

302205



PATENTE DE INVENCION

B. 1088

302205

302205

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la purificación del aluminio".

=====

Solicitante:

BECHINEY COMPAGNIE DE PRODUITS CHIMIQUES ET
ELECTROMETALLURGIQUES, entidad francesa, residente en
23 Rue Balzac, París FRANCIA.

=====

El presente invento tiene por objeto un procedimiento de purificación del aluminio por medio de mercurio, empleado como disolvente y la instalación que permite la ejecución de dicho procedimiento.

5.

Ya se conoce, según la patente americana nú-

302205



- 2 -

mero 2.198.673, purificar el aluminio impuro en estado divi
dido, en forma, por ejemplo, de desechos de aluminio, po-
niendo en solución este último en el mercurio caliente en
estado líquido, decantación de las impurezas que quedan in
5. solubles y destilación de la solución de aluminio en el -
mercurio efectuada a presión atmosférica en presencia de una
atmósfera inerte o en vacío.

También se conoce, por ejemplo, según "FIAT-
Review of German Sciences - Metallkunde 39-45 procedé BORS
10. CHERS et SOHMIDI" separar el aluminio de su solución mer-
curial procediendo en primer lugar a un enfriamiento de es-
ta última, lo cual permite obtener cristales enriquecidos
de aluminio, y luego realizar una purificación mecánica pre
liminar; se puede después retirar enteramente el mercurio
15. por destilación.

Según "BELIAIEV, FIRSANOVA et RAPOPORTE - Elec-
trometallurgie de l'Aluminium - MOSCOU 1953", páginas 675 -
- 684, la masa pastosa de amalgama de aluminio, obtenida
por enfriamiento en un cristizador, la recoge un transpor-
20. tador de tornillo o se envía previamente a una prensa hidráulica
para exprimir el mercurio.

Las referencias citadas en los dos párrafos pre
cedentes, así como la patente alemana número 846.796 - A
3228 - 40a - 1941, indican puestas en solución en autocla-
25. ve, a temperaturas del orden de 500 a 650°C, a presiones
de 20 a 35 atmósferas. Las temperaturas elevadas permi-
ten la puesta en solución de proporciones importantes de
aluminio.

Por el contrario, estos procedimientos de ex-
30. tracción a grandes presiones tropiezan con grandes dificul

302205

- 3 -



- tades tecnológicas: el acero del que se fabrican los aparatos debe, en efecto, resistir simultáneamente temperaturas elevadas, a presiones elevadas y a la acción corrosiva de la amalgama de aluminio (véase la referencia de BELIAIEV et al. ya citada); este acero debe tener un gran espesor, lo cual frena los cambios térmicos. En estas instalaciones las presiones, los niveles y las temperaturas deben ser objeto de una regulación compleja y delicada. Pero el principal defecto de estos procedimientos es el riesgo de falta de estanqueidad y con ello la intoxicación por el vapor de mercurio (véase BELIAIEV anteriormente citado); a este respecto, es preciso mencionar las dificultades con siderables que presenta la ejecución de juntas perfectamente herméticas y particularmente las de los árboles en rotación que atraviesan la pared de los aparatos que contienen el mercurio a presiones y temperaturas elevadas; la hermeticidad de las válvulas para introducir o retirar cuerpos sólidos en el circuito es también un punto muy delicado de muchos de estos procedimientos.
- 5.
- 10.
- 15.
20. Otra grave dificultad de estos procedimientos es efectuar un recinto o recipiente a temperatura y presiones elevadas homogéneas para la disolución del aluminio (y la separación de las impurezas) que deben conservar efectivamente una temperatura uniforme y constante;
25. los puntos calientes o fríos en este recinto conducen, en efecto, a vaporizaciones y condensaciones que perturban el funcionamiento de la instalación.
30. Otra dificultad consiste en eliminar cuantitativamente el oxígeno de la atmósfera superando la disolución en caliente de aluminio en el mercurio (véase Ull-

302205¹⁷



- 4 -

man's Enzyklopädie der Technischen Chemie, volum 3, édition 1953, páginas 353-354).

- El empleo de temperaturas de 300 a 350°C para la disolución del aluminio se describe igualmente (por ejemplo: patente alemana número 840.765 - A 3244 - 40a - 1943) y tiene la ventaja de que las impurezas, en particular el cobre, entran en proporción más reducida en solución en el mercurio a dichas temperaturas, que a temperaturas más elevadas; sin embargo, trabajando a unos 450°C para la disolución del aluminio bruto, se llega a evitar en gran parte la disolución del cobre y del cinc (véase Ullmann's Enzyklopädie, referencia citada anteriormente).
- 5.
- 10.

- Sin embargo, la disolución del aluminio impuro en forma de virutas, serrín u otras formas sólidas divididas por el mercurio, a temperaturas próximas a la ebullición, bajo la presión atmosférica, se considera en la patente citada en el párrafo precedente, como muy lenta y prácticamente irrealizable.
- 15.

- Se han propuesto diversos tratamientos previos para hacer el aluminio impuro en estado sólido fácilmente soluble en el mercurio; por ejemplo, la puesta en contacto previa de una aleación de aluminio fundido con mercurio (véase la patente alemana número 840.765 ya citada) o el tratamiento del aluminio impuro por sales metálicas u otros reactivos que atacan la piel de óxido de aluminio a una temperatura del orden de 360°C (artículo de "FIAT - REVIEW of German Sciences" citado anteriormente).
- 20.
- 25.

- Las investigaciones de la Sociedad solicitan te han permitido efectuar de una manera sencilla y con
- 30.

302205



- 5 -

un buen rendimiento de energía, la puesta en solución en el mercurio del aluminio impuro en estado sólido sin ningún tratamiento previo de este último y obtener aluminio purificado en buenas condiciones de regularidad y de seguridad, según se expone más adelante.

5. El presente invento tiene por objeto un procedimiento para la fabricación de aluminio purificado por la puesta en solución de aluminio impuro en mercurio caliente en ausencia de aire, eliminación de las impurezas no disueltas y luego separación de los cristales de amalgama por enfriamiento de la solución y obtención de aluminio purificado como residuo de un tratamiento térmico de estos cristales con eliminación en estado de vapor del mercurio contenido en ellos, en el que las etapas de puesta en solución, de eliminación de las impurezas y de separación de los cristales de amalgama se efectúan en continuo en un mismo circuito y en el que la referida puesta en solución se efectúa por chorreo de mercurio líquido a una temperatura comprendida entre 300 y 420°C, más particularmente entre 340 y 380°C sobre este aluminio impuro en estado sólido, seco y fragmentado en forma de hojas hilos, torneaduras, virutas, granalla, desechos de los tratamientos corrientes de utilización del aluminio y de las aleaciones a base de aluminio, así como de sus semiproductos, etc., y que no hayan sufrido, por consiguiente, ningún tratamiento previo, manteniéndose el citado aluminio impuro en estado sólido sinsiblemente inmóvil con relación al mercurio de disolución por cualquier dispositivo conocido en sí, por ejemplo, una rejilla.
10. Las figuras esquemáticas no limitativas que
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

302205

- 6 -



se indican a continuación, permitirán comprender mejor el invento; la representación de las válvulas, tuberías, tornillos sin fin etc. en ellas es puramente simbólica y no pueden prejuzgarse las dimensiones relativas reales de cada uno de estos dispositivos.

