

71 JUL 1964

P - 26.578



AJH/1706 Spain

Rehecha I

298570

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 11 de abril de 1.964, con el nº 298.570

en

ESPAÑA

por VEINTE años

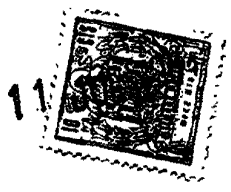
a nombre de ALUMINIUM LABORATORIES LIMITED, entidad canadiense, establecida en 1, Place Ville Marie, Montreal, Quebec, Canadá, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE ALUMINIO"

La presente invención se refiere al procedimiento de destilación de subhalogenuro para la recuperación de aluminio metálico partiendo de un metal que contiene aluminio impuro.

5 Para llevar a cabo el proceso de destilación de subhalogenuro, el material que contiene aluminio se calienta generalmente en un convertidor y se trata con un trihalogenuro de aluminio gaseoso (tricloruro de aluminio o tribromuro de aluminio a una temperatura elevada

10 superior a 1000 grados centígrados, preferentemente a una



temperatura del intervalo de 1100 a 1300 grados centi-
grados. El trihalogenuro de aluminio gaseoso reacciona
con el aluminio del material que contiene aluminio y se
convierte en parte en el monohalogenuro de aluminio co-
rrespondientes.

5

El efluente gaseoso del convertidor se hace pasar
luego a un condensador de descomposición donde el mono-
halogenuro de aluminio se vuelve a convertir en aluminio
y en el trihalogenuro correspondiente. El aluminio se
precipita en forma líquida, el trihalogenuro de aluminio
permanece en la fase gaseosa, y se recircula en el sis-
tema.

10

Dado que la descomposición de monohalogenuro de
aluminio es altamente exotérmica, se disipa mucho calor
en el condensador de descomposición. También, es desea-
ble proveer una gran superficie de contacto en el con-
densador destinado a la recolección del aluminio conden-
sado.

15

Aunque se han propuesto diversas técnicas y aparatos
para llevar a cabo la descomposición de un monohalo-
genuro de aluminio gaseoso, es un objeto de la presente
invención proveer un procedimiento y aparato mejorados
para efectuar la descomposición de un monohalogenuro de
aluminio gaseoso, obteniendo aluminio fundido y el corres-
pondiente trihalogenuro de aluminio gaseoso.

20

25

De acuerdo con la presente invención, la descompo-
sición del contenido de monohalogenuro de aluminio de
una corriente gaseosa se efectúa enfriando dicha corri-
ente gaseosa en un lecho fluidificado de partículas só-
lidas que son inertes con respecto a dicha corriente

30



gaseosa y al aluminio en fusión. Se ha descubierto que este método es utilizable para efectuar el control de la temperatura de la reacción de descomposición correspondiente al enfriamiento del monohalogenuro de aluminio gaseoso caliente, tal como monocloruro de aluminio, para producir aluminio elemental en fusión y el trihalogenuro de aluminio gaseoso correspondiente, tricloruro de aluminio..

En un lecho fluidificado de partículas sólidas se dispone de una gran área superficial para promover la rápida transmisión de calor y disipación de calor y para la condensación del aluminio. El lecho fluidificado de partículas sólidas inertes se mantiene preferentemente a una temperatura situada fuera del intervalo de 700 a 900 grados centígrados. La corriente gaseosa que contiene monohalogenuro de aluminio se utiliza como tal para mantener fluidificado el lecho de material en forma de partículas..

Cuando la corriente gaseosa que contiene monohalogenuro de aluminio que entra a una temperatura superior a 1000 grados centígrados, circula en sentido ascendente a través del dispositivo de descomposición, fluidifica a la masa de material en forma de partículas allí contenida y se enfría por el contacto con el material en forma de partículas y, en consecuencia, se descompone para formar aluminio en fusión y el correspondiente trihalogenuro de aluminio gaseoso, que se recupera desde la porción superior del dispositivo de descomposición para volver a utilizarlo en el proceso. El aluminio elemental en fusión condensado gotea a través del.



lecho y se recoge separadamente desde la porción inferior del dispositivo de descomposición y se retira como producto. La temperatura operativa del dispositivo de descomposición se controla mediante un intercambiador de calor, que puede adoptar la forma de una camisa que rodea por lo menos a una porción del dispositivo de descomposición. Se hace circular un fluido de enfriamiento adecuado por la camisa de intercambio de calor con el objeto de proveer dentro del dispositivo de descomposición la temperatura de trabajo deseada.

