

28 JUN. 1963

1525  
P.- 24.318

AJH/ 1325 (Spain)



286017

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

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

formulada el 13 de Marzo de 1963, con el nº 286.017

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ALUMINIUM LABORATORIES LIMITED, entidad canadiense, establecida en 1, Place Ville Marie, Montreal, Quebec, Canadá, por:

"UN PROCESO PARA LA RECUPERACION DE ALUMINIO"

=====

Esta invención se refiere a la destilación de sub-halogenuro para la recuperación de aluminio a partir de metales que contienen aluminio, en donde se hace reaccionar trihalogenuro de aluminio con el contenido de aluminio de dicho metal a una temperatura en la escala de 1000 a 1400°C para generar sub-halogenuros de aluminio gaseoso que después se descompone mediante enfriamiento para producir aluminio metálico y una cantidad restablecida de trihalogenuro de aluminio.



- 2 -

En sus aspectos primarios, la presente invención se refiere a un procedimiento y un aparato para circular, limpiar, purificar y reabastecer trihalogenuro de aluminio, particularmente, por ejemplo, tricloruro de aluminio, en un sistema de destilación de sub-halogenuro. El término "trihalogenuro de aluminio" se utiliza en la presente para incluir solamente tricloruro de aluminio y tribromuro de aluminio.

Para llevar a cabo el procedimiento, el efluente gaseoso de un convertidor, en el cual se pone en contacto el metal que contiene aluminio con trihalogenuro de aluminio, es decir, tricloruro de aluminio o tribromuro de aluminio, se conduce hacia un condensador disociador en donde a una menor temperatura se realiza una reacción química inversa, que involucra la disociación del contenido del sub-halogenuro de aluminio para producir aluminio metálico y trihalogenuro de aluminio, que permanece en la fase gaseosa en la corriente de gas descargada del disociador.

Debe entenderse que el metal que contiene aluminio, que es tratado, puede estar al estado fundido o sólido a la temperatura a la cual el procedimiento se lleva a cabo, dependiendo de la naturaleza del metal bajo tratamiento, es decir, chatarra de aleación de aluminio o la así llamada aleación carbotérmica, obtenida por la reducción directa de bauxita por medio de coque. La estructura del convertidor

286017



- 3 -

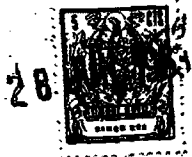
dependerá de la naturaleza del material que va a ponerse en contacto en el mismo, pero en todos los casos preferiblemente se dispone para una operación substancialmente continua.

5 En general, el condensador disociador puede asimismo adoptar una variedad de formas, incluyendo la provisión para la eliminación de calor a fin de mantener el grado de temperatura menor deseado, y extraer el calor de la reacción inversa altamente exotérmica, con lo cual se deposita aluminio metálico. Son temperaturas preferidas para (0 la reacción en el convertidor, aquellas que se encuentran por encima de  $1000^{\circ}\text{C}$ , preferiblemente en la escala de  $1200$  a  $1400^{\circ}\text{C}$ , mientras el gas se hace circular bajo presión apropiada para lograr una eficiencia conveniente en las re- (5 giones convertidora y disociadora, de preferencia a presión atmosférica o ligeramente por encima de ella.

En la actualidad se prefiere en gran medida emplear tricloruro de aluminio para ponerlo en contacto con el metal en el convertidor a fin de generar monocloruro de (20 aluminio que puede alternativamente denominarse sub-cloruro de aluminio. En ciertos aspectos específicos importantes, la invención se describe con relación a la refinación de tal metal por medio del monocloruro.

Mientras se ha propuesto hacer una reutilización (25 efectiva del tricloruro de aluminio, mediante su recircula-

286017



ción a través de un sistema cerrado del disociador al convertidor, ya sea directamente o a través de recipientes en donde el tricloruro de aluminio primeramente se condensa al estado sólido y después se resublima, se ha encontrado un número de dificultades en tales operaciones. Así, es difícil vaporizar el tricloruro de aluminio en equipo ordinario, debido a las propiedades de pobre transmisión de calor del mismo. Además, se ha encontrado que el vapor de tricloruro de aluminio recirculado en el sistema, tiende a contaminarse o a diluirse con otros materiales gaseosos.

Los gases permanentes comúnmente aparecen y se acumulan, principalmente a partir de materiales introducidos en el sistema, especialmente de la carga de metal que contiene aluminio, aunque las fugas u otras circunstancias fortuitas pueden contribuir a la dilución de la corriente de trihalogenuro de aluminio. La contaminación con gases permanentes principalmente se debe al nitrógeno, al metano y a otros hidrocarburos inferiores formados a partir de huellas de humedad llevadas por la aleación de aluminio cargada y provenientes de la materia carbonosa en la aleación o en los electrodos u otras partes de la estructura. Según se hará aparente, la dilución del trihalogenuro de aluminio por parte de la materia gaseosa extraña disminuye la eficiencia del proceso.