5. La figura 1 representa el conjunto de la instalación que permite la ejecución del procedimiento de la invención.

10. La figura 2 ilustra una forma de ejecución de la puesta en solución del aluminio en el mercurio.

La figura 3 representa el circuito de mercurio de caldeo y su unión con el circuito de mercurio que actúa como disolvente.

15. La figura 4 se refiere a la destilación de la amalgama purificada de aluminio.

Las mismas cifras tienen idéntico significado en todas las figuras.

20. En la figura 1, 1 representa la rejilla sobre la que descansa el aluminio impuro a disolver, 2 los orificios por los cuales escapan los chorros de mercurio que sirven de disolvente, 3 la bomba de mercurio de la instalación de disolución, 4 el recipiente colector de mercurio al pie de la columna de disolución, 5 el desagüe de dicho recipiente, 6 el circuito de mercurio líquido que
25. sirve de disolvente, 7 la parte de este circuito donde se efectúan la puesta a temperatura de este mercurio a los fines de la disolución, 8 el arranque de este circuito en la columna de disolución, 9 el cedazo para la introducción discontinua del aluminio impuro, 10 y 11 las válvulas de
30. entrada y de salida del cedazo, 12 y 13 la entrada y la sa

30220517



- 7 -

- lida de nitrógeno que sirve para barrer el aire del cedazo, 14 el circuito de vapor saturante de mercurio destinado a calentar la instalación, 30 el tornillo de extracción de las impurezas, 31 el cedazo para la recuperación de las impurezas, 32 y 33 las válvulas superior e inferior de este cedazo, 34 y 35 la entrada y la salida de nitrógeno de purga o evacuación, 39 el crisol de plombagina en el que se recogen las impurezas, 36 el aliviadero para la circulación de la solución desprovista de las impurezas, 37 una mirilla, 38 una tubería que comunica con una atmósfera de nitrógeno, 40 el tornillo de extracción de la amalgama cristalizada por enfriamiento, 47 la doble envolvente de agua de enfriamiento para la solución purificada, 41 el cedazo o tamiz para la recepción de la amalgama cristalizada de aluminio, 42 y 43 las válvulas o registros superior e inferior de dicho tamiz, 44 y 45 la entrada y la salida del nitrógeno de purga, 46 el crisol de grafito en el que se recoge la amalgama cristalizada.

- En la figura 2, 15 indica la altura de la zona de regado de aluminio impuro para los chorros de mercurio que sirven de disolvente, 16 indica la altura de almacenado del aluminio impuro 25 en la columna; 17 la junta hidráulica de mercurio del árbol de la bomba 3 y 18 su motor de arrastre, 23 y 24 son unos contadores de gasto.

- La doble envolvente del aparato de disolución no va representada en la figura 2.

- En la figura 3, 6 indica el circuito de mercurio líquido que sirve de disolvente, yendo coronado este mercurio líquido por una atmósfera de nitrógeno con la cual comunica por la tubería 38, 50 una caldera en la

302205



que se encuentra mercurio en ebullición que alimenta el circuito 14 de vapor saturante de mercurio destinado al calentamiento de la instalación, 52 y 53 unos condensadores que impiden, respectivamente, que se mezclen los vapores de mercurio de los circuitos 6 y 14 impidiendo igualmente que alcancen el gasómetro 56 lleno de nitrógeno a la presión deseada, 55 el punto de unión de los circuitos 6 y 14, 54 un sifón lleno de mercurio que obliga al vapor saturante de mercurio a recorrer el circuito 14 en el sentido de la flecha, 57 un termopar que permite descender la potencia de caldeo de la caldera cuando el reflujó del condensador 53 es demasiado importante.

En la figura 4, 50 indica un horno eléctrico deslizante, 61 las resistencias de dicho horno, 62 la tapa del recipiente de destilación, 63 la junta de dicha tapa, 64 una tubería de argón que atraviesa la tapa, 65 un sumergidor de grafito, 66 la masa de aluminio líquido contenido en el crisol 46 de grafito, 70 un condensador para los vapores de mercurio, 71 el recipiente de recepción del mercurio, 72 la altura de la columna barométrica llena de mercurio frío cuando el aparato está en vacío, 73 la conexión con la bomba de vacío y 74 la salida de argón. Los calorífugados no van representados en la figura.

Se puede hacer hermético el conjunto del horno y hacer en él igualmente el vacío.

Según una modalidad preferente del invento, (figura 2), el aluminio impuro 25 se coloca en una columna sensiblemente vertical; queda retenido por debajo de esta columna por cualquier medio conocido en sí, de preferencia por una rejilla 1; el mercurio que chorrea circula



- por gravedad por debajo de dicha columna (en una tina 4) y es reciclado a la columna con ayuda de una bomba 3, cuyo caudal "Q" se mide por el contador de gastos 23; este mercurio de chorreo describe prácticamente varias veces este circuito: 1 - 4 - 3 - 23, marcado por las flechas de la figura 2, antes de ser arrastrado por el circuito principal que comprende las etapas sucesivas ya descritas en la definición general del invento, a saber: la disolución, la eliminación de las impurezas (véase figura 1, indicación 30) y la separación de los cristales de amalgama, (véase figura 1, señales 40 y 47) obtenidos por enfriamiento de la solución así purificada.

- Según otra forma preferente del invento (figura 2), el mercurio de chorreo previamente desembarazado por medios conocidos de las impurezas solubles que pudiese contener se envía al pie de la masa 25 de aluminio impuro a disolver, por chorros centrífugos que escapan de los orificios 2 colocados en la parte baja de la columna de disolución, tomándose la altura 16 de almacenado del aluminio impuro por lo menos igual a la altura 15 de su zona de regado.

- La tina 4 deja pasar por el desagüe 5 una solución impura de aluminio en el mercurio; el caudal "q" de esta solución es igual al del mercurio fresco medido por el cuenta caudal 24 y desemboca en 8 en la columna de disolución.

- Según el invento, la relación $\frac{Q}{q}$ entre el caudal del circuito secundario de chorreo y el del circuito principal se elige, por regla general, entre 3 y 50, según la temperatura de disolución, el estado de división

3022051



- 10 -

del aluminio impuro y la velocidad de los chorros unitarios que escapan de los orificios 2; de preferencia, esta relación está comprendida entre 10 y 25 cuando se trabaja a unos 360°C con aluminio impuro en virutas.

