



330.982

PATENTE DE INVENCION

=====

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

S o b r e :

"PROCESO Y APARATO PARA LA PRODUCCION DE ALUMINIO Y SUS ALEACIONES".

- - - - -

Solicitantes: CONZINC RIOTINTO OF AUSTRALIA LIMITED, Entidad australiana, con domicilio en 95, Collins Street MELBOURNE (Australia) y COMMONWEALTH SCIENTIFIC AND INDUSTRIAL RESEARCH ORGANIZATION, Entidad australiana con domicilio en 314 Albert Street, EAST MELBOURNE (Australia).

- - - - -

Inventores: Sr. D. George Lang HERWIG y Sr. D. Ernest FOLEY.

- - - - -



Esta invención está relacionada con la producción de aluminio y de aleaciones del mismo, a partir de cloruro de aluminio (a partir de aquí denominado "cloral") o a partir de sales que contengan cloral, refiriéndose en especial al proceso y a

- 5.- los aparatos para la reducción de una sal conteniendo cloral, en aluminio, por la reacción con un metal reductor, el cual puede ser, por ejemplo, magnesio. La invención también incluye un proceso y los aparatos para la producción de aluminio, por medio de la electrólisis de fusión, empleando cloral como el
- 10.- material de alimentación.

El cloral se emplea preferiblemente en la forma de una sal doble, por ejemplo una sal doble de bajo punto de fusión, que contenga cloruro sódico y cloral.

- 15.- Se observará el que, dependiendo si la cantidad de cloral presente en la fase de sal es igual, mayor o menor que la proporción estequiométrica, habrá presente una verdadera sal doble o una disolución de cloral en una sal. El término "doble sal" se emplea en las especificaciones y en las reivindicaciones de las mismas, incluyendo bien (a) una sal doble de cloral
- 20.- y el haluro de un metal alcalino, o (b) una disolución de cloral en una sal o fase de sal, conteniendo por lo menos un metal alcalino.

- La invención reside ampliamente en un proceso para la producción de aluminio o aleaciones de aluminio, el cual comprende la reacción de un reductor metálico con una sal doble de cloral.
- 25.-

- En una forma de la invención, el magnesio fundido es hecho reaccionar con una sal doble fundida de cloruro de sodio y cloruro de aluminio. Son algunas ventajas del empleo de la sal doble, la facilidad de la manipulación, y la relativa baja
- 30.-



presión de vapor del cloruro de aluminio por encima de la sal, hasta temperaturas próximas a 750°C. (es decir, por encima del punto de fusión del aluminio).

5.- Es ventajoso añadir una proporción del aluminio circulante, o de aleación de aluminio-magnesio, al magnesio fundido, a fin de garantizar el que la densidad de la fase metálica sea mayor constantemente que la de la fase salina fundida.

10.- La reacción puede llevarse a cabo en un reactor, asociado con una cuba electrolítica, en cuyo caso el cloruro de magnesio formado por la reacción puede ser tratado electrolíticamente, por recuperación de magnesio y cloro.

15.- Los procesos electrolíticos para la producción de aluminio existentes en la actualidad, emplean óxido de aluminio como una disolución en una sal doble de sodio y fluoruros de aluminio. Las desventajas de este sistema incluyen (1) el consumo de electrodos de carbón de alta pureza, por el componente de oxígeno del material de alimentación, a un régimen - que varía desde 0,2722 Kg a 0,454 Kg de carbón por 0,454 Kg de aluminio producido; (2) la baja eficiencia en tensión de la cuba del 35 al 45% que resulta, a partir de la adición de las - altas caídas de tensión a través del ánodo, el cual tiene que ir adaptándose al avance continuo, a través del revestimiento de carbón, que debe ser grueso para contener las altas temperaturas dentro de la cuba, a través del espacio libre polar, el cual debe ser grande para permitir un espacio entre la superficie metálica deformada del cátodo y el ánodo, siendo debida finalmente la baja eficiencia a los efectos de polarización, como resultado de la carga intermitente y a la variación de las composiciones del electrolito; (3) pérdidas de costoso electrolito;

20.-

25.-

30.-



lito por evaporización ocasionado por la construcción de la -
cuba con tapa abierta requerido por la necesidad de suministrar
intermitente y uniformemente alúmina sólida al electrólito; -

- (4) la severa corrosión y baja vida de la cuba, debido a la
5.- alta temperatura de la misma, de 950 a 1.000°C., y (5) una nota-
ble necesidad de mano de obra para la introducción del material
de alimentación a la cuba.

