del dispositivo de descomposición hasta el pre-calentador. Desde luego es útil adoptar dicho forro refractario para
10 esencialmente todas las partes del sistema, incluyendo el forro interno completo del convertidor, así como el conducto desde el convertidor hasta el dispositivo de descomposición, y también dichas porciones del dispositivo de descomposición que no se requiere que se hagan
15 de otros materiales que no sean los materiales refractarios inorgánicos. Se apreciará que puesto que el carbono, el grafito u otros semejantes son necesariamente o están presentes para fines útiles en otras porciones del sistema, tales como los electrodos en el converti-
20 dor, hay un peligro de formación de carburo de silicio indeseada en otras ubicaciones, dichos depósitos siendo particularmente estimulados si hay producción local de cloruro de silicio en la corriente de gas. Además, es deseable impedir el otro efecto del cloruro de si-
25 licio de contaminación en el gas, a saber la reacción de dicho compuesto con metal de aluminio en el dispositivo de descomposición, conduciendo a la contaminación

284916



- 8 -

de dicho metal por el silicio.

Se comprenderá que en el procedimiento de destilación de sub-haluro, se prefiere funcionar con tricloruro de aluminio pero es alternativamente posible emplear otros trihaluros de aluminio tales como tribromuro de aluminio, $AlBr_3$, que es correspondientemente convertido en monobromuro de aluminio mediante la reacción de conversión.

En el dibujo que se acompaña, se ilustra en forma diagramática un aparato para llevar a cabo el procedimiento de destilación de sub-haluro, en donde el trihaluro de aluminio se hace recircular a través del calentador hasta el convertidor.

Haciendo referencia al dibujo, el metal que contiene aluminio se pone en contacto en el convertidor con una corriente de tricloruro de aluminio gaseoso y el efluente gaseoso desde el convertidor es conducido a través del conducto 11 hasta el condensador de descomposición 12, en donde el contenido de monocloruro de aluminio experimenta una reacción invertida, dissociándose para rendir metal de aluminio que se condensa. La fase gaseosa, consistiendo ahora esencialmente de tricloruro de aluminio sólo, es retirada a través del conducto 13 mediante una bomba de circulación 14 y de esta manera se hace avanzar a través de un conducto

284916



adicional 15 dentro del calentador 16. Desde el calentador pasa a través del conducto 17 hacia la parte inferior del convertidor 10. Un suministro original o adicional de tricloruro-aluminio en forma gaseosa puede efectuarse a través de un conducto 18 desembocando hacia una parte apropiada del sistema, digamos el conducto 13.

La estructura y la naturaleza de los varios componentes, en un número de aspectos, no están relacionados con la presente invención. Estos dispositivos pueden asumir varias formas ya conocidas o que podrán conocerse en el ramo, y consecuentemente, una descripción detallada que no sea a modo de un ejemplo sencillo o como referencia, parece ser innecesaria en la presente.

El convertidor 10 puede ser como se describe en la Patente española 250.031, abarcando una cámara cilíndrica vertical que tiene una coraza de acero externa 20 y forrada con una capa gruesa de material refractario de alumina 21. A través de una tolva dotada de válvulas 22, se introducen incrementos sucesivos de metal de carga 23 conteniendo aluminio, en la forma de gránulos sólidos. La carga llena la parte principal del recipiente, siendo eléctricamente calentada, al hacerse pasar una corriente a través de la carga desde los electrodos 24, 25. El gas de tricloruro de aluminio calentado intro-

284916



ducido a través del conducto 17 y distribuido alrededor de la cámara en el canal recortado 26, se levanta a través de la carga y reacciona para convertir al metal de aluminio en la carga en monocloruro de aluminio, que forma una mezcla de equilibrio con el tricloruro de aluminio y se hace pasar hacia afuera a través del conducto 11. El residuo sólido del convertidor, prácticamente agotado de aluminio, puede retirarse a través de un conducto 28.

10 El dispositivo de descomposición 12 puede asumir cualesquiera de varias formas, y para sencillez de ilustración se muestra como comprendiendo una estructura de condensador vertical que tiene una porción superior desviada como se indica en 30, que se proporciona con medios refrigerantes apropiados (no mostrados) y que efectúa la reacción de disociación de manera que se recoja aluminio fundido puro o prácticamente puro en la porción de fondo o pozo 32 para descargarse a través de un conducto 33. El dispositivo de descomposición 12 15 puede tener un casco externo 34 de acero o un material semejante encerrándolo en relación sellada, como en el caso del convertidor 10, y cuando menos en una parte inferior puede estar provisto de un forro refractario grueso 35 para el pozo 32.

25 Los distintos conductos 11, 13, 15 y 17 pre-

284916



- 11 -

feriblemente están asimismo dotados con forros refrac-
tarios de alúmina como se indica respectivamente en 37,
38, 39 y 40, es decir, dentro de la estructura tubular
externa de acero u otro metal apropiado. La bomba o
5 circulador 14 puede tener cualquier diseño conveniente,
incluyendo elementos movibles (no mostrados) de grafi-
to, de carbono u otro material de resistencia e iner-
cia apropiados.