Según se apreciará ahora, la presente invención



está dirigida a mejoras mediante las cuales el tricloruro de aluminio puede en efecto recircularse, mientras se está limpiando o purificando, de una manera tal que se evitan las anteriores dificultades y otras dificultades, o por lo menos algunas de ellas.

En sus aspectos más amplios, la presente invención consiste en la eliminación de gases permanentes a partir de la corriente de trihalogenuro de aluminio, haciendo que el cloruro de aluminio cambie de estado, a modo de llevarlo a una fase líquida o sólida, que permite que el contenido de gas permanente se separe fácilmente del mismo, y después el trihalogenuro de aluminio se reconvierte al estado gaseoso. Así, el contenido de gas permanente puede eliminarse mediante enfriamiento de una corriente de trihalogenuro de aluminio contaminado, para provocar que el trihalogenuro de aluminio se condense y se separe de los gases permanentes que son expulsados a través de un escape. El trihalogenuro de aluminio puede entonces re-evaporarse mediante la aplicación de calor.

Un método adicional para separar gases permanentes a partir del trihalogenuro de aluminio es absorber o disolver el trihalogenuro de aluminio en un medio, que tiene poca o ninguna capacidad absorbente para los gases permanentes.

Un aspecto importante de la presente invención

28601

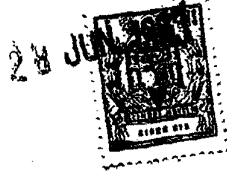


- 6 -

reside en el descubrimiento de que el trihalogenuro de aluminio gaseoso, según se circula en el proceso de destilación de sub-halogenuro, puede absorberse en un baño de sal fundida muy efectivamente, y que por calentamiento de dicho baño, el trihalogenuro de aluminio absorbido se evapora o volatiliza y puede continuar en su trayectoria en el sistema de recirculación del proceso de destilación de sub-halogenuro de aluminio. Esto permite que el trihalogenuro de aluminio se separe muy substancialmente del gas permanente.

Consecuentemente, un aspecto del presente proceso comprende dirigir el trihalogenuro de aluminio gaseoso hacia su contacto con un baño de sal fundida seleccionado, v.gr, una mezcla de sal fundida que sea estable y que absorba al trihalogenuro de aluminio, y después desprenderlo por calentamiento. A medida que el trihalogenuro de aluminio se absorbe, condensándose de tal manera en una mezcla líquida, el gas remanente de la corriente suministrada se descarga apropiadamente, eliminando así la materia gaseosa no condensable, tal como hidrógeno o semejantes, que de otra manera se acumularía y diluiría al trihalogenuro de aluminio. El proceso abarca el paso adicional de calentar el baño de sal fundida que ahora está enriquecido en halogenuro, para expulsar dicho trihalogenuro al estado gaseoso, y dicha operación se realiza convenientemente en un recipiente o en una región adicional, especialmente cuando se desea un proceso con-

286017



tinuo. La sal fundida puede entonces enfriarse convenientemente y recircularse a la cámara o zona de absorción. Este método para condensar trihalogenuro de aluminio en un portador de sal fundida y re-evaporarlo a partir del mismo, es altamente efectivo; no solamente permite la separación de los gases no condensables, sino que también resuelve el problema de introducir y evaporar cantidades suplementarias de tricloruro de aluminio para lograr bajas pérdidas en el proceso. Provee una continuidad de operación porque todos los pasos pueden progresar continuamente, incluyendo la transmisión de la sal enriquecida con tricloruro de aluminio, y la recirculación de sal empobrecida en tricloruro de aluminio. La corriente de tricloruro de aluminio, mientras cambia físicamente de estado por absorción en la sal fundida y re-evaporación a partir de la misma, se suministra continuamente y se reabastece esencialmente tal como si estuviese pasando continuamente en la fase gaseosa.

Aunque pueden tomarse provisiones de la clase anterior para manipular toda la corriente de trihalogenuro de aluminio gaseoso en el circuito de destilación de sub-halogenuro, frecuentemente es suficiente absorber sólo una porción del trihalogenuro de aluminio circulante mientras se elimina el gas no condensable a partir de dicha porción. Un procedimiento preferido comprende absorber continuamente el contenido de trihalogenuro de aluminio de una porción extraída del flujo de material gaseoso en una región, mientras se

286017



1963

descarga todo el otro gas y se desplaza continuamente la sal que contiene al trihalogenuro de aluminio condensado hacia otra región en la cual el trihalogenuro de aluminio se re-evapora continuamente a partir de la misma y se regresa a la corriente principal de gas. En la práctica, este método tiene especiales ventajas de continuidad de operación. El contenido de gas diluyente (especialmente denominado gas permanente) en el sistema de circulación puede conservarse a un mínimo deseado mediante el procesado de tan sólo una parte, y ciertamente con frecuencia sólo una parte muy pequeña, de la corriente gaseosa principal. Las cantidades de gas diluyente eliminadas no necesitan ser mayores que los incrementos progresivos que entran a la corriente a partir de la carga en el convertidor o en otros lugares.