- En dicho proceso se tienen noticias de intentos para
producir aluminio, a partir de cloral anhidro, por la electro-
10.- lisis de un electrólito compuesto de cloral disuelto en cier-
tos haluros metálicos fundidos. Un cierto número de desventa-
jas han impedido la aceptación comercial de tales procesos. El
cloral es un sólido volátil que se sublima a 178°C. Aunque su
presión de vapor puede ser disminuida notablemente en baños de
15.- cloruro metálico alcalino fundido, el cloral se destila rápi-
damente a partir de tales baños al ser puestos en funcionamien-
to, o en el punto de fusión del aluminio (661°C). Como conse-
cuencia, estos procesos se llevan a cabo a temperaturas bajas
o bajo una presión efectiva. Las mezclas eutécticas de sal fun-
20.- dida de bajo punto de fusión, conteniendo cloral, tienen una -
conductividad eléctrica muy deficiente, especialmente por deba-
jo del punto de fusión del aluminio. A las temperaturas de tra-
bajo de tales procesos, las disoluciones fundidas de cloral son
corrosivas sobre el grafito y el carbón, los cuales son esen-
25.- cialmente los únicos materiales prácticos de ánodo que pueden
resistir el cloro producido. A temperaturas bajas, el aluminio
se deposita como un sólido mezclado con el electrólito, lo cual
es un inconveniente para separar los cristales del metal, sien-
do las tensiones de la cuba muy altas a las densidades reales
30.- de corriente. A altas temperaturas, las tensiones de la cuba



pueden ser reducidas, obteniéndose el metal líquido, pero el equipo presurizado es costoso y la corrosión es fuerte.

Nuestra invención en uno de sus aspectos busca el vencer estas desventajas de los procesos que utilizan electrolitos que contengan cloral, mientras que retiene las ventajas del cloral como material de alimentación, suministrando un proceso en el cual una pequeña cantidad, si la hay, de cloral, pueda estar presente en el electrólito.

De acuerdo con este aspecto de la invención, el proceso para la producción electrolítica de aluminio y de aleaciones de aluminio, comprende el tratamiento por electrolisis de una sal fundida como electrólito, conteniendo al menos un haluro metálico alcalino, empleando como cátodo un metal fundido o una aleación, el cual contenga en disolución un reductor metálico depositado desde el electrólito, y en contacto con el metal fundido o aleación, y el reductor metálico incluido, con una doble sal de cloral o con una disolución de cloral en una sal fundida.

Además de los haluros metálicos alcalinos, el electrólito puede contener uno o más haluros metálicos terrosos y/o haluros metálicos de tierras raras.

Preferiblemente, el cloral es puesto en contacto con el metal fundido o aleación, de tal forma que haya una cantidad despreciable de cloral penetrando en el compartimento de la electrolisis.

Más específicamente, la invención incluye un proceso para la producción de aluminio por electrolisis, el cual comprende el proceso electrolítico, en un compartimento de electrolisis o cuba, de un electrólito de sal fundida conteniendo un haluro metálico alcalino, siendo el cátodo



de aluminio fundido o de aleación de aluminio conteniendo un reductor metálico, depositado por el electrólito durante la electrolisis, transfiriendo el aluminio fundido o aleación de aluminio, así como el reductor hasta un compartimento del

5.- reactor o depósito, reaccionando el cloral con el reductor metálico en el mencionado compartimento o depósito, transfiriendo el producto de cloruro del reductor metálico hasta el compartimento de electrolisis o cuba, reutilizando el aluminio fundido, conteniendo una baja concentración del re-

10.- ductor metálico de vuelta al compartimento o cuba de electrolisis, y descargando el producto del metal fundido desde el compartimento o depósito del reactor.

De nuevo, el electrolito puede contener uno o más haluros terrosos alcalinos y/o haluros metálicos de tierras

15.- raras, además del haluro metálico alcalino.

De acuerdo con otro aspecto de la invención, una característica importante reside en la realización de la reacción entre el reductor metálico y el cloral con un estado de éste último en forma de vapor, en un compartimento o

20.- depósito, el cual debe ser distinto o estar separado del compartimento de electrolisis, de tal forma que poca o ninguna cantidad de cloral pueda entrar en el compartimento de la electrolisis, y consecuentemente con la posibilidad de su pérdida, con una contaminación del cloro producido en la

25.- electrolisis, y por el ataque por el cloral sobre el material del ánodo, estando todo lo anterior prevenido totalmente.

Preferiblemente, la reacción entre el reductor metálico y el cloral, se efectúa en un compartimento o depósi-

30.- to reactor de dos etapas, en el cual una fase de sal capaz



de absorber el cloral como una sal doble simultáneamente entra en contacto tanto el cloral como vapor y el aluminio conteniendo un reductor metálico. En este caso, tiene lugar una reacción entre el reductor y la sal doble de cloral, lo

5.- cual dá lugar a un descenso de la concentración de reductor en el aluminio. El aluminio de la primera etapa es reutilizado en el compartimento de la electrolisis, y la fase de sal conteniendo tanto el producto del cloruro del reductor, y el cloral en saturación como una sal doble o disolución,

10.- se pone en contacto en una segunda etapa, para reaccionar hasta la casi extinción, con aluminio recién fundido y el reductor, a partir del compartimento de electrolisis.

El aluminio de la segunda etapa, vuelve a pasar a la primera etapa, mientras que la fase de sal que contiene

15.- el producto del cloruro del reductor, ahora desprovista de cloral, se reutiliza en el compartimento de electrolisis.

Según una versión de la invención, una pequeña porción del electrólito puede ser empleada como fase de sal

20.- absorbente de cloral, siendo la porción del electrólito medida a tal régimen hacia la primera etapa, que se asegure que la fase de sal que abandona la segunda etapa contenga cantidades despreciables de cloral.