El calentador 16 comprende un casco de acero
10 externo hermético 42 y un forro grueso de alúmina 43,
colocado para proporcionar una cámara aislante encerra-
da 44 a través de la cual el gas de tricloruro de alu-
minio puede pasar desde el conducto que entra en la par-
te inferior de un extremo hasta la salida en el conduc-
15 to 17 en la parte superior del extremo opuesto. Sobre
una estructura sustentadora perforada 46, hecha prefe-
riblemente o revestida con material no conductor tal
como alúmina, que divide horizontalmente la cámara 44,
hay colocado un lecho de gránulos de carbono 48, que
20 se calientan de manera apropiada, preferiblemente me-
diante el paso de una corriente eléctrica a través de
los mismos entre los electrodos de grafito 49, 50. El
lecho de carbono 48 puede formarse de coque de petróleo,
llamado carbono exento de ceniza, grafito o coque apro-
25 piadamente purificado de origen de carbón, siendo par-

284916



- 12 -

ticularmente importante que este material carbonoso esté esencialmente libre de sílice, por ejemplo, teniendo un contenido de silicio de menos de 0.1 por ciento en peso.

5 De conformidad con la presente invención el forro 43 del calentador está compuesto esencialmente de manera completa de alúmina, y puede hacerse como por ejemplo, de los llamados ladrillos de alúmina de 99 por ciento de pureza, que preferiblemente tienen un contenido de sílice de menos de 0.2 por ciento. A fin de proporcionar no solamente el efecto protector deseado sino también aislamiento térmico (para conservar el calor y evitar o reducir el ataque en el casco de acero a temperatura elevada) la estructura de alúmina 43 debe
10 ordinariamente ser de un espesor de 0.304 metros y preferiblemente mayor, aún de 0.609 metros o más. Los espesores correspondientes del material refractario de alúmina pueden emplearse para forrar otras porciones del circuito que se someten a gases de temperatura correspondientemente elevadas, por ejemplo el conducto 17, el
20 convertidor 10, el conducto 11 y la parte inferior 35 del dispositivo de descomposición 12. Las partes expuestas al tricloruro de aluminio a temperaturas menores requieren menos espesor de refractario de alúmina
25 por ejemplo, de aproximadamente 15 centímetros a tempe-

284916



ratura de 700°C.

Se ha indicado que el contenido de sílice del forro 43 del calentador debe ser bajo, por ejemplo de menos de 0.5 por ciento y preferiblemente de no más de 5 0.1 por ciento. Las capas externas del material pueden tener un contenido ligeramente mayor que aquellas inmediatamente adyacentes al espacio de calentamiento 44, por ejemplo de hasta 0.5 por ciento en las regiones adyacentes al casco, correspondientemente con no más de 10 un vestigio o cuando mucho 0.1 por ciento en la capa expuesta más hacia adentro. Sin embargo, se prefiere usar alúmina de un contenido de sílice muy bajo a través de todo el forro.

El tricloruro de aluminio gaseoso entra en la 15 parte inferior de la cámara 40, pasa a través de las perforaciones en la división sustentadora 46 y atraviesa el lecho de carbono altamente calentado 48 a manera de ser descargado a través del conducto 17 a una temperatura de 1200°C. o mayor. Se ha encontrado que con 20 una alúmina relativamente pura constituyendo el forro 43, no hay formación de depósitos de carburo de silicio tales como los que se encontraba que ocurrían, v.gr., en la parte superior del lecho y en el conducto de salida, con las estructuras de calentador que incluían 25 un forro de arcilla refractario adyacente al casco metálico ferroso.

284916



N O V E D A D de la I N V E N C I O N

Habiendo descrito la invención se considera como una novedad y, por lo tanto, se reclama como propiedad lo contenido en las siguientes cláusulas.

1. Un aparato para llevar a cabo el procedimiento de destilación de sub-haluro para la recuperación de aluminio de metal conteniendo aluminio, en donde dicho metal se pone en contacto con una corriente de trihaluro de aluminio gaseoso a una temperatura en exceso de 1000°C. en un convertidor caracterizado en que se proporciona un calentador, conectado mediante un conducto con el convertidor, para pre-calentar dicho trihaluro de aluminio antes de su entrada en el convertidor, dicho calentador y dicho conducto estando comprendidos de un envolvente metálico, forrado con un material refractario, que consiste prácticamente de manera completa de alúmina que tiene un contenido de sílice muy bajo.

2. Un aparato de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 1, en donde el forro refractario es de un espesor suficiente para impedir que la temperatura del envolvente metálico exceda de 500°C. cuando la temperatura interna es de aproximadamente 1200°C.

3. Un aparato de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 1 o 2, en donde por lo menos la

284916



parte interna del forro refractario tiene un contenido de sílice de menos de 0.1 por ciento.