5. Según el presente invento, se puede hacer variar a voluntad el título de la disolución de aluminio en el mercurio, eligiendo el valor de la expresada relación $\frac{Q}{q}$; se obtiene fácilmente un título muy próximo de la saturación eligiendo esta relación suficientemente grande; también se puede de modo preciso y reproducible, obtener un título inferior a la saturación, disminuyendo la citada relación.

10. Resulta insospechado, considerando las patentes y la literatura citadas anteriormente, obtener una
15. puesta en solución en el mercurio del aluminio en estado sólido y que no haya sufrido ninguna clase de tratamiento previo. Es aún más sorprendente que tal puesta en solución alcance rápidamente la saturación, y permita realizar por consiguiente, de modo sencillo, económico y prácticamente
20. sin peligro, caudales relativamente importantes en una solución prácticamente saturada de aluminio en el mercurio, sin que haya que prever regulación alguna de caudal del aluminio.

25. Según el nuevo procedimiento, la presencia de aluminio no disuelto en la solución a la salida del disolvedor queda prácticamente evitada, aún con una solución saturada lo cual resulta ventajoso; en los procedimientos anteriores había que contentarse con disolver un porcentaje de aluminio inferior a la saturación a la temperatura
30. considerada.



Por otra parte según el invento, la circulación del mercurio-disolvente tiene lugar de preferencia por simple gravedad entre el aparato de disolución y el aparato de eliminación de las impurezas, hasta entre este último y el aparato de cristalización, lo cual exime evidentemente de toda regulación automática de los niveles de mercurio-disolvente; el hecho de disponer de una instalación robusta y poco expuesta a perturbaciones es particularmente importante para un procedimiento de purificación del aluminio por el mercurio.

Según una forma particular del invento, la temperatura de disolución está comprendida entre 340° y 360°C alrededor a presión sensiblemente atmosférica.

Según una forma preferente del invento, el aluminio impuro cargado presenta un título ponderal de por lo menos 99%, y el aluminio purificado obtenido un título ponderal que excede del 99,99% (aluminio refinado).

Es conveniente, según el invento, utilizar como bomba para el reciclado del mercurio en la columna, una bomba inmersa 3 de eje vertical (véase figura 2), efectuándose el atravesado de la pared del aparato de disolución por el eje de la bomba, en la atmósfera de este aparato y no en el mercurio líquido.

Según una forma de ejecución de este atravesado de pared por el eje de la bomba, se utiliza una junta hidráulica de mercurio 17, Sin embargo, se pueden utilizar otras juntas herméticas para dicho árbol, tales como prensaestopas de trenza, con guarnición mecánica sumergidas en aceite, etc.

302205



- 12 -

- Según una modalidad preferente del invento, se puede utilizar un tamiz 9 para introducir el aluminio impuro en estado sólido en el aparato de disolución. Como registros para este tamiz o cedazo se pueden utilizar registros o válvulas en sí conocidas, formadas por un manguito de caucho de deformación elástica; se cierra el registro o compuerta aplicándola una presión (por ejemplo de aire comprimido) por el exterior de dicho manguito, que se aplasta; esta compuerta o registro garantiza un cierre hermético aún en presencia de pequeños trozos de aluminio entre las superficies del manguito; la aplicación de las válvulas o registros antedichos para la purificación del aluminio por el mercurio, representa pues un progreso técnico en esta rama.
- 5.
- 10.
15. Este cedazo o tamiz se barre por un gas inerte tal como nitrógeno, argón, etc... según se representa en la figura 1, indicado en 12 y 13; se puede formar igualmente el vacío en el tamiz; según el presente invento, se puede eliminar el oxígeno de un modo muy completo, para que
20. no quede en el tamiz más que menos de 0,5 parte por millón de oxígeno, por ejemplo.
- El presente invento permite pues, eliminar las dificultades señaladas anteriormente cuando se desee obtener, por encima de la solución de aluminio en el mercurio, una atmósfera totalmente exenta de oxígeno, a pesar de la
25. introducción en discontinuo del aluminio bruto en el circuito.
- Según un modo preferente del nuevo procedimiento, la puesta y el mantenimiento en temperatura de mercurio-disolvente puede garantizarse por un fluido portador
- 30.

302205



- 13 -

de calor, tal como un líquido orgánico, un metal o aleación en estado líquido y de preferencia, mercurio que circula por una doble envolvente de la instalación a calentar.

5. Es conveniente, según el invento, mantener sensiblemente a la misma presión de gas inerte y al abrigo de las entradas de aire en el circuito de mercurio empleado como disolvente y que se ha descrito por el mercurio de calentamiento.

10. Es conveniente, asimismo, tomar este mercurio de calentamiento en estado de vapor saturante.

15. Resulta favorable colocar un refrigerante de reflujó sobre los conductos de desgasificación de cada circuito y crear así, entre estos dos circuitos, una unión protegida de los vapores de mercurio por los citados condensadores y unida a la expresada atmósfera común de gas inerte según se representa en la figura 3 ya comentada anteriormente; el gasómetro 56 puede reemplazarse por cualquier otro aparato que garantice una presión constante de gas inerte.

20. La aplicación nueva a la purificación del aluminio por el mercurio de un fluido portador de calor, modo de caldeo muy conocido en sí, ha permitido a la Sociedad solicitante obtener temperaturas particularmente uniformes en todos los puntos del recinto a calentar y constantes en todo el tiempo deseado.

25. Es muy difícil - y casi imposible - obtener tal uniformidad y constancia de temperatura por calentamiento directo, en particular en recintos de dimensiones relativamente importantes y de formas complicadas, salvo utilizando un calentamiento eléctrico provisto de una regulación com
30. pleja.

302205A



- 14 -

- La aplicación de un fluido portador de calor ha permitido a la Sociedad solicitante recurrir como medio de caldeo a la combustión de gas natural, de mazut, etc.; estos productos constituyen fuentes de calor por regla general más económicas y presentan un mejor rendimiento de transformación en calor útil (que pueden exceder del 70%) que la electricidad que se produce para una parte importante a partir de centrales térmicas (rendimiento del orden de 35%).
- 5.
10. El calentamiento por una circulación de mercurio puesto a la misma presión que el mercurio-disolvente y en estado de vapor saturante, constituye un medio particularmente simple y eficaz para la puesta y mantenimiento de temperatura del mercurio-disolvente. Permite particularmente, gracias al empleo de vapor saturante, reducir las superficies de cambio y regular las temperaturas con mucha precisión.
- 15.
20. Por otra parte el empleo del termopar 57 (véanse las explicaciones dadas anteriormente respecto a la figura 3) permite no consumir más que la cantidad de calorías justamente necesaria para el consumo.
25. Se puede, según el invento, poner el mercurio-disolvente a la temperatura requerida para la disolución antes de que alcance la columna de disolución con ayuda del circuito de mercurio de calentamiento.
30. Según el invento, también se pueden separar por decantación y espumado las impurezas que quedan insolubles durante la puesta en solución del aluminio en el mercurio y mantener en temperatura la solución de aluminio en el mercurio sometido a la separación de las impurezas, con ayuda

302205



- 15 -

de un fluido portador de calor. Se puede efectuar la separación de las impurezas a la misma temperatura que la disolución y emplear para el mantenimiento en temperatura durante esta separación, el mismo circuito de mercurio de calentamiento que para la disolución.