Dependiendo del grado en el cual se desee reducir el contenido de reductor del metal que se reutilice hacia el

25.- compartimento de electrolisis o cuba, pueden emplearse dos o más etapas de contacto, siendo en todos los casos solamente el cloral dirigido hacia la primera etapa. La reacción de contracorriente en dos o más etapas, entre el reductor electro-depositado en el aluminio reutilizado, y la sal doble de

30.- cloral, garantiza que la fase de la sal que deja el reactor,



que es reutilizada hacia el compartimento de electrolisis, esté esencialmente libre de cloral, estando por último en contacto con un exceso de reductor. El aluminio de retorno a la primera etapa tiene entonces todavía un contenido suficiente de reductor para una reacción posterior en esta etapa.

En la primera etapa, la fase de sal se encuentra continuamente en contacto con el vapor de cloral, absorbiéndolo con la misma velocidad que la porción de cloral de la sal doble reacciona con el reductor en exceso. Así pues, la fase de sal abandona la primera etapa hacia las últimas etapas todavía con un contenido de cloral a extraer, por medio del reductor entrante. La cantidad de cloral reaccionada en total será equivalente con la cantidad de reductor extraído en el reactor, en primer lugar porque habrá una cantidad de reductor en la primera etapa para reaccionar con el vapor de cloral que se esté introduciendo, y en segundo lugar porque el reductor presente en la segunda etapa reaccionará con el cloral (presente como una sal doble) hasta la total o casi extinción. Esto se asegura midiendo el electrólito fresco en la primera etapa, a un régimen adecuado, cuando el reductor sea un metal terroso alcalino. Si se emplea un metal alcalino como reductor, no es necesario pasar una porción del electrólito a través del sistema del reactor, ya que el producto del cloruro forma la sal doble necesaria con cloral, autoajustándose los flujos de las corrientes.

Cuando se satisfaga los requisitos en cantidades anteriores, existirá algún exceso de reductor en la primera etapa para reaccionar con el cloral en la sal doble presen-



te. El vapor de cloral posterior puede entonces ser absorbido por la sal doble.

La totalidad de la cantidad de vapor de cloral absorbido por la sal doble, debe ser perfectamente igual

- 5.- a la cantidad de reductor reaccionado de aluminio, el cual es la cantidad de reductor producido en el compartimento de la electrolisis. Por tanto, para la verificación con éxito del proceso de la invención, no es necesario que la corriente de electrolisis y el regimen de entrada del vapor de cloral, estén en continua y exacta sincronización.
- 10.- El sistema puede solamente absorber vapor de cloral tan rápidamente como reaccione, es decir, tan rápidamente como se produzca el reductor y se lleve al reactor, pudiendo ser adaptado rápidamente al control automático de la entrada de
- 15.- vapor de cloral.

En el caso de un reductor de metal alcalino, el cloral no puede entrar en el compartimento de electrolisis en cualquier cantidad apreciable. El cloral puede dejar solamente la primera etapa del reactor, como una doble sal,

- 20.- y ésto puede ser solamente producido si el reductor se hace reaccionar con el cloruro en esta etapa. Se desprende que un exceso de reductor deberá siempre existir en las últimas etapas, el cual pueda ser capaz de reaccionar totalmente todo el cloral de la sal doble. En el caso de que
- 25.- se gradue un electrolito reductor metálico terroso alcalino, en la primera etapa para formar una sal doble con el cloral, la cantidad medida será tal que responda a los requisitos anteriores.

- En ambos casos, no solamente se evitarán las pérdidas de cloral a través del compartimento de electrolisis
- 30.-



totalmente, sino que adicionalmente la contaminación del subproducto halógeno y el ataque por el cloral sobre el ánodo, se previenen o son de un grado despreciable.

- El cátodo metálico deberá ser de metal o de aleación, el cual debe estar fundido dentro de la gama de temperatura requerida, y debe ser un disolvente suficientemente bueno para el reductor metálico empleado, siendo insensible a la reacción con el cloral. Se emplea con preferencia el aluminio o una aleación del mismo. Una característica preferida de la invención, es el empleo, como componentes del electrolito de sal fundido, de un haluro de metal alcalino o mezcla de un metal alcalino y haluros de metal terroso alcalino.
- 5.-
10.-

- La composición del electrolito fundido, deberá ser con preferencia de tal naturaleza, que el metal o metales depositados en el cátodo durante la electrolisis (es decir, el reductor metálico) tenga una solubilidad adecuada en el cátodo metálico fundido (por ejemplo, en aluminio fundido o aleación de aluminio), baja solubilidad en la fase salina, y al ser disuelto en el metal fundido del cátodo que tenga suficiente poder de reacción para la reducción del vapor de cloral.
- 15.-
20.-

- Como se ha indicado previamente, el reductor metálico es transferido al compartimento del reactor, distinto del compartimento de la electrolisis, en el cual tiene lugar la reacción química entre el reductor metálico y la sal doble de cloral. Mediante esta disposición, llega a ser posible el controlar la cantidad de reductor hasta cualquier nivel deseado considerado necesario, para garantizar el grado requerido de reacción. Contrariamente a lo que podría espe-
- 25.-
30.-



rarse, hemos encontrado que las sales dobles de cloral reducirán el contenido de magnesio de una aleación de magnesio-aluminio, a valores extremadamente pequeños (por ejemplo, el 0,005%) con alto rendimiento, y de aquí que el mag-

5.- nesio, por responder plenamente a los anteriores requisitos sea el reductor metálico preferido.