De la misma manera, cuando la separación de los gases permanentes va a efectuarse mediante simple condensación del trihalogenuro de aluminio, se prefiere que solamente una porción de la corriente circulante de trihalogenuro de aluminio sea derivada a una zona de condensación.

En las operaciones en las cuales se efectúa la condensación del tricloruro en un baño de sal fundida, este último puede tener composiciones variadas. Por ejemplo, se consideran adecuadas las mezclas binarias de tricloruro de aluminio y cloruro de sodio, particularmente aquellas mezclas que contienen no más de 50% molar de tricloruro de alu-

236017



28

- 9 -

minio. También son satisfactorias algunas mezclas ternarias de cloruro de potasio, sodio y aluminio. Las mezclas de cloruro de aluminio y cloruro de sodio del carácter establecido, que tienen temperaturas de líquido en la escala de 100°C a 190°C y que son capaces de absorber del 50% al 100% de su propio peso en tricloruro de aluminio a una atmósfera de presión, son particularmente satisfactorias. Las mezclas ternarias, tal como se han descrito anteriormente, pueden tener temperaturas de fusión todavía menores. Otra mezcla útil de sales es la mezcla de tricloruro de aluminio y cloruro de potasio, que ordinariamente no sería tan barata como la mezcla binaria con la sal de sodio. Otras sales, útiles como componentes secundarios, es decir, junto con tricloruro de aluminio en las mezclas de sales fundidas para absorber a este último y para su evaporación subsecuente a partir de las mismas, son los cloruros de níquel, plomo, cromo, ferroso y de cobalto; sin embargo, estas son más volátiles y más costosas que los cloruros de metales alcalinos que, por lo tanto, se prefieren en gran medida. En un sentido más general, la mezcla de sales debe consistir de trihalogenuro de aluminio con uno o más halogenuros metálicos diferentes, que conjuntamente forman una composición que permanece fundida a temperaturas convenientemente bajas según se indicó anteriormente, y a partir de las cuales pueden selectivamente evaporarse, después de su absorción en las mismas, cantida-

286017



des substanciales de trihalogenuro de aluminio.

Usualmente se requiere cierto reabastecimiento del trihalogenuro de aluminio en la corriente de circulación del sistema de destilación. A tal fin, un procedimiento inusitadamente efectivo es alimentar halógeno elemental en la forma gaseosa, hacia la corriente de trihalogenuro de aluminio gaseoso. Así, en los sistemas aquí descritos, el reabastecimiento de tricloruro de aluminio se logra efectivamente introduciendo cloro gaseoso en el conducto para tricloruro de aluminio recirculado en una localidad intermedia, entre el precalentador y el convertidor, o directamente a una entrada separada del convertidor, de modo que dicho cloro se dirige a una región en donde se encuentra presente el aluminio metálico. Alternativamente, el cloro puede introducirse en otras localidades del circuito, por ejemplo, corriente arriba con respecto al calentador. Ordinariamente, es preferible suministrar el cloro a una corriente de tricloruro de aluminio a fin de diluir y distribuir el halógeno prontamente, aunque también se indica cierta preferencia para dicho modo de adición, a fin de evitar un transporte prolongado del cloro elemental, o gases similares, a través del equipo, que desde luego podría ser atacado.

Puede ser más simple y más económico en tales sistemas, añadir tricloruro de aluminio, como tal, en un lugar adecuado en donde se evapore, pero es difícil obtener o pre-

286017



1953

parar tricloruro de aluminio perfectamente seco, para una alimentación continua durante períodos largos; tal como se manufacturan en cualquier forma fuera del sistema cerrado del circuito de refinación, tales compuestos tienden a con- tener humedad, y en presencia de humedad, el halogenuro reac- ciona con el aluminio para producir productos que incluyen hidrógeno y alúmina, desperdiciándose así un poco de ambos reactivos y acumulándose el hidrógeno indeseable en el sis- tema.