5. Las impurezas pueden, según el invento, retirarse de la solución de aluminio en el mercurio por medio de uno o de varios tornillos de Arquimedes poco inclinados sobre la horizontal; la inclinación puede estar comprendida entre 4 y 40° y de preferencia del orden de 10 a 15°. De preferencia estos tornillos giran a velocidad muy reducida, prácticamente comprendida entre 0,1 y 1 vuelta/minuto; es conveniente que el diámetro de la cámara de separación de las impurezas (en el interior de la cual giran el tornillo o tornillos) tenga un diámetro por regla general poco superior al del tornillo o tornillos, de modo que este (o estos) tornillo barra prácticamente la casi totalidad de la superficie libre de la solución para limpiarla de las impurezas flotantes.

10. Estos tornillos pueden tener en su periferia unas escotaduras que faciliten el goteo o escurrimiento.

15. Se pueden utilizar dos tornillos prácticamente idénticos, de paso contrario, con ejes paralelos, que se encajen uno en otro y que giren en sentido inverso, de modo que las impurezas se despeguen de modo permanente de la superficie de estos tornillos.

20. También se puede de acuerdo con el invento, eliminar de la solución de aluminio en el mercurio las impurezas insolubles por filtración, filtración que tiene lugar de preferencia después de la decantación.

25.
30.

3 22 05

- 16 -



Las impurezas se eliminan de preferencia en un crisol 39 contenido en un cedazo 31 dispuesto para ser barrido por un gas inerte, y eventualmente preparado para el vacío. Los registros de este cedazo pueden ser por ejemplo

5. unos registros con manguito de caucho ya descritos anteriormente. Puede resultar fácil y conveniente utilizar como registro inferior una junta hidráulica de mercurio.

Según otra modalidad del invento, la solución desprovista de las impurezas se enfría por un fluido que

10. circula por una doble envolvente 47 del aparato de cristalización.

Se puede, según el invento, enfriar la expresada solución desprovista de impurezas hasta la temperatura ordinaria o hasta alrededor de 100° o a una temperatura mas elevada; sin embargo, la temperatura de enfriamiento, no es

15. por regla general, superior a 160°C.

El fluido de enfriamiento, es por ejemplo, agua fría cuando se desea enfriar a temperatura ordinaria, el agua hirviendo para una temperatura de enfriamiento de

20. 100°C alrededor, el clorobenceno hirviendo si se desea enfriar a 132°C, el bromobenceno hirviendo para 155°C, etc.

El consumo específico de energía por kilo de aluminio purificado según el nuevo procedimiento es reducido., según va a demostrarse a continuación.

La solución saturada de aluminio en el mercurio encierra 0,78% en peso de aluminio a 400°, 0,35 a

25. 360°C, 0,034% a 150°C y se halla prácticamente exenta de aluminio a la temperatura ordinaria. Un cálculo inmediato demuestra que con un rendimiento de calentamiento de

30. 70% que como ya se ha indicado puede alcanzarse fácilmente



- te el calentamiento cuesta (en koal procedente del carbón, del gas o del fuel energía mucho más económica que la electricidad) entre 360 y 20°C sensiblemente la equivalente de 5,3 kWh por kilo de aluminio purificado, y sensiblemente
5. la equivalencia de 2 kWh por kilo entre 400°C y 150°C, siendo la materia prima aluminio a 99%. (A estos consumos de energía para la disolución, se añade evidentemente la energía gastada para la purificación de la amalgama por destilación, que corresponde en cada caso a la equivalente de
10. alrededor de 2,5 a 3 kWh por kilo). Estas cifras demuestran el interés económico del nuevo procedimiento, cuando se les compara a los consumos específicos de energía en los otros procedimientos; por ejemplo, 18 kWh por kilo de aluminio a 99,995 por el procedimiento electrolítico a partir
15. de aluminio a 99,5% (los kWh se valoran en energía de alta tensión).

- Es preciso subrayar que cuando se sale del ámbito de temperaturas definido por el invento, las complicaciones debidas a las temperaturas superiores a 420°C y
20. a las presiones correspondientes son tales que el procedimiento resulta impracticable.

- Según el presente invento, se utiliza para retirar los cristales de amalgama purificada separados por enfriamiento, un sistema de tornillo de Arquímedes 40
25. (figura 1) que corresponde en sus características esenciales al que se ha descrito anteriormente para retirar las impurezas.

- La Sociedad solicitante ha comprobado que el simple tratamiento de goteo o escurrimiento de los cristales de amalgama purificado que flotan en superficie -
- 30.

302205

- 18 -



5. - goteo perfeccionado por las escotaduras practicadas sobre el reborde de los citados tornillos de Arquímedes - es suficiente para hacer pasar la proporción ponderal de aluminio de los referidos cristales de 5 a 15% alrededor lo cual era insospechado.

10. Los cristales de amalgama purificada se recogen de preferencia en un crisol 46 contenido en el cedazo 41. El cedazo y el crisol corresponden en sus características esenciales a los que ya se han descrito anteriormente para la recuperación de las impurezas.

Unas mirillas 37 (figura 1) permiten vigilar las diferentes fases de la fabricación cuando la presión interior no sobrepasa de modo apreciable la presión atmosférica.

15. Según la presente invención, el crisol que contiene las impurezas o el que contiene la amalgama purificada se retira del cedazo, se coloca en un horno y se somete a una destilación en ausencia de oxígeno: se recupera así respectivamente el mercurio arrastrado por las impurezas o el arrastrado por la amalgama purificada.

20. El aparato de destilación puede estar cerrado por una junta 63 (figura 4).

25. Para eliminar los vestigios de mercurio retenidos en el aluminio después que se ha recuperado la mayor parte de mercurio, se puede, según el invento, tratar por el vacío este aluminio en estado fundido. Este último tratamiento puede reemplazarse o completarse por un barrido con ayuda de un gas apropiado; sin embargo, la Sociedad solicitante ha descubierto que el tratamiento más eficaz para eliminar los últimos vestigios de mercurio, con-

30.



- siste en hacer borbotar un gas apropiado en aluminio líquido, que puede efectuarse por ejemplo, por el dispositivo de la figura 4 o por cualquier otro dispositivo de borboteo. Como gas apropiado para esta operación de borboteo,
5. se puede emplear el argón o el nitrógeno o una mezcla de nitrógeno y de cloro, o el cloro solo, etc.