Un requisito posterior del electrólito fundido es el que debe de contener una sal capaz de formar un complejo de sal compuesta con el cloral, bajo la temperatura y condiciones del reactor. Los haluros de metales alcalinos responden a este requisito de una forma satisfactoria, constituyendo con preferencia el sodio o el cloruro potásico un componente al menos del electrólito.

10.- Sin embargo, la invención también incluye el empleo de otros metales terrosos alcalinos (por ejemplo, el calcio) y litio como el reductor metálico, y el uso de otros haluros de metal terroso alcalino o haluros de metal alcalino, y en particular mezclas especiales de los mismos, como componentes de los electrólitos de sal fundidos.

15.- El cloruro de magnesio y otros metales terrosos alcalinos, se emplean como elementos adicionales con los haluros de sodio, potasio u otros metales alcalinos. Como recurso de un agente tanto reductor como ingrediente, pueden usarse los cloruros alcalinos solos o en mezcla con ellos mismos.

20.- Pueden añadirse otros metales alcalinos u otros haluros de metal alcalino terroso, específicamente los cloruros y/o fluoruros, dentro de las limitaciones impuestas anteriormente, para modificar y mejorar las propiedades del electrólito.

25.-
30.-



En el proceso preferido de la invención, la sal fundida que comprenderá:

- a) cloruro de magnesio mezclado con haluros de sodio y/o potasio,
- 5.- b) cloruro de litio sólo o mezclado con haluros de sodio y/o potasio,

se trata por electrolisis en un compartimiento de la misma, empleando un ánodo condicional de grafito o carbón, y un cátodo de aluminio fundido, siendo las densidades rela-

- 10.- tivas de las fases líquidas tales que el cátodo fundido permanezca como fase discreta en el fondo de la cuba electrolítica. Bajo tales condiciones, el cloro puro se desprende en el ánodo, y las cantidades correspondientes de reductor se disuelven en el cátodo de aluminio.

- 15.- El aluminio más el metal reductor formado es transferido a un segundo compartimiento separado, en donde se hace reaccionar en contracorriente con la sal doble de cloral, en condiciones de una alta eficiencia, aunque no necesariamente del 100%. El aluminio o aleación del mismo
- 20.- separado en el reductor, se recoge en el equipo adecuado de recogida, a partir del cual o bien se reutiliza en el compartimiento de electrolisis para mantener el metal del cátodo al nivel deseado, o bien se extrae, según se desee.

- 25.- La temperatura a la cual se llevan a cabo los procesos de electrolisis y de reducción, se mantiene preferiblemente a 10-100°C por encima del punto de fusión del electrolito, o siguiendo el proceso de reducción el metal del cátodo o la fase de sal, cualesquiera sea el más alto.

- 30.- Una característica posterior de una disposición de la invención, reside en el cierre del compartimento del



- reactor de tal forma que la contrapresión en el espacio del vapor o gas, se emplee para controlar el régimen de la adición de cloral, con preferencia, el compartimento del reactor se cierra totalmente a la fase de gas, de tal forma que
- 5.- si se suministra un exceso de cloral, se acumula como un gas, elevando la presión dentro del compartimento. Si el suministro de cloral a este compartimento es solamente de baja presión, entonces la presión acumulada en el compartimento retarda o detiene el flujo del cloral en el interior del compartimento,
- 10.- continuando este estado hasta que se consuma una cantidad suficiente del exceso de vapor del cloral, por el reductor nuevo contenido en el metal líquido recibido desde la cuba electrolítica, para la reducción de la contrapresión, dejando libre el flujo. Lo anterior es una característica
- 15.- valiosa, ya que al ir suministrando el flujo de cloral, se controla automáticamente de acuerdo con la demanda.

- Mientras que el método normal de la fabricación de la aleación, sería el añadir el elemento de aleación directamente a la corriente del metal, en la mayor parte de los
- 20.- casos, cuando un elemento de aleación forma un cloruro volátil, la aleación puede producirse introduciendo el cloruro del elemento adicionalmente al cloral, dentro del compartimento del reactor, a un régimen adecuado.

- El proceso de esta invención tiene un número de
- 25.- ventajas sobre los procesos existentes, para la producción por electrolisis del aluminio. No consume virtualmente carbón, produce continuamente aluminio a un alto régimen de rendimientos de corriente, y permite el trabajo a temperaturas por encima del punto de fusión del aluminio, y sin embargo, notablemente
- 30.- por debajo de los empleados en la tecnología corriente



de extracción de aluminio. Por el empleo de cloral gaseoso, puede introducirse una alimentación de alta pureza, empleándose una construcción cerrada de la cuba, con las consiguientes ventajas para el operario.