Alternativamente puede proveerse dentro del dispositivo de descomposición un intercambiador de calor, sumergido por lo menos parcialmente en una masa fluidificada de material interno en forma de partículas. También, si se desea, pueden proveerse en relación con el dispositivo de descomposición tanto una camisa de intercambio de calor que rodea al dispositivo de descomposición como un intercambiador de calor, tal como un intercambiador de calor del tipo dedal o del tipo con tubos en "U".

Puede emplearse para llevar a la práctica la presente invención cualquier material de contacto en forma de partículas, inerte y finamente dividido, capaz de ser fluidificado. Preferentemente, el material en forma de partículas tiene densidad menor que la del aluminio en fusión bajo las condiciones de contacto que se mantienen dentro del dispositivo de descomposición. Asimismo, preferentemente, el material de contacto en forma de partículas es de tal naturaleza que no lo humedece ni puede humedecerlo el aluminio en fusión. El material

298570



de contacto en forma de partícula adecuado para uti-
lizarlo con el objeto de llevar a la práctica la pre-
sente invención incluye materiales tales como el co-
que, especialmente coque de petróleo, coque de hulla
5 con bajo contenido de cenizas, grafito y alúmina de
baja densidad, tal como pequeñas esferas huecas de
alúmina que se denominan "burbujas" de alúmina. Si se
emplea material de contacto en forma de partículas que
no es humedecido por el aluminio en fusión y que es me-
10 nos denso que el aluminio en fusión bajo las condicio-
nes de contacto, en el caso de interrumpirse la corrien-
te de gas de fluidificación que llega al dispositivo
de descomposición, el material de contacto en forma de
partículas se asienta en el fondo de la cámara del dis-
15 positivo de descomposición y flota encima de la capa o
charco de aluminio allí contenido. Al reanudarse la cir-
culación del gas a través del dispositivo de descompo-
sición, puede así volverse a poner en estado fluido con
facilidad el material de contacto en forma de partícu-
20 las.

Estos y otros objetos y ventajas de la presente
invención se desprenden de la siguiente descripción de-
tallada de la misma, que debe tomarse al solo título de
ejemplo, considerada juntamente con los dibujos adjun-
25 tos, en los cuales:

La figura 1 es una vista esquemática que muestra
en corte vertical un condensador de descomposición de
acuerdo con la presente invención;

La figura 2 es una vista en planta y corte toma-
30 da según la línea 2-2 de la figura 1 de los dibujos que



se acompañan; y

La figura 3 es una vista esquemática en corte vertical de otra forma de condensador de descomposición de acuerdo con la presente invención.

5 En los dibujos que se acompañan, que son ilustrativos del aparato y la puesta en práctica de la presente invención, el condensador de descomposición, indicado en general con el símbolo de referencia 10, comprende un recipiente cilíndrico, cerrado, alargado, dispuesto verticalmente 11. Se provee una salida 12 en el extremo superior del recipiente 11 para la descarga de gases efluentes por intermedio del conducto 14. Un conducto de entrada 15 está conectado al extremo inferior del recipiente 11 por intermedio de los conductos de distribución de gas 16, que están provistos de sombreros distribuidores 16a que permiten obtener una distribución uniforme del gas fluidificante dentro del recipiente 11, y evitar también que las partículas sólidas del lecho fluidificado situadas dentro del recipiente 11 penetren en los conductos 16 y entrada 15 y los obturen.

10 Se provee también el conducto de descarga 18 en comunicación de fluido con el extremo inferior del recipiente 11 con el objeto de retirar el aluminio en fusión. Un conducto de descarga 18 está dotado de un sombrero 18a dentro del recipiente 11 de manera de proveer un cierre de aluminio en fusión que impide que las partículas sólidas contaminen al aluminio en fusión que como producto se extrae por el conducto 18. Una camisa de intercambio de calor 19 rodea al recipiente 11 y está provista de una entrada 19a y una salida 19b para la



circulación del fluido refrigerante.

Puede emplearse cualquier fluido refrigerante adecuado que resulte efectivo para mantener la temperatura de trabajo deseada dentro del recipiente 11. En
5 tra los fluidos refrigerantes adecuados se incluyen el aluminio fundido o las mezclas fundidas de cloruro de sodio y tricloruro de aluminio.