- El borboteo descrito anteriormente permite eliminar rápidamente los últimos vestigios de mercurio con ayuda de cantidades relativamente muy reducidas de gas no reactivo; en razón de los reducidos caudales de este gas,
10. no es necesario reciclarle, lo cual simplifica su tratamiento de desmercurización a la salida del aparato; este tratamiento puede consistir en un simple lavado con agua pulverizada de este gas antes de lanzarla a la atmósfera.

- Este tratamiento de retirada del mercurio por borboteo de un gas apropiado puede aplicarse igualmente a aleaciones industriales de aluminio que contengan mercurio si se desea descender o anular prácticamente su proporción en mercurio. Estos tratamientos descritos anteriormente de retirado del mercurio retenido en el aluminio han permitido obtener con regularidad, dosis en mercurio inferiores a 0,2 partes en peso de mercurio por 1 millón partes en peso de aluminio.
- 15.
- 20.

- Los ejemplos no limitativos que vienen a continuación, tienen por objeto ilustrar el invento.
- 25.

EJEMPLO 1

- 2,5 kg por segundo de mercurio recorriendo un circuito continuo 6 (figura 1) se ponen a la presión atmosférica de 20°C a 360°C en un compensador de temperatura 7 -
30. cuyo agente portador de calor que recorre un circuito 14 es

302205

- 20 -



el vapor saturante de mercurio a presión atmosférica - y se introducen por gravedad en una cuba 4 que contiene una solución prácticamente saturada de aluminio en el mercurio, a presión atmosférica y a 360°C (0,35%).

5. El mercurio de la cuba 4 es reciclado de un modo continuo en el circuito secundario 4 - 3 - 23 - 1 con un caudal de 50 kg por segundo sobre virutas de aluminio de un título de 99,4% en peso.

10. El recipiente de disolución va provisto de una doble envoltura por donde circula el mismo fluido portador de calor que en el compensador de temperatura. El árbol de la bomba 3 (figura 2) atraviesa el tabique del aparato de disolución por una junta hidráulica de mercurio 17.

15. El circuito 6 de mercurio-disolvente y el circuito 14 de vapor saturante de mercurio (destinado al calentamiento de 6) van unidos uno a otro según la figura 3 y funcionan a presión atmosférica de nitrógeno. Del desagüe 5 circula una solución prácticamente saturada de aluminio en el mercurio, con un caudal de 2,5 kg por segundo. Esta solución arrastra con ella las impurezas insolubles de aluminio y algunos pequeños granos de aluminio arrastrados a través de la rejilla 1, que flotan en su superficie; dicha solución se vierte en un decantador provisto a su vez de una doble envolvente directamente unida a la del recipiente de disolución. El decantador va provisto de un sifón por el que circula la solución saturada de aluminio en el mercurio desprovista de sus impurezas. Las impurezas se retiran por un tornillo de Arquímedes 30 inclinado a 10° sobre la horizontal; este

20.

25.

30.



- tornillo tiene un diámetro de 200 mm y gira a 0,2 vuelta por minuto en una cámara por regla general cilíndrica de un diámetro interior de 202 mm. Las impurezas se acumulan en el crisol 39 contenido en el cedazo 31 y se destilan periódicamente para recuperar de ellas el mercurio.
- 5.

- La solución prácticamente saturada circula por el desagüe 36 a un aparato de cristalización provisto de una doble envolvente 47 enfriada con agua y en el que cristaliza el aluminio. Dos tornillos oblicuos 40 espuman toda la superficie y transportan una amalgama que contiene 15% de aluminio y 85% de mercurio en el crisol de grafito 46 donde se acumula. Dos tornillos 37 permiten vigilar las diferentes fases de la operación. Se producen así 200 kg. por hora de esta amalgama. El crisol se retira periódicamente. El cierre inferior del cedazo o tamiz está constituido por una junta hidráulica de mercurio que permite retirar fácilmente el crisol; este último está sometido a la destilación en un horno separado según lo representa la figura 4. Cuando la destilación a la presión atmosférica bajo gas inerte de mercurio ha terminado prácticamente, quedan alrededor de 500 partes en peso por millón de mercurio en el aluminio. Se hace después borbotar argón a razón de 1 litro por minuto en este aluminio líquido contenido en el crisol, por medio de una varilla de grafito cuyo extremo es poroso. La producción del horno es de 30 kg por hora de aluminio refinado de un título de 99.993%.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

EJEMPLO 2

- Los circuitos 6 de mercurio-disolvente y 14 de vapor saturante de mercurio de calentamiento funcionando a una sobrepresión de 1 kg/cm² de nitrógeno con relación
- 30.

302205



- 22 -

5. a la presión atmosférica (figura 3). La instalación es sensiblemente la del Ejemplo 1; sin embargo, las mirillas 37 (figura 1) se suprimen; la junta hidráulica de mercurio 17 (figura 2) de la bomba 3 y las juntas hidráulicas 33 y 43 de los tamices (figura 1) se adaptan al trabajo bajo presión de 76 cm de mercurio de sobrepresión. El caudal del circuito 6 de mercurio-disolvente y el del circuito secundario 3 - 23 - 1 - 5 (figura 2) son los mismos que en el Ejemplo 1.

10. La doble envolvente 47 (figura 1) del aparato de cristalización se consigue por bromobenceno en ebullición (temperatura 155°). El aluminio refinado obtenido tiene el mismo título que según el Ejemplo 1, partiendo igualmente de aluminio de 99,4% como materia prima. Sin embargo, la producción horaria se duplica con relación al Ejemplo 1 para la misma cristalización y el consumo específico de energía por kg. de aluminio refinado producido es solo de alrededor de 40% de la del Ejemplo 1, según se ha expuesto anteriormente.

20. N O T A

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Francia número PV. 941.998 de fecha 19 de julio de 1.963 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del

30.

302205



- 23 -

referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DEL ALUMINIO"; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1º.- Procedimiento para la purificación del aluminio mediante la puesta en solución de aluminio impuro en mercurio caliente en ausencia de aire, eliminación de las impurezas no disueltas y luego separación de los cristales de amalgama por enfriamiento de la solución, y obtención de aluminio purificado como residuo de un tratamiento térmico de estos cristales con eliminación en estado de vapor del mercurio en él contenido caracterizado porque las fases de puesta en solución, de eliminación de las impurezas y de separación de los cristales de amalgama se efectúan en continuo en un mismo circuito denominado circuito principal, efectuándose la expresada puesta en solución por chorreo de mercurio líquido a una temperatura comprendida entre 300 y 420°C, más particularmente entre 340 y 380°C, sobre este aluminio impuro en estado sólido, seco y fragmentado en forma de hojas, hilos, torneaduras, virutas, granalla, desechos de los tratamientos corrientes de fabricación del aluminio y de sus aleaciones así como de sus subproductos, no habiendo sufrido el citado aluminio impuro en estado sólido ningún tratamiento previo; el mercurio líquido recogido después de haber goteado sobre este aluminio impuro en estado sólido es reciclado sobre el referido aluminio impuro y describe varias veces en estado líquido este circuito secundario de reciclado propio para la fase de puesta en solución antes de ser arrastrado al circuito principal ya de-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



finido.