- 5.- Se derivan importantes ventajas a partir de la introducción de cloral gaseoso en un compartimento separado al de la electrolisis, haciendo posible la selección amplia de los electrolitos de la cuba, pudiendo emplearse una composición que proporcione una alta conductividad con una densidad específica baja. Como consecuencia de lo anterior, son posibles altas densidades de corriente, se puede usar un espacio menor del electrodo, reduciendo al mínimo la caída de tensión a través del electrólito. Pueden emplearse ánodos fijos de diseño óptimo, con una caída de tensión baja a través de los mismos. De igual forma, pueden ser mejorados los conectores de cátodo, para reducir la caída de tensión en este punto. Los diseños de la cuba son posibles para fijarse a control automático, reduciéndose al mínimo la mano de obra diaria y los requisitos de supervisión.
- 10.-
- 15.-
- 20.- Puesto que los compuestos de aluminio no son tratados directamente en la electrolisis, ya que se deposita un reductor metálico como una disolución en una corriente de flujo de aluminio o de aleación del mismo, las problemas tales como el del sobrepotencial del cátodo y la formación de capas de óxidos, se reducen notablemente, siendo posibles altos rendimientos de tensión y de corriente. Por la reutilización del aluminio a un regimen suficiente, para garantizar que la disolución del reductor en el cátodo fundido sea diluida relativamente, las altas tensiones requeridas para la descomposición de la sal reductora en el electro-
- 25.-
- 30.-



lito, más que en el cloral, se encuentran compensadas notablemente por la actividad reductora del reductor disuelto en el cátodo fundido.

- Hemos determinado que en realidad todo el aluminio presente originalmente en la mezcla de sal fundida, puede ser extraído por el empleo solamente de un pequeño exceso de reductor metálico. También hemos determinado que el uso de un pequeño exceso de cloruro de aluminio en una sal fundida, puede extraer el metal reductor del producto metálico.
- 5.-
10.-

Los ejemplos de la operación del proceso de esta invención, son como sigue a continuación:

EJEMPLO I

- Un electrólito de sal fundida formada por el 20% en peso de cloruro de magnesio, 40% en peso de cloruro de litio y el 40% en peso de cloruro de sodio, fué tratada a electrolisis a la temperatura de 670° - 700°C, en una cuba revestida de alúmina, equipada con una barra vertical de carbón como ánodo, teniendo un depósito de aluminio de graduación comercial como cátodo. El espacio interpolar fué de 18,03 mm., la densidad de corriente de 1080 amperios por 929 cm², y la tensión total de 3,2 a 3,4 voltios.
- 15.-
20.-

- Después de una hora de tratamiento de electrolisis, el contenido de cloruro de magnesio fué recargado al 25%, añadiendo cloruro de magnesio fundido adicional. Entonces continuo la electrolisis por un periodo posterior de una hora, después de la cual el producto metálico de aluminio se extrajo, y según un análisis se halló que contenía 3,97% en peso de magnesio metálico.
- 25.-

- 30.-



EJEMPLO II

Se calentaron 85 gramos de lingote de magnesio en un crisol de alumina fundida 20,32 cm x 7,61 cm de diametro), a 700°C, dentro de una atmósfera de argon en un crisol de 5.- acero, una sal doble de cloruros de aluminio y sodio (74,8% de cloruro de aluminio) fué preparada mediante la absorción de cloral gaseoso en cloruro de aluminio sódico fundido. Según se requería se añadieron los terrones de la sal doble así preparada al metal fundido, para mantener la temperatura 10.- en la gama de 750°C á 800°C, hasta que hubieron añadido un total de 592 gramos, de la sal doble, agitando continuamente con un agitador de tantalio. Después de enfriarse, las fases salinas sólidas y las metálicas fueron separadas mecánicamente y analizadas. El contenido de magnesio de la fase metálica 15.- de aluminio fué menor del 0,004%. El contenido de cloruro de aluminio de la fase salina varió de 16,6% a 20%.

EJEMPLO III

Se calentaron 527,5 gramos de una aleación de aluminio-magnesio (90,4% de magnesio) a 700°C, según se ha descrito 20.- en el ejemplo 2, después de lo cual se añadió progresivamente y agitando 289 gramos de una sal doble de sodio y cloruros de aluminio (73,7% de cloruro de aluminio, preparado como en el ejemplo 2. Después de dejar enfriar, y de separar las dos fases, se obtuvieron 517,5 gramos de aluminio, con un 25.- contenido de magnesio de 0,004 a 0,04%; los 274 gramos de la fase salina contenían de 3,1 a 3,7% de cloruro de aluminio.

Los ejemplos 2 y 3 precedentes demuestran la efectividad de esta invención en la producción por cargas intermitentes de aluminio. Existen ventajas en la realización del 30.- proceso de una manera continua. Esto puede disponerse rápi-



damente, empleando el procedimiento general de flujo de contracorriente en contactores diseñados debidamente.