Con referencia ahora en particular a la figura 3 de los dibujos que se acompañan, se ilustra en la mis
10 ma una realización adicional del invento en la cual se provee una superficie adicional de intercambio de calor relacionada con el recipiente 11. Según se ilustra en la figura 3 de los dibujos que se acompañan, el recipien
15 te 11 está dotado de uno o más intercambiadores de calor del tipo dedal o cilíndrico 20, que cuelgan de la parte superior 11a del recipiente 11 hacia la masa de partículas fluidificadas que se mantiene en el recipien
20 te 11. Los intercambiadores de calor cilíndricos 20 están dotados de conductos de entrada de refrigerante 21 y conductos de descarga de refrigerante 22.

En el funcionamiento se provee dentro del recipien
25 te 11 una masa de material inerte finamente dividido en forma de partículas, tal como coque de petróleo que tenga una granulometría del intervalo de 48 x 100, es decir que tiene una granulometría de tal naturaleza que
30 sustancialmente la totalidad del coque en forma de partículas atraviesa un tamíz del número 48 pero es retenido en un tamíz del número 100. Se introduce una mezcla gaseosa caliente en equilibrio que comprende monocloruro de aluminio y tricloruro de aluminio a una temperatu



ra. sustancialmente superior a 1000 grados centigrados, tal como una temperatura de alrededor de 1250 grados centigrados, por intermedio de la entrada o admisión 15 y los conductos distribuidores 16 en la parte inferior del recipiente 11. A medida que la mezcla gaseosa caliente circula hacia el interior del recipiente 11 y a través del mismo, la masa de coque en forma de partículas contenida en el interior se fluidifica, siendo indicado el nivel superior del lecho fluidificado de coque por el número de referencia 25.

A medida que la mezcla gaseosa caliente atraviesa el lecho fluidificado de partículas de coque, se enfría por contacto con las mismas, manteniéndose las partículas de coque a una temperatura de alrededor de 700 grados centigrados mediante la circulación de un fluido refrigerante adecuado tal como una mezcla fundida de cloruro de sodio y tricloruro de aluminio, por la camisa 19. Cuando el monocloruro de aluminio gaseoso atraviesa el lecho fluidificado de partículas de coque, se enfría hasta aproximadamente 700 grados centigrados y se descompone para producir aluminio en fusión y tricloruro de aluminio gaseoso.

El aluminio fundido forma un charco en la parte inferior del recipiente 11. El nivel superior del charco de aluminio en fusión del fondo del recipiente 11 se indica con el símbolo de referencia 26. El aluminio fundido se extrae como producto desde el fondo del recipiente 11 por intermedio del conducto de descarga 18.

Si la corriente de monocloruro de aluminio y tricloruro de aluminio gaseosos introducida en la parte in

298570



ferior del recipiente 11 para fluidificar las partículas de coque se interrumpe, el lecho fluidificado de partículas de coque se aplasta y las partículas de coque se asientan dentro del recipiente 11 y flotan sobre el charco de aluminio fundido. Al reanudarse la corriente de monocloruro de aluminio gaseoso hacia el recipiente 11, se vuelve a fluidificar la masa de partículas de coque en forma de partículas.

5

Los ejemplos siguientes son ilustrativos de la puesta en práctica de la presente invención:

10

Ejemplo Nº 1

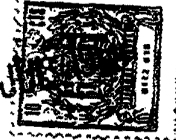
Una mezcla en equilibrio de monocloruro de aluminio gaseoso y tricloruro de aluminio gaseoso (63 por ciento en volumen de monocloruro de aluminio) a una temperatura de aproximadamente 1250 grados centígrados se introduce en un dispositivo de descomposición del tipo ilustrado en la figura 1 de los dibujos que se acompañan para fluidificar una masa de partículas de coque allí contenida. La masa fluidificada de partículas de coque se mantiene a una temperatura de alrededor de 700 grados centígrados haciendo circular fluido refrigerante, constituido por una mezcla de cloruro de sodio y tricloruro de aluminio, por una camisa de intercambio de calor que rodea al dispositivo de descomposición. Se emplea como material de contacto fluidificado coque de petróleo que tiene una granulometría correspondiente a 48 x 100 en tamices normales. El diámetro del dispositivo de descomposición es de aproximadamente 0,915

15

20

25

30



11

metro y el caudal de tricloruro de aluminio gaseoso
efluente del dispositivo de descomposición es de al-
rededor de 363 kilogramos por hora. En la operación
precedentemente descrita, se producen y extraen en ca-
5 da hora 55 kilogramos de aluminio metálico fundido, y
se transfieren aproximadamente $1,19 \times 10^5$ calorías des-
de el material constituido por el coque en forma de
partículas al fluido refrigerante que circula por la
camisa de intercambio de calor que rodea al dispositi-
10 vo de descomposición. El lecho fluidificado de coque
tiene durante el funcionamiento una profundidad de aproxi-
madamente 3,66 metros, y el dispositivo de descomposi-
ción funciona satisfactoriamente dentro de un interva-
lo de desde aproximadamente 90,8 hasta 454 kilogramos
15 de tricloruro de aluminio gaseoso efluente por hora, y
con una producción de aluminio de metal fundido de des-
de aproximadamente 9 a 70 kilogramos por hora.