5. 2^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el mercurio de chorreo es enviado al pie de la masa de aluminio impuro a disolver, por chorros centrífugos que escapan de los orificios colocados por debajo de la columna de disolución, quedando retenido el aluminio impuro en estado sólido por la parte baja de esta columna por cualquier medio apropiado.

10. 3^a.- Procedimiento, según la reivindicación 2^a, caracterizado porque la relación entre el caudal del circuito secundario y el del circuito principal está comprendido entre 3 y 50 y más particularmente entre 5 y 25.

15. 4^a.- Procedimiento, según la reivindicación 3^a, caracterizado porque la temperatura de disolución está comprendida entre 340°C y 350°C a presión sensiblemente atmosférica.

20. 5^a.- Procedimiento, según la reivindicación 3^a, caracterizado porque el aluminio impuro de partida tiene un título de por lo menos 99% en peso y el aluminio obtenido un título ponderal que excede del 99,99%.

25. 6^a.- Procedimiento, según la reivindicación 3^a, caracterizado porque se utiliza como bomba para el reciclado del mercurio en la columna de disolución, una bomba inmersa con árbol vertical, efectuándose el cruce de la pared del aparato de disolución por el árbol de la bomba en la atmósfera de este aparato y no en el mercurio líquido, por ejemplo, por medio de una junta hidráulica de mercurio.

30. 7^a.- Procedimiento, según la reivindicación 3^a, caracterizado porque el aluminio en estado sólido se introduce en el aparato de disolución por medio de un cedazo que

302205



- 25 -

puede ir provisto de un sistema que permite barrer su atmósfera con ayuda de un gas inerte y/o de hacer en ella el vacío.

5. 8^a.- Procedimiento, según las reivindicaciones 3^a a 7^a y mas particularmente según la reivindicación 3^a, caracterizado porque la puesta y mantenimiento en temperatura del mercurio-disolvente se garantizan por un fluido portador de calor que circula en una doble envolvente de los aparatos a calentar.
10. 9^a.- Procedimiento, según la reivindicación 8^a caracterizado porque un fluido portador de calor mantiene en temperatura el aparato de disolución.
15. 10^a.- Procedimiento, según la reivindicación 8^a, caracterizado porque el mismo circuito de fluido portador de calor, de preferencia de mercurio, mantiene a la misma temperatura el aparato de disolución y el aparato de eliminación de las impurezas.
20. 11^a.- Procedimiento, según las reivindicaciones 8^a a 10^a y mas particularmente según la reivindicación 8^a, caracterizado porque el mercurio de calentamiento (fluido portador de calor) se mantiene sensiblemente a la misma presión de gas inerte que el mercurio empleado como disolvente, estando el mercurio de calentamiento de preferencia en estado de vapor saturante.
25. 12^a.- Procedimiento, según la reivindicación 11^a, caracterizado porque el circuito de mercurio de caldeo y el de mercurio empleado como disolvente van unidos ambos a una atmósfera de gas inerte al abrigo de las entradas de aire, yendo provistos los conductos entre estos circuitos y la
30. expresada atmósfera de condensadores (refrigerantes a re-

302205



- 26 -

flujo) que impiden que los vapores de mercurio pasen de un circuito al otro.

5. 13^a.- Procedimiento según la reivindicación 11^a, caracterizado porque la temperatura de enfriamiento de la solución de aluminio en el mercurio desprovista de sus impurezas está comprendida entre la temperatura ordinaria y 160°C.

10. 14^a.- Procedimiento, según la reivindicación 11^a, caracterizado, porque la solución de aluminio en el mercurio circula por gravedad del aparato de disolución al aparato de eliminación de impurezas y de este último al aparato de cristalización de la amalgama purificada.

15. 15^a.- Procedimiento, según la reivindicación 11^a, caracterizado porque las impurezas insolubles que sobrenadan por la solución de aluminio en el mercurio, se retiran (espumadas, decantadas), por medio de uno o varios tornillos de Arquímedes, cuya inclinación sobre la horizontal es tá comprendida sensiblemente entre 4 y 40° y de preferencia de 10 a 15°, pudiendo llevar este tornillo o tornillos unas escotaduras sobre su reborde o rebordes.

25. 16^a.- Procedimiento según la reivindicación 15^a, caracterizado porque la solución de aluminio en el mercurio se limpia de las impurezas insolubles por filtración, teniendo lugar esta filtración de preferencia, después de la decantación.

30. 17^a.- Procedimiento según la reivindicación 15^a y 16^a, caracterizado porque las impurezas insolubles retiradas de la amalgama se eliminan en un crisol colocado en un tamiz o cedazo preparado para ser barrido por un gas inerte y dispuesto eventualmente para el vacío.



- 18^a.- Procedimiento según la reivindicación 15^a, caracterizado porque la amalgama purificada de aluminio cristalizado por enfriamiento se separa de sus aguas madres por uno o varios tornillos de Arquímedes del tipo anteriormente descrito para la eliminación de las impurezas.
5. 19^a.- Procedimiento, según la reivindicación 15^a, caracterizado porque la amalgama purificada de aluminio se introduce en un crisol colocado en un cedazo o tamiz según se ha descrito, para la eliminación de las impurezas.
10. 20^a.- Procedimiento, según las reivindicaciones 11^a a 19^a, y en particular según la reivindicación 15^a, caracterizado porque la destilación de mercurio arrastrado con impurezas insolubles o contenido en la amalgama purificada se efectúa en un aparato de destilación y cuya atmósfera es inerte en relación con la amalgama y el aluminio.
15. 21^a.- Procedimiento según la reivindicación 20^a, caracterizado porque el aluminio purificado fundido desprovisto de la mayor parte del mercurio por destilación de este último, se limpia prácticamente de un modo total de los vestigios de mercurio restantes, por acción en vacío establecido en el espacio que corona el referido aluminio en estado líquido.
20. 22^a.- Procedimiento según la reivindicación 20^a, caracterizado porque el aluminio purificado fundido, desprovisto de la mayor parte del mercurio por destilación de este último, se limpia prácticamente en su totalidad de los vestigios de mercurio restantes por barrido del espacio que corona este aluminio mantenido en estado líquido con ayuda de un gas apropiado a las condiciones del tratamiento, tal como argón, nitrógeno, cloro, una mezcla de nitrógeno y de
25. 30.