10 Pueden emplearse varias modificaciones del siste- ma para condensar tricloruro de aluminio mediante absorción en sal fundida y para re-evaporarlo subsecuentemente. Por ejemplo, la descomposición del monocloruro de aluminio (sub- halogenuro) contenido en el gas proveniente del convertidor se efectúa en un disociador, en el cual se pone en contacto con aluminio fundido, hacia el cual se absorbe el aluminio desprendido. Ya que la descomposición del monocloruro de aluminio está acompañada por el desprendimiento de calor, se requiere enfriamiento del aluminio fundido, y este se lo- gra convenientemente mediante contacto con sal fundida, de preferencia en una cámara separada. En consecuencia, en lu- gar de circular la sal fundida del absorbedor de tricloruro de aluminio a un evaporador separado, dicha sal puede cir- cularse a la sección de enfriamiento del tipo establecido de disociador, que entonces funciona como la etapa evapora-

15

20

25

0017



dora de tricloruro de aluminio. De esta manera, el calor de descomposición del monocloruro de aluminio es utilizado mediante transmisión indirecta a través del aluminio fundido al baño de sal en la cámara de enfriamiento, para efectuar la re-evaporación del tricloruro de aluminio a partir de este último baño.

Para ilustrar el proceso, se hará referencia a los dibujos anexos, en los cuales:

La figura 1 es un diagrama de un sistema para llevar a cabo el proceso de destilación de sub-halogenuro, y

La figura 2 es un diagrama de un sistema modificado.

En la figura 1, el convertidor 10, que puede ser de cualquier tipo adecuado, se muestra, por ejemplo, adaptado para el suministro incremental de metal con contenido de aluminio en una tolva 11, de modo que la carga de dicho material, eléctricamente calentada por medio de electrodos 12, 13, se trata con tricloruro de aluminio gaseoso que entra por el conducto 14. El aluminio de la carga se convierte en monocloruro de aluminio, que se descarga, junto con un exceso de tricloruro de aluminio, a través del conducto 15, mientras que el metal de carga agotado se elimina a través de un cierre de salida 16. El conducto 15 conduce a un disociador 18 que puede ser de cualquier diseño conocido y en el cual, mediante enfriamiento apropiado, el monocloruro

28601



de aluminio se descompone en aluminio metálico que se recoge en la forma líquida, mientras que la corriente gaseosa pasa hacia afuera a través del conducto de salida 20. Puede colarse aluminio altamente purificado a través de un pasaje adecuado 21.

La totalidad del gas que sale del disociador puede sujetarse a limpieza mediante absorción y re-evaporación de su contenido de tricloruro de aluminio, o alternativamente sólo una parte del mismo puede tratarse de tal manera. En este último caso, la mayor parte de la corriente gaseosa pasa a través del conducto 22, un dispositivo circulador 23 y otro conducto 24, a un conducto de retorno 25, que ventajosamente conduce el gas a un calentador 26 y de este último a través del conducto 14 nuevamente hacia el convertidor. En este sistema, deberá entenderse que la reacción del convertidor se efectúa a una temperatura elevada, de preferencia superior a  $1200^{\circ}\text{C}$ . El gas tiene una temperatura substancialmente menor en el disociador 18, pero no obstante permanece ventajosamente por encima del punto de fusión del aluminio, y entonces, en el calentador 26, su temperatura se eleva nuevamente, aproximadamente hasta la temperatura de reacción.

De conformidad con la presente invención, la totalidad o una parte del gas proveniente del conducto 20 se hace pasar a través de un conducto adicional 20a al circuito de limpieza, a partir del cual se entrega un flujo de gas

286017



- 14 -

correspondiente en el tubo 25a, al conducto 25. Aunque de ordinario el sistema podría prediseñarse para operar la sección de limpieza con la totalidad o solamente con una parte del gas circulante, figura 1 anterior, se provee un par de válvulas 27, 28 en la línea 22, 24 respectivamente, de modo que pueda realizarse cualquiera de estos tipos de operación.

Haciendo referencia al sistema limpiador de gas, el tubo 20a se abre hacia un condensador absorbedor 30, en el cual el gas se expone a un baño de sal fundida compuesto de una mezcla de tricloruro de aluminio y cloruro de sodio. Este dispositivo de preferencia tiene medios para conservar todas las superficies estructurales humedecidas con la sal fundida, a fin de evitar la formación de depósitos sólidos; estos medios, tales como levantadores verticales de gusano, o dispositivos salpicadores inclinados u horizontales, actúan ulteriormente para promover la absorción del tricloruro de aluminio. Por ejemplo, el absorbedor 30 puede comprender una cámara que mantiene un baño de sal fundida 31, dividido en dos secciones por medio de una mampara 32 que se extiende hacia abajo casi hasta el nivel del baño 31. El gas de entrada proveniente del tubo 20a, entra a la sección 33 de la cámara, pasa por debajo de la mampara 32 y entra a la sección 34 de la cámara, perdiendo su contenido de tricloruro de aluminio hacia el baño de sal. De la cámara 34 el gas pasa hacia afuera a través de un condensador separador

28601



- 15 -

36 que puede emplearse para recuperar cualesquiera cantidades residuales de tricloruro de aluminio y a partir del cual se descarga finalmente el gas a través del tubo 37, en la forma de un gas que consiste esencialmente de substancias no condensables, tales como hidrógeno, metano y nitrógeno.