Ejemplo Nº 2

20 Este ejemplo se refiere a las operaciones y apa-
rato descritos en relación con el ejemplo Nº 1, excep-
to que se proveen adicionalmente tubos de intercambio
de calor dentro del dispositivo de descomposición tal
25 como puede verse en la figura 3 de los dibujos que se
acompañan. Con nueve intercambiadores de calor del ti-
po de tubos en "U" constituidos por caño de 38 milíme-
tros de diámetro insertados en el lecho fluidificado de
partículas de coque hasta una profundidad de 1,22 me-
30 tros, la superficie de intercambio adicional provista



de esa manera permite una reducción de la profundidad total del lecho fluidificado de desde 3,66 hasta 1,83 metros.

5

Ejemplo Nº 3

El presente ejemplo se refiere al aparato y procedimientos descritos en relación con el ejemplo Nº 1 precedente. La refrigeración y descomposición del monocloruro de aluminio gaseoso caliente se lleva a cabo, empero, en dos etapas. En la primera etapa, el lecho fluidificado de partículas de coque se mantiene a una temperatura de alrededor de 900 grados centígrados, de manera de lograr la eliminación de aproximadamente 80 por ciento del calor total que ha de eliminarse en la totalidad del proceso. La descomposición propiamente dicha se completa entonces en una segunda etapa de trabajo en un segundo lecho fluidificado mantenido a una temperatura de alrededor de 700 grados centígrados. Empleando los caudales utilizados en relación con el ejemplo Nº 1, se requiere una altura del lecho de aproximadamente 0,915 metro para la primera etapa, y una altura del lecho de aproximadamente 1,07 metro para la segunda etapa.

Además es indudable que pueden llevarse a la práctica muchas realizaciones ampliamente diferentes de la presente invención pero siempre y cuando sin apartarse de los principios fundamentales que se especifican claramente en las cláusulas reivindicatorias que siguen a continuación.

30

298570



La presente solicitud que corresponde a la pre-
 sentada en los Estados Unidos de América, con fecha 24
 de abril de 1.963, bajo el número 275.366, se acoge a
 los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto so
 bre Propiedad Industrial.

5

N O T A

10

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

15

1.- Un procedimiento para la separación de alu-
 minio partiendo de metal que contiene aluminio, en el
 cual dicho metal que contiene aluminio se trata con
 una corriente de trihalogenuro de aluminio a una tem-
 peratura superior a 1000 grados centígrados para gene
 rar monohalogenuro de aluminio gaseoso, el cual se des
 compone por refrigeración para desprender aluminio me-
 tánico, caracterizado por el hecho de que el monohalo-
 genuro de aluminio gaseoso es descompuesto por refrige
 ración en un lecho fluidificado refrigerado de partícu
 las sólidas, que son inertes con respecto a la corrien
 te gaseosa que contiene al monohalogenuro de aluminio
 y al aluminio en fusión.

20

25

30

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindi-
 cación 1, caracterizado además por el hecho de que las
 partículas sólidas de dicho lecho fluidificado son re-

298570



frigeradas por intercambio de calor con una corriente de refrigerante líquido a través de una pared de intercambio de calor.

5 3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado además por el hecho de que las partículas sólidas de dicho lecho fluidificado son menos densas que el aluminio fundido y sustancialmente no son humedecidas por el aluminio fundido.

10 4.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado además por el hecho de que las partículas sólidas del lecho fluidificado son partículas de coque.

15 5.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado además por el hecho de que las partículas sólidas del lecho fluidificado son partículas de grafito.

20 6.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado además por el hecho de que las partículas sólidas son partículas de alúmina de baja densidad.

7.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado además por el hecho de que el refrigerante líquido es una mezcla de sales en fusión.

25 8.- Un procedimiento para la separación de aluminio.