302205



- 28 -

cloro, etc. pudiendo efectuarse este tratamiento con gas después del tratamiento por el vacío según la reivindicación 21.

5. 23ª.- Procedimiento, según la reivindicación 21ª, caracterizado porque se hace borbotar el referido gas en la masa fundida de este aluminio, yendo coronada dicha masa por una atmósfera de gas inerte o de vacío.

10. 24ª.- Procedimiento para la purificación del aluminio, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

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

Madrid 17 JUL 1964

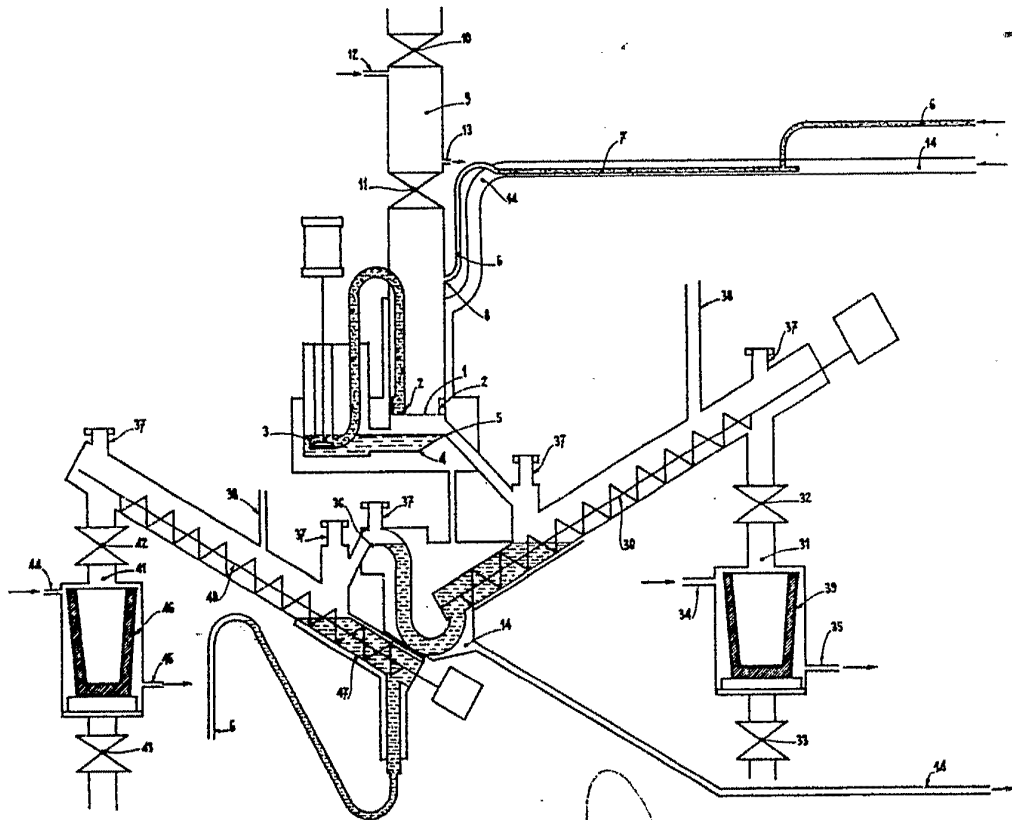
PECHINAY COMPAGNIE DE PRODUITS CHIMIQUES ET
ELECTROMETALLURGIQUES,

J. GOMEZ ACEBO Y MOU.



302205

ESCALA VARIABLE

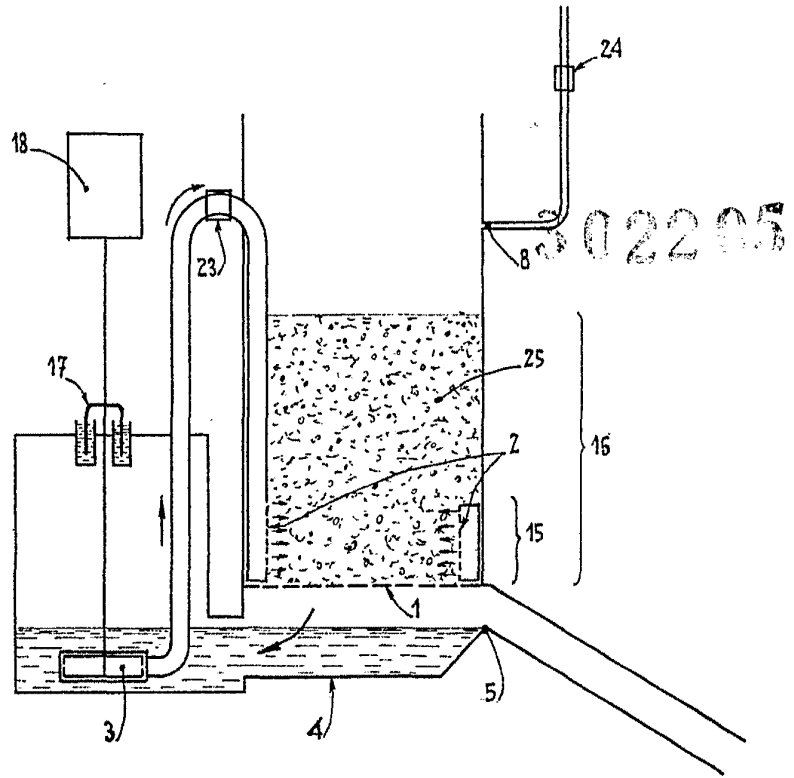


—Fig. 1—

Madrid, 17 JUL 1934
B. GOMEZ ACHRO Y MODE



ESCALA VARIABLE

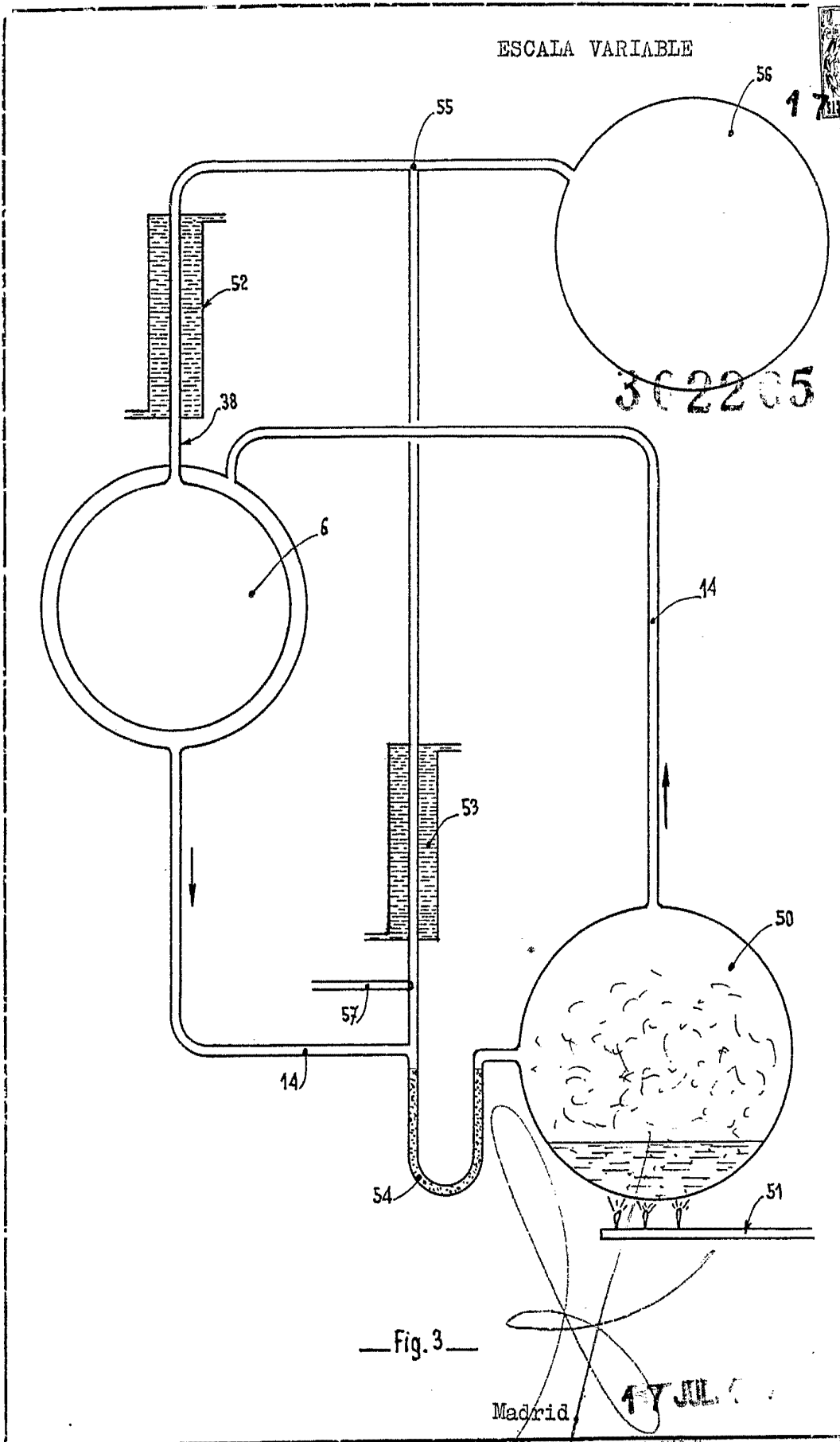


— Fig. 2 —

Madrid, 17 JUL. 1884

J. PACHINEY ALEJO Y MORAN

ESCALA VARIABLE



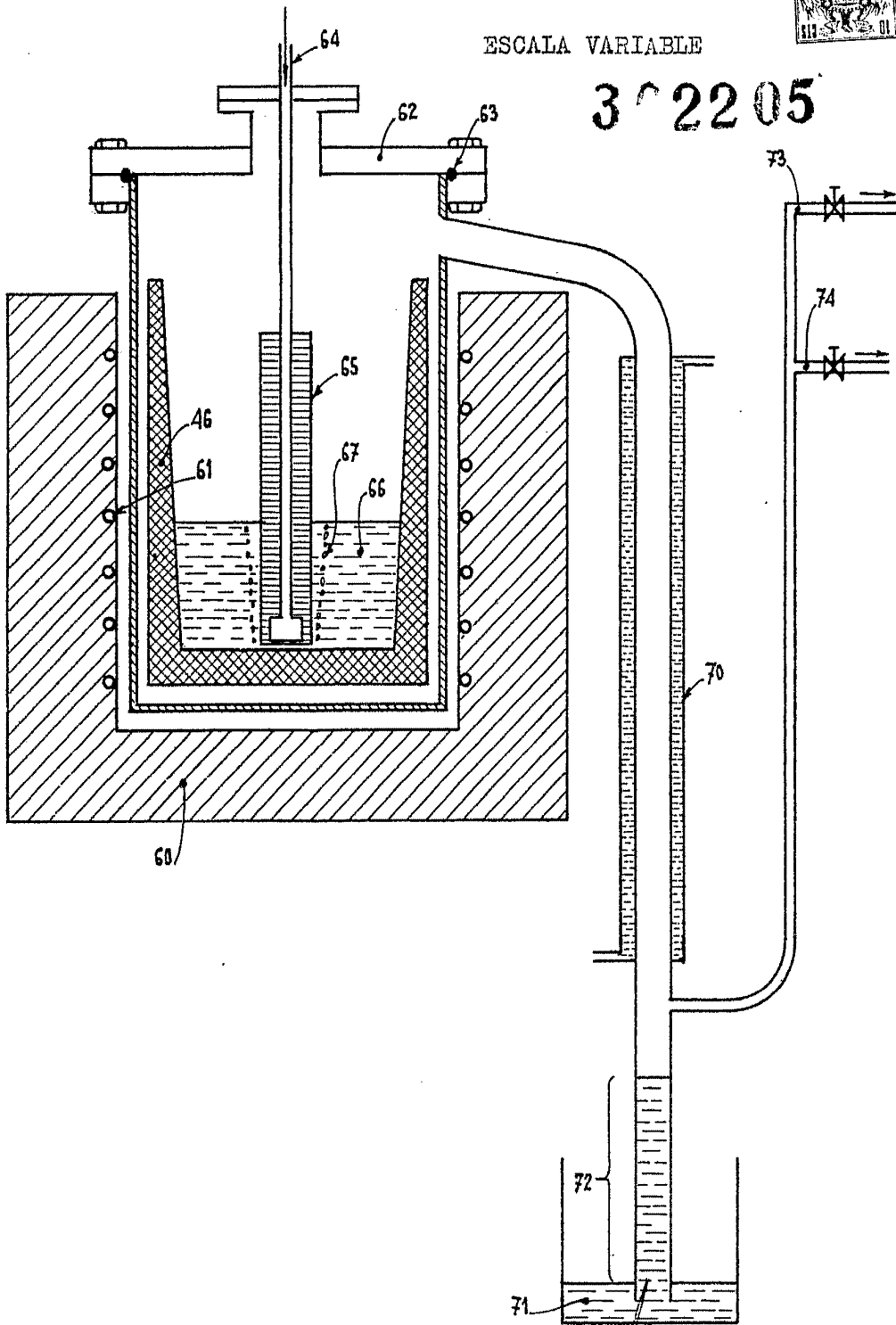


Fig. 4

Madrid,

7 JUL. 1904

GOMEZ ACOSTA