Un par de hélices 38, 39, continuamente rotativas, se sumergen en el baño en la cámara 33, 34, para salpicar la sal líquida a fin de producir pequeñas gotas que promueven la eficiencia de absorción y para humedecer las paredes interiores de la cámara.

Del absorbedor 30, la sal fundida, enriquecida con tricloruro de aluminio absorbido, se hace circular a través de un tubo 40, un cambiador de calor 41 y un tubo ulterior 42 hacia un evaporador 44, que puede tener cualquier forma adecuada, pero que puede ventajosamente constituir una cámara aislada que mantiene un baño de sal fundida 45 y que tiene un par de electrodos de grafito (o cualquier metal adecuado) 46, 47, sumergidos en dicho baño para el paso de una corriente de calentamiento a través de la sal fundida misma.

Puede explicarse que el tricloruro de aluminio solo no es suficientemente conductor para realizar un calentamiento eléctrico ordinario por resistencia, pero los otros componentes del baño, tales como el cloruro de sodio o de potasio, tienen conductividad adecuada para el paso de suficiente corriente de calentamiento. El tricloruro de aluminio gaseoso vapo-

36017



- 16 -

rizado a partir del baño de sal, se descarga hacia el tubo 25<sub>a</sub> para regresarse al conducto 25, de preferencia a una pequeña elevación de presión, v.gr, para compensar la pérdida de presión en el circuito convertidor o para igualar la elevación de presión en el circulador 23, si la corriente principal de tricloruro de aluminio es derivada.

La sal fundida empobrecida, cuyo contenido de tricloruro de aluminio ha sido reducido, se extrae por un punto inferior en el baño 45, a través de un tubo 49 que conduce al cambiador de calor 41, a partir del cual se hace pasar a un tubo adicional 50, Así, el cambiador de calor 41, aunque no es esencial en todos los casos, ayuda a la transmisión de calor a partir de la sal empobrecida recirculada y calentada, y hacia la sal enriquecida para la conservación de la energía en la etapa de evaporación, antes de regresar al absorbedor.

A fin de mantener a la sal en el absorbedor a una temperatura suficientemente baja para la absorción deseada, el flujo de retorno de material fundido a través del tubo 50 se hace pasar a través de un enfriador 52, de preferencia con una chaqueta 53 para la circulación de agua u otro fluido refrigerante y que tiene medios raspadores apropiados según se indica diagramáticamente en 54, para evitar la acumulación de sólidos sobre las superficies enfriadas. Aunque el tubo de salida 55 del enfriador puede correr directamente al absor-

286017



- 17 -

bedor 30 para el retorno de la sal (fundida) líquida enfria-  
da, en la actualidad se prefiere llevar la sal fundida a  
través de un filtro 56, a partir del cual el líquido se vuel-  
ve a pasar a la segunda sección 34 del absorbedor, a través  
del tubo 57. De esta manera, cualesquiera partículas sólidas  
5 extrañas, tales como las que podrían haberse condensado  
o depositado por arrastre en el gas, o tales como las que  
de otra manera podrían llegar a encontrarse en la sal cir-  
culante, se eliminan fácilmente. Si fuera suficiente filtrar  
10 solamente una parte de la sal fluyente, o si la filtración  
fuera innecesaria, parte del flujo de retorno, o la totali-  
dad del mismo, puede derivarse a través del tubo 59, que  
incluye una válvula 59' para uso selectivo.

Quando se logran condiciones de operación óptimas  
15 mediante la manutención de un gran volumen de sal fundida  
en el absorbedor, es decir, más de lo necesario para ser  
atravesado a través del evaporador a fin de conservar el  
sistema de sal en equilibrio con el contenido de tricloruro  
de aluminio, algo de la sal que sale del absorbedor puede  
20 derivarse a través de la sección de tubería 60 a partir del  
tubo 40 y hacia el tubo de retorno 50 que conduce al enfria-  
dor. Debe entenderse que se emplean medios apropiados de  
bombeo o circulación en el circuito de sal fundida, siempre  
que no pueda utilizarse el flujo por gravedad, o ciertamente  
25 siempre que se considere conveniente y necesario. Así, pue-

286017

28



- 18 -

de proveerse una bomba 62 en la línea 40 para dirigir sal fundida tanto hacia el cambiador de calor 41 como hacia el tubo 60, mientras que una bomba 64 en el tubo 50 (convenientemente colocada corriente arriba con respecto a la conexión del tubo 60) impulsa la sal empobrecida de retorno del evaporador 44 a través de la línea 49 y el cambiador de calor, y estas bombas cooperan para completar el retorno de sal a través del enfriador hacia el absorbedor.