- En un método de operación del proceso continuo, el metal reductor, magnesio, se suministra a un régimen conocido dentro de la sección superior de un reactor vertical,
- 5.- conteniendo aluminio fundido y cloruro de sodio fundido. El cloruro de aluminio gaseoso se suministra a presión en la parte superior del reactor, a un régimen estequiométrico equivalente al del magnesio. El metal producto se extrae
- 10.- desde la base del reactor, al régimen correspondiente, mientras que el cloruro de magnesio rebosa por un aliviadero en la parte superior del reactor, pudiéndose derivarse hasta una célula electrolítica para la regeneración del magnesio y del cloro.
- 15.- Para facilitar las reacciones químicas, los contenidos del reactor se agitan continuamente.
- Para reducir al mínimo el efecto de las fluctuaciones en el régimen de flujo de los componentes de reacción, se encontró conveniente mantener una reserva de magnesio en la fase principal metálica, siendo esta sección
- 20.- recirculada desde un punto a corta distancia por encima del punto de purga del producto. El magnesio de relleno puede ser añadido al sistema, como una aleación o metal puro que puede mezclarse dentro de la corriente de recirculación.
- 25.- Hemos encontrado que el cloruro de aluminio, aún con mezcla fundida con otros diversos cloruros, reacciona con metales suficientemente electropositivos, en un alto rendimiento, produciendo aluminio fundido, conteniendo en caso de desearlo solamente cantidades mínimas del reductor
- 30.- metálico.



Sin embargo, hemos demostrado que la posición de equilibrio en esta reacción es tal que en realidad todo el cloruro de aluminio presente originariamente en la mezcla de sal fundida, puede ser extraído por el empleo de solamente un pequeño exceso de reductor metálico. También hemos hallado y mostrado que el empleo de un pequeño exceso de cloruro de aluminio en una sal fundida, extraerá el metal reductor del producto metálico.

La forma del aparato para llevar a cabo la invención, la cual se muestra esquemáticamente en los dibujos adjuntos, se describirá a continuación. Estos dibujos y la descripción de los mismos, son con fin ilustrativo solamente, no considerándose en forma alguna como limitación de la invención. En los dibujos se emplean los mismos números de referencias, para las piezas iguales o correspondientes.

En los dibujos:

La Figura 1 es una vista en alzado seccionada del aparato, para la producción por electrolisis de aluminio.

La Figura 2 es una vista seccionada según la línea 2-2 de la Figura 1; y

La Figura 3 es una vista seccionada en planta tomada sobre la línea 3-3 de la Figura 1.

El aparato indicado en general por 1 está provisto con una protección exterior 2, la cual está aislada térmicamente por el revestimiento 3. Un revestimiento interno 4 de grafito y/o carbón, contiene los componentes del aparato y lleva la corriente desde los conectores 6 hasta el líquido catódico en forma de capa metálica 7. Los lados del compartimento de electrolisis o cuba 11, están aislados eléctricamente por un revestimiento refractario 5.



El aparato 1 está dividido internamente por la pared 8 de grafito y/o carbón, y por la pared refractaria 9 de grafito y/o carbón, en cinco compartimentos, a saber: el compartimento de electrolisis 11, el compartimento de la bomba 12, el compartimento o cuba 13 del reactor de primera etapa, el compartimento o cuba 14 del reactor de la segunda etapa, y el colector 15 de almacenamiento del producto de metal.

El compartimento 11 de electrolisis contiene un electrólito 16 de sal fundida, la cual tiene una densidad específica más inferior que la de la capa 7 de metal catódica inferior. Los ánodos 17, 18, preferiblemente de grafito o carbón están situados dentro del electrólito 16 y están fijados a la tapa 19, estando indicada la conexión del ánodo por el número 20. La superficie inferior de la tapa 19 no protegida por los ánodos 17 y 18, está revestida con bloque refractario 21.

Una salida de gas cloro 22 está situada a través de la tapa 19 y el bloque 21, comunicando con el espacio de por encima del electrólito 16. La corriente continua está suministrada por los conectores 16 y 20. Existe una tapa 23 en los compartimentos del reactor de la primera y segunda etapas, el compartimento de la bomba y el colector de almacenamiento del metal del producto. Se emplean revestimientos de bloque refractario 24 para proteger la superficie inferior de la tapa 23. Las tapas 19 y 23 están selladas y estancas al gas. El revestimiento de bloque refractario 25 protege las paredes de los compartimentos del reactor 13 y 14.

Un par de ejes verticales 26 movidos por motores (no mostrados) se extienden a través de los casquillos 27



en la tapa 23, estando equipados con rotores de paletas 28 con revestimientos refractarios, los cuales poseen cuchillas inclinadas adaptadas para difundir hacia arriba el metal líquido 7, el cual penetra en el primer y segunda compartimen-
5.- tos 13 y 14 de las etapas primera y segunda respectivamente, desde el compartimento de electrolisis 11 a través del conducto 29, el cual está situado a un nivel tal que la superficie de contacto entre la capa de metal catódico 7 y el electrólito 16, pasa a través del mismo. Un conducto similar 30 para
10.- el metal catódico y el electrolito, se extiende entre el compartimento de electrolisis 11 y el compartimento de la bomba 12.