298570



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de catorce hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

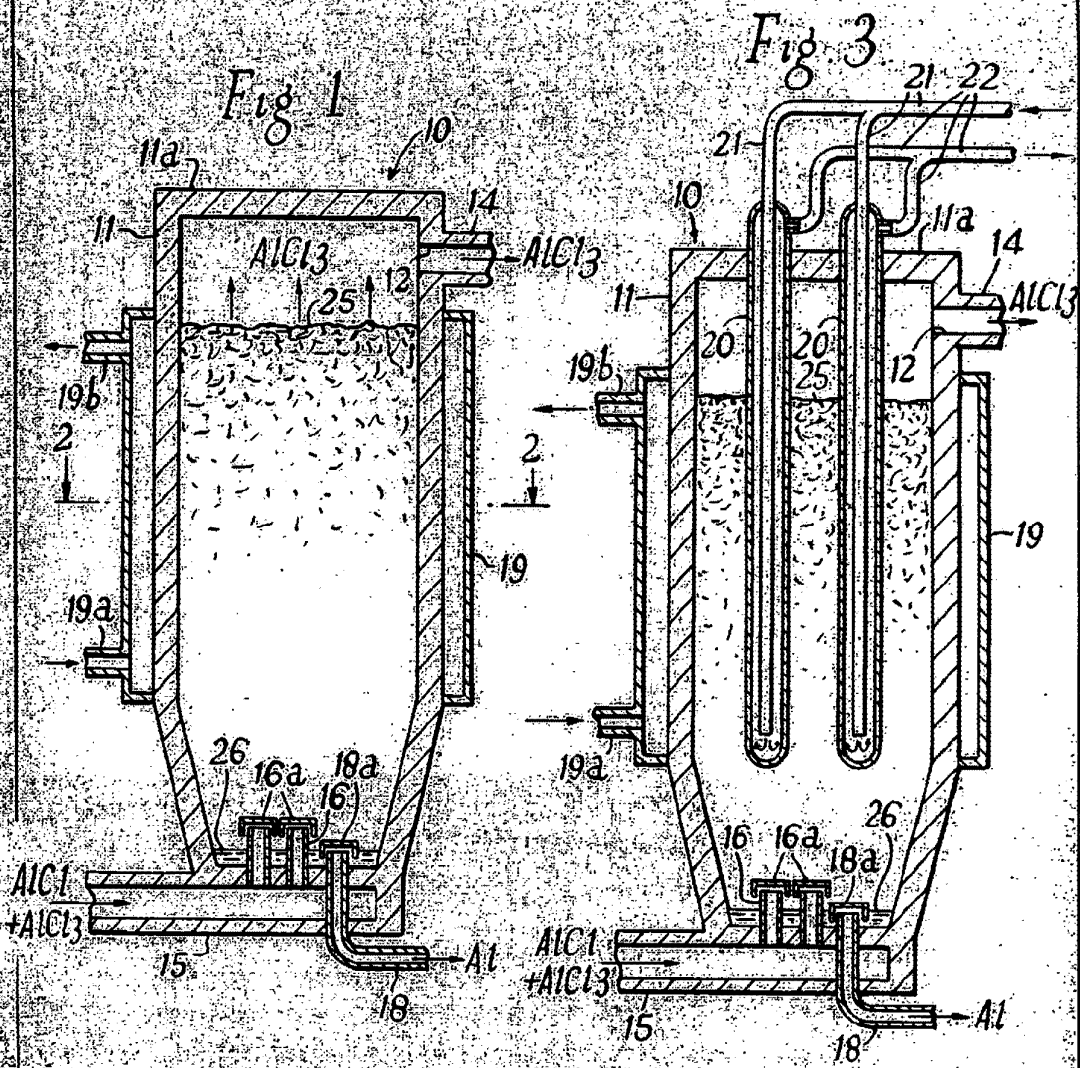
Madrid,

P. A.

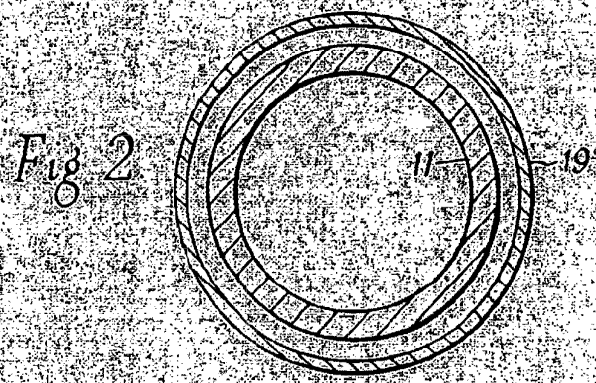
11 JUL 1964

Alberto de Elzabur
por Poder
[Handwritten signature]

298570



298570



Alberto de Zamboni
 Pat. Office