Según se verá ahora, el flujo de gas del tubo 20a atraviesa las secciones 33, 34 del absorbedor en sucesión, generalmente a contracorriente con el regreso de sal fundida hacia la sección 34 y hacia afuera de la sección 33. El tricloruro de aluminio esencialmente se absorbe en su totalidad por medio de la sal, de modo que se separan los gases no condensables y se eliminan a través del tubo 37. Por lo menos parte de la sal, enriquecida en tricloruro, y calentada en el cambiador de calor 41, se sujeta a la acción de la etapa de evaporación en el recipiente 44, donde la temperatura es tal que se entregue gas de tricloruro de aluminio en el tubo 25a a la presión deseada para el circuito de destilación principal.

Para compensar pequeñas pérdidas continuas de trihalogenuro de aluminio en el circuito de destilación, se alimenta cloro gaseoso al conducto de entrada de gas 14 del convertidor, a partir de una fuente de cloro 66 a través de

286017



- 19 -

un tubo de alimentación 67 que tiene una válvula de control de flujo 68.

A manera de ejemplo de un procedimiento de limpieza de gas realizado en el sistema de la figura 1, debe suponerse que, por ejemplo, teniendo las válvulas 27 y 28 cerradas, el circuito de absorbedor-evaporador se dispone para manipular todo el flujo de gas de una operación de destilación de sub-halogenuro. El flujo circulante de tricloruro de aluminio es de 9072 kg por casa, entrando al tubo 20a a 700°C y a una presión de una atmósfera. La operación del sistema absorbedor-evaporador es restablecer un flujo idéntico de tricloruro de aluminio gaseoso en el tubo 25a a una presión de 1.3 atmósferas, para proveer la presión necesaria para hacer pasar el gas a través del calentador 26, y a continuación a través del convertidor 10. Sal fundida en una cantidad de 121,111 kg por hora, a una temperatura de 135°C, entra a la segunda sección 34 del absorbedor, fluyendo a través de la primera sección 33 mientras se absorbe la totalidad del contenido de tricloruro de aluminio del gas de entrada de modo que se extrae hacia el conducto 40, una cantidad de 130,183 kg por hora de sal fundida enriquecida con tricloruro de aluminio cuya temperatura se ha elevado a 200°C, y con un contenido de 61% molar de tricloruro de aluminio, y el resto de cloruro de sodio. Una cantidad de 68,040 kg por hora de esta mezcla de sal se deriva a través del tubo

2866 7



- 20 -

60 al tubo de retorno 50, mientras que los restantes 62,143 kg por hora se recirculan a través del evaporador 44, a través del tubo 42 y después de ser elevados a 425°C en el cambiador de calor 41. El evaporador, que requiere aproximadamente 1260 kilowatts de potencia, vaporiza 9072 kg por hora de tricloruro de aluminio a la presión requerida de 1.3 atmósferas, entregando dicho gas aproximadamente a 490°C. De la sección de evaporación, la mezcla de sal fundida, ahora reducida de 61% molar a 56% molar de tricloruro de aluminio, se extrae a través del tubo 49 en una cantidad de 53,071 kg por hora y a una temperatura de 490°C. Saliendo del cambiador de calor a 225°C, este último flujo de sales se une al flujo derivado en la línea 50, para formar la corriente de retorno de 121,111 kg por hora para el absorbedor, dicha corriente total conteniendo aproximadamente 59.1% molar de tricloruro de aluminio, y enfriándose a la temperatura de 135°C por extracción de energía térmica a razón de aproximadamente 2570 kilowatts en el enfriador 52.

Para evitar cualquier pérdida de tricloruro de aluminio, puede suministrarse continuamente cloro gaseoso al conducto 14 a partir de la fuente 66 en una cantidad de 4.54 a 15.88 kg por hora, equivalente a aproximadamente 0.05%-0.2% del flujo total de tricloruro de aluminio que entra al convertidor.

Quando sólo una menor proporción del tricloruro de

286017



- 21 -

aluminio circulante se coloca a través del sistema de limpieza, en cantidades de 1% a 40%, o de preferencia de aproximadamente 2% a 10% del flujo total, las velocidades de flujo, las cantidades y otras condiciones de operación en el sistema de limpieza se ajustan proporcionadamente. El proceso de conservar la carga circulante de material que no reacciona, por debajo de un determinado nivel mediante la limpieza continua de una menor parte de la corriente, es particularmente aplicable a los sistemas de destilación que tienen un flujo de tricloruro de aluminio de 27,216 kg por hora o superior, a saber, 17,000 m<sup>3</sup> por hora de gas que tiene una densidad de 0.0016 g/cc. En esta última condición, puede ser conveniente, por ejemplo, hacer circular solamente de 544 a 1088 kg por hora el tricloruro de aluminio, es decir, de 2% a 4% con respecto al flujo principal, a través del sistema de limpieza.