Está provisto un tabique o placa deflectora 31 en el compartimento de electrolisis 11, extendiéndose desde el extremo del mencionado compartimento que está más próximo al compartimento de la bomba 12, hasta un punto situado a corta distancia desde el extremo opuesto del compartimento 11. El tabique
15.- o placa deflectora 31 forma un depósito 32 entre el mismo y la pared adyacente del compartimento 11. El conducto 30 se comunica con un extremo del depósito 32. Un tabique o rebosadero 33
20.- entre el compartimento de la bomba 12 y el colector 15 de almacenamiento de metal del producto, controla el nivel del metal a través de toda la instalación. Esta provisto un conducto con pendiente hacia abajo 34, en el fondo del colector 15, para la purga periódica del aluminio, siendo la salida del conducto 34
25.- cerrada normalmente por un tapón extraíble 35.

Un conducto 36, a través del cual pasa la superficie de contacto del metal del cátodo y el electrolito, permite el flujo del electrolito desde el compartimento 13 de la primera etapa del reactor, al compartimento 14 de la segunda etapa
30.- del reactor, permitiendo el flujo del metal catódico en la



- dirección opuesta. La corriente del metal está controlada por el saliente 37, el cual está situado en el interior del compartimento 14 de la segunda etapa del reactor, y se eleva por encima de la superficie de contacto del metal catódico y del electrolito. El metal se suministra a la segunda etapa desde la primera etapa, siendo lanzado contra la pared divisora por el rotor 28, corriendo después dentro del saliente 37 y a través del conducto 36. Está provisto un pasaje 38 de salida del metal, para permitir el flujo de dicho metal desde el compartimento 13 de la primera etapa del reactor, hasta el compartimento de la bomba 12, estando este pasaje situado por debajo de la superficie del metal. El compartimento de la bomba 12 está provisto de una bomba dosificadora de electrolito 39, del tipo de desplazamiento de gas, adaptada para el suministro del electrolito 16 que entra en el compartimento de la bomba 12, a través del conducto 30, a un regimen controlado, cuando así se requiera, a través del conducto 40 hasta el compartimento 13 de la primera etapa del reactor. El vapor de cloral se suministra a través de la tubería principal de suministro 41, y de las tuberías refractarias burbujeadoras 42, las cuales se extienden hacia abajo a través de la tapa 23 en el interior del compartimento 13 de la primera etapa del reactor, terminando por encima de la superficie del electrolito.
- 5.-
- 10.-
- 15.-
- 20.-
- 25.- Como ilustración del proceso, la cuba está rellena con suficiente aluminio fundido o aleación del mismo 7 para cubrir el fondo del compartimento de electrolisis 11, dando un buen contacto eléctrico con el revestimiento 4. Se añade un reductor metálico, por ejemplo magnesio, y después suficiente
- 30.- electrolito fundido 15 se vierte sobre la cuba para cubrir el



punto inferior de los ánodos 17 y 18. El electrolito fundido comprende un haluro de metal alcalino, pudiendo también incluir una variedad de haluros metálicos terrosos alcalinos, y haluros metálicos de tierras raras. Con preferencia contendrá cloruro de sodio.

5.- La fuente de corriente continua se conecta a la cuba, teniendo lugar la electrolisis del electrolito 16 en el compartimento de electrolisis 11, depositándose el reductor metálico, por ejemplo magnesio, en la capa catódica 7, penetrando el reductor metálico dentro del aluminio fundido en disolución. Después de un espacio adecuado de tiempo, se hacen arrancar la bomba dosificadora de electrolito 39, y los rotores 28, para hacer circular el electrolito en sentido de las agujas del reloj a través de la cuba, tal como se ve en la Figura 3, y para hacer circular el metal fundido en sentido contrario a las agujas del reloj, tal como se observa en la misma figura .

10.- Cuando el metal fundido está circulando a través de los compartimentos 13 y 14 de la primera y segunda etapas del reactor, se suministra el vapor de cloral desde la tubería principal 41, a través de la tubería 42, dentro de la atmósfera por encima del electrolito en el compartimento 13 de la primera etapa del reactor. La presión del cloral en la tubería principal 14 se mantiene en un valor real pequeño y constante. Esto fuerza al vapor a entrar en la cámara del reactor 13, hasta un momento en que la presión establecida en el espacio del gas de la cámara es suficiente para detener el flujo del vapor. Cuando esta presión desciende por la reacción posterior del vapor del cloral en el espacio del gas, con el electrolito, se continuará el suministro de



cloral desde la tubería principal 14. El cloral forma una sal doble con el electrólito, por ejemplo, si el electrolito es cloruro de sodio, se formará el cloruro de aluminio y sodio.