4. Un aparato de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 1, 2 o 3, en donde el calentador ⁵ está comprendido de una cámara que contiene un lecho de carbono granulado, a través del cual se hace pasar una corriente de trihaluro de aluminio, y medios para mantener dicho lecho a una temperatura elevada.

5. Un aparato de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 4, en el cual se proporcionan ¹⁰ medios para calentar eléctricamente dicho lecho.

6. Un aparato de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas que anteceden en donde todo el material refractario empleado en el ¹⁵ aparato está compuesto de alúmina teniendo un contenido de silicio bajo, preferiblemente de menos de 0.1 por ciento.

7. Un aparato para llevar a cabo el procedimiento de destilación de sub-haluro para la recuperación ²⁰ de aluminio a partir de metal que contiene aluminio construido y adaptado para funcionar prácticamente como se ha descrito en la presente con referencia al dibujo que se acompaña.

284916



82.- Un aparato para la destilación de sub-haluro.
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una cara.

Madrid,

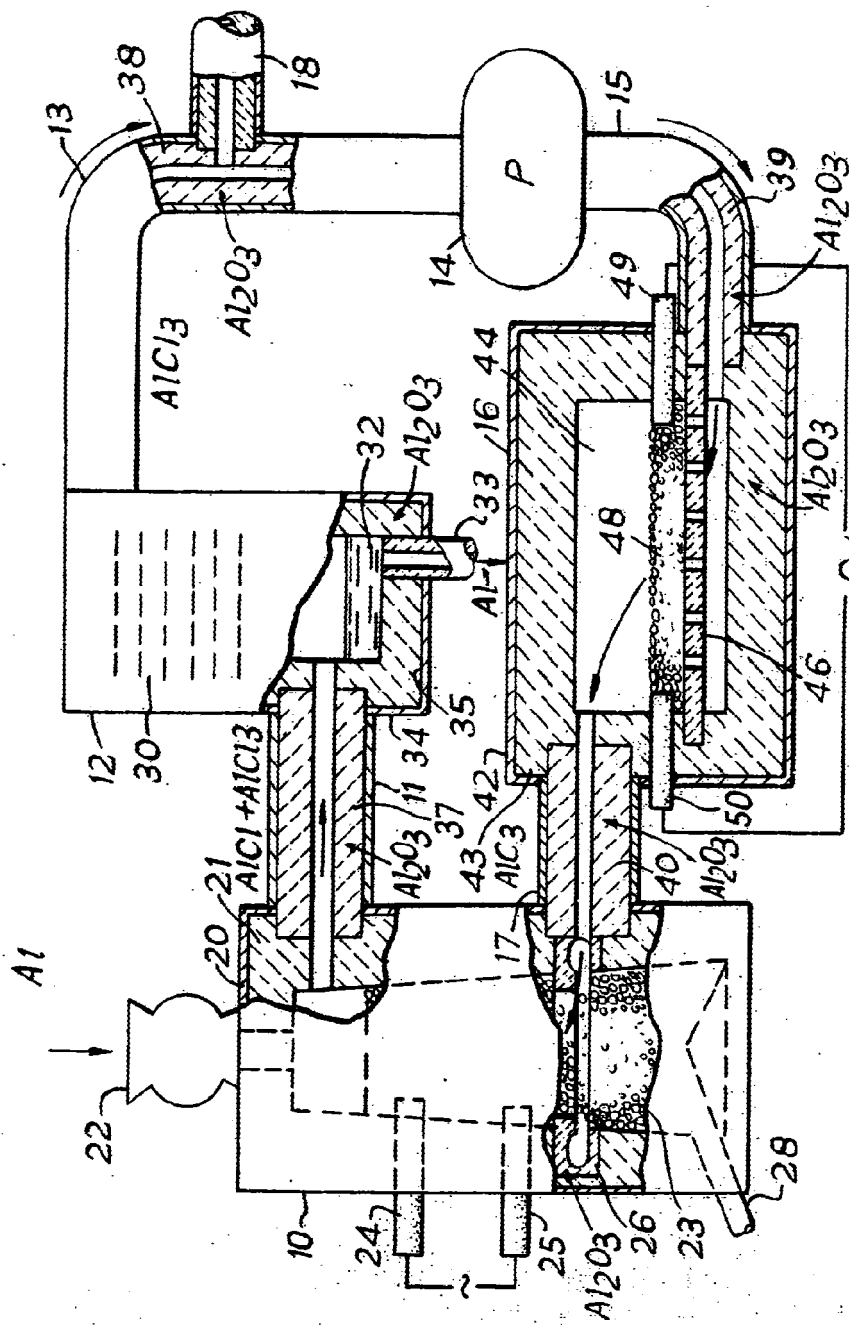
7 FEB 1933

P.A.

Alberto de Elzaburu
Alto

284916

284916



ASAP TO DR. C. L. BROWN
FOR INFO