En el sistema modificado mostrado en la figura 2, el paso de evaporación del proceso de limpieza se realiza mediante cambio de calor entre la sal enriquecida y el aluminio fundido en la sección de enfriamiento de un disociador del tipo de salpicadura. El gas que contiene monocloruro de aluminio en el conducto 15 proveniente del convertidor 10, entra a la cámara disociadora 80 del disociador 81 del tipo de salpicadura, en donde atraviesa una aspersion de aluminio fundido, producida a partir del baño 82 de dicho

286017



metal mediante la hélice rotativa 84. Siendo enfriado por el metal fundido, el monocloruro de aluminio se disocia para depositar aluminio en las gotas de la aspersion, produciendo una corriente total restablecida de tricloruro de aluminio en el tubo de salida 85, a partir del cual entra al absorbedor 30, en donde su contenido de tricloruro de aluminio se absorbe en el baño de sal fundida 31, de modo que los gases de salida, después de pasar a través del condensador separador 36, contienen esencialmente sólo material no condensable cuando salen a través del tubo 37.

Del absorbedor 30, la sal fundida se hace avanzar a una segunda sección 88 del disociador 81, separada de la sección 80 mediante una división 89 que se extiende por debajo de la superficie del aluminio fundido 82, pero se permite circulación de este último entre las secciones de la cámara. Se mantiene una capa de sal fundida 90 continuamente flotando sobre el aluminio en la sección de enfriamiento 88 a fin de eliminar calor del metal, y de tal modo extraer el calor de la reacción de descomposición en la cámara 80.

Mediante dicho calentamiento de la sal fundida, continuamente reabastecida con material enriquecido en cloruro de aluminio proveniente del absorbedor 30, el cloruro de aluminio se evapora y se regresa en el estado gaseoso a través del conducto 92 al convertidor 10 para constituir el suministro de dicho tricloruro de aluminio para la reacción en



el mismo. La sal empobrecida proveniente del baño flotante 90 en el disociador se hace avanzar a través del tubo 93 y el enfriador 52, funcionando este último tal como en la figura 1, y a continuación a través del tubo 94 hacia el filtro o dispositivos similares 56 (si se desea), para eliminar los sólidos. Del filtro, la mezcla enfriada de sal fundida se regresa por medio del tubo 95 al extremo del absorbedor 30 y se realiza una repetición continuada del ciclo descrito.

Según se verá, los principios básicos del proceso y sistema de la figura 2 son similares a los de la figura 1, porque el tricloruro de aluminio gaseoso se limpia continuamente mediante su absorción en sal fundida, a partir de la cual después se evapora, y la disposición de la figura 2 es de tal naturaleza que el calor para la evaporación se deriva de la reacción de descomposición en el proceso de destilación de monocloruro de aluminio. Así, el tricloruro de aluminio se recircula continuamente y se limpia, mientras que se acumula aluminio purificado en el baño 82 del disociador, para colarse de tiempo en tiempo, como un producto, a través del tubo 98.

Aunque el sistema de la figura 2 es apropiado para realizar una acción limpiadora sobre la totalidad del tricloruro de aluminio circulante, también está adaptado para utilizarse en el procedimiento específico en donde solamente

286017



- 24 -

una parte del flujo de tricloruro se trata de tal manera. En este último tipo de operación, una porción, usualmente la mayor cantidad, de gas, se deriva en la línea que consiste del conducto 99, circulador 100 y conducto 101. Debe-  
5 rá entenderse que en tales circunstancias, pueden requerirse medios suplementarios para eliminar calor para el disociador, es decir, si la vaporización del tricloruro de aluminio a partir de la capa de sal 90 es insuficiente para absorber todo el calor de la reacción en la cámara 80.

280017



Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América con fecha 20 de marzo de 1962, bajo el número 181.123, se acoge a los beneficios del artículo 51 del Vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

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

1ª. - Un proceso para la recuperación de aluminio a partir de metal que contiene aluminio mediante la circulación de una corriente de trihalogenuro de aluminio gaseoso sucesivamente a través de una zona convertidora, en la cual se pone en contacto con el metal que contiene aluminio a una temperatura elevada y, por lo menos en parte, se convierte en monohalogenuro de aluminio, y a través de una zona de descomposición mantenida a una temperatura inferior, en la cual el contenido de monohalogenuro de aluminio se descompone para producir aluminio y trihalogenuro de aluminio, que se recircula a la zona convertidora, en donde se separan los gases no condensables de la corriente de trihalogenuro de aluminio haciendo que el trihalogenuro de aluminio cambie de estado y permitiendo que los gases no condensables se



escapen del sistema, y después haciendo que el trihaluro de aluminio se re-evapore y se regrese a la corriente de circulación .

5 2ª. - Un proceso de conformidad con la cláusula 1, en donde solamente una parte de la corriente circulante de trihalogenuro de aluminio se trata para provocar que su contenido de trihalogenuro de aluminio cambie de estado.

10 3ª. - Un proceso de conformidad con la cláusula 1, en donde se separan los gases no condensables a partir de la corriente de trihalogenuro de aluminio mediante el contacto de por lo menos una parte de la corriente de trihalogenuro de aluminio gaseoso que sale de la zona de descomposición, con una composición de sal fundida ca-  
15 paz de absorber el trihalogenuro de aluminio, para posteriormente expulsar la porción no absorbida de la corriente, calentar la composición de sal fundida enriquecida en trihalogenuro de aluminio para evaporizar el trihalogenuro de aluminio absorbido y regresar el trihalogenuro de alu-  
20 minio vaporizado a la corriente de circulación.

25 4ª. - Un proceso de conformidad con la cláusula 3, que comprende además hacer circular continuamente la composición de sal fundida a través de una zona de absorción, que está conectada a la atmósfera, y una zona de evaporización, mantenida a una temperatura superior que la zona de absorción y conduciendo el trihalogenuro de aluminio gaseoso generado en la zona de evaporación nuevamente hacia la corriente de circulación, la corriente de composición de sal fundida haciéndose pasar a través de  
30 una zona de enfriamiento durante su regreso de la zona

2805-1



de evaporación a la zona de absorción.

5 5ª. - Un proceso de conformidad con la cláusula 4, en donde el total de la corriente circulante de trihalogenuro de aluminio se absorbe en el baño de sal fundida, parte de la corriente circulante de sal fundida haciéndose pasar a la zona de evaporación, que se mantiene a una temperatura suficientemente elevada para generar trihalogenuro de aluminio a una presión superior que la que se mantiene en la zona de descomposición y el  
10 resto de la corriente circulante de una sal fundida, haciéndose recircular a través de una zona de enfriamiento a la zona de absorción.

15 6ª. - Un proceso de conformidad con la cláusula 4, en donde solamente una parte de la corriente de trihalogenuro de aluminio que sale de la zona de descomposición se hace pasar hacia la zona de absorción para ponerse en contacto con la sal fundida en la misma.

20 7ª. - Un proceso de conformidad con la cláusula 6, en donde la parte de la corriente de trihalogenuro de aluminio conducida hacia la zona de absorción comprende de 1 a 40%, de preferencia de 2 a 4% del total de la corriente.

25 8ª. - Un proceso de conformidad con cualquiera de las cláusulas 4 a 7, en donde, en la zona de evaporación, la sal fundida se calienta mediante contacto del cambio de calor con aluminio fundido condensado en la zona de descomposición.

30 9ª. - Un proceso de conformidad con cualquiera de las cláusulas 4 a 7, en donde la sal fundida, que pasa de la zona de absorción a la zona de evaporación, se ca-

2806.11



liente en medio de dichas zonas mediante contacto de cambio de calor con la sal fundida que pasa de la zona de evaporación a la zona de enfriamiento.

10<sup>o</sup>. - Un proceso de conformidad con la cláusula 8. en donde se mantiene un cuerpo de aluminio fundido en la zona de descomposición, parte de dicho cuerpo de aluminio se mantiene en una zona no agitada en contacto con un baño de sal fundida que descansa sobre el mismo para evaporar trihalogenuro de aluminio a partir de dicho baño de sal fundida mediante cambio de calor con dicho aluminio fundido, dicha zona no agitada comunicando por debajo del nivel superficial de dicho cuerpo con una zona agitada, en la cual el monohalogenuro de aluminio gaseoso se pone en contacto íntimo con aluminio fundido en la forma de una aspersión.

11<sup>o</sup>. - Un proceso de conformidad con cualquiera de las cláusulas 3 a 10. en donde el baño de sal fundida está compuesto de una mezcla de trihalogenuro de aluminio y un cloruro de metal alcalino.

12<sup>o</sup>. - Un proceso de conformidad con cualquiera de las cláusulas precedentes, en donde las pérdidas de trihalogenuro de aluminio del proceso se compensan mediante adición de una proporción de cloro gaseoso a la corriente de gas que entra al convertidor.

13<sup>o</sup>. - Un proceso para la recuperación de aluminio. Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

286017



Esta Memoria consta de veintinueve hojas escritas  
a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 JUN. 1963

P.A.

Alberto de Estrada  
*[Handwritten signature]*

286017