- El electrolito que fluye desde el compartimento 13
- 5.- de la primera etapa del reactor, hacia el compartimento 14 de la segunda etapa, a través del conducto 36, está compuesto de una sal doble, por ejemplo, cloruro de sodio y aluminio, y de una proporción de cloruro del reductor metálico, por ejemplo, cloruro de magnesio.
- 10.- El metal fundido formado de aluminio o aleación del mismo, y del reductor metálico, por ejemplo, magnesio, penetra en el compartimento 14 de la segunda etapa del reactor, desde el compartimento de la electrolisis 11, a través del conducto 29. En este compartimento la concentración del reductor en el
- 15.- aluminio, es rebajada, por la reacción entre el reductor y la sal doble. Por ejemplo, el cloruro de sodio y aluminio reacciona con el magnesio, para producir cloruro de sodio y cloruro de magnesio, el cual es reutilizado a través del conducto 29, hasta el compartimento de electrolisis 11, en donde se
- 20.- verifica la electrolisis del cloruro de magnesio, siendo descargado el cloro a través de la salida 22, y el magnesio entra en disolución con el aluminio en el revestimiento del cátodo. El cloruro de sodio es reutilizado en el ciclo hasta el compartimento 13 de la primera etapa del reactor, por medio de
- 25.- la bomba dosificadora 39, en donde absorbe cloral, según lo descrito anteriormente para formar el cloruro de aluminio y sodio, en forma de sal doble.

- La sal doble reacciona con el reductor metálico residual, en la fase fundida, para producir el cloruro del
- 30.- reductor metálico descrito anteriormente, formado en una



proporción del electrólito circulado desde el compartimento 13 de la primera etapa del reactor hasta el compartimento 14 de la segunda etapa del mismo.

La extracción del reductor residual permite perfectamente que el aluminio puro circular a través del conducto 38, compartimento de la bomba 12 y conducto 30, hasta el compartimento de electrolisis 11. El aluminio en exceso rebosa el aliviadero 33 dentro del colector 15 de almacenamiento del metal, el cual se purgará de vez en cuando, por medio de la extracción del tapón 35.

N O T A

La Patente de Invención, que se solicita por veinte años, para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCESO Y APARATO PARA LA PRODUCCION DE ALUMINIO Y SUS ALEACIONES", Con Prioridad de las Demandas de Patentes en Australia números 63.759/65, de fecha 8 de Septiembre de 1965 y 10.290/66, de fecha 29 de Agosto de 1966, según las características esenciales de las siguientes:

R E I V I N D I C A C I O N E S

1ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, el cual comprende la reacción de un reductor metálico con una sal doble de cloral.

2ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicación 1ª, en el cual el reductor metálico es el magnesio.

3ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicación 1ª, en el cual el reductor metálico es el litio.

4ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones 1ª á 3ª, en el cual la



sal doble incluye el cloruro de sodio.

5ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones 1ª á 4ª, en el cual la sal doble incluye el cloruro de potasio.

5.- 6ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones 1ª á 5ª, en el cual el reductor metálico está aleado con aluminio.

10.- 7ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, el cual comprende el proceso por electrólisis de un electrólito fundido de sal, conteniendo al menos un haluro de metal alcalino, empleando como cátodo un metal fundido o aleación, el cual contiene en disolución un reductor metálico depositado a partir del electrolito, y haciendo poner en contacto el metal fundido o aleación y el reductor metálico contenido, con una sal doble de cloral.

15.- 8ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones anteriores, en el cual el cloral se pone en contacto con el metal fundido o aleación, de tal forma que una cantidad despreciable de cloral entra en el compartimento de la electrolisis.

20.- 9ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones anteriores, el cual comprende el proceso de electrolisis en un compartimento de electrolisis o cuba, de un electrólito de sal fundida, conteniendo al menos un haluro de metal alcalino, siendo el cátodo aluminio fundido y aleación de aluminio, conteniendo un reductor metálico depositado a partir del electrolito por electrolisis, transfiriendo el aluminio fundido o aleación del mismo, y el reductor, a un compartimento o depósito del reactor, reaccionando una sal doble de cloral con el reductor



metálico en el compartimento del reactor o depósito, transfiriendo el cloral del reductor metálico al compartimento de electrolisis o cuba, reutilizando el aluminio fundido conteniendo una concentración más baja del reductor metálico de

5.- vuelta al compartimento de electrolisis o cuba, y descargando el metal fundido desde el compartimento reactor o cuba.

10.- 10ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones 7ª á 9ª, en el cual el electrolito contiene al menos uno de los grupos formados por haluros de metal alcalino de metal terroso y haluros de metal de tierras raras.

15.- 11ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones 7ª á 10ª, en el cual la reacción entre el reductor metálico y la sal doble de cloral, se efectúa en un compartimento o cuba reactiva de dos etapas.

20.- 12ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones 9ª á 11ª, en el cual el cloral en forma de vapor es puesto en contacto en el compartimento del reactor o cuba, con una fase de sal capaz de absorber el cloral como una sal doble.

25.- 13ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones anteriores, el cual comprende el proceso por electrolisis en el compartimento de electrolisis o cuba, de una sal fundida como electrolito, conteniendo al menos un haluro de metal alcalino, y al menos un haluro seleccionado del grupo consistente de haluros de metal alcalino terroso, y de haluros de metal de tierras raras, siendo el cátodo aluminio fundido o aleación de aluminio, conteniendo un reductor de metal depositado a partir del electrolito por electrolisis, transfiriendo el aluminio

30.-



- fundido o aleación de aluminio, reductor y electrólito como una fase de sal doble al compartimento del reactor o cuba, reaccionando el cloral con la sal fundida, para producir una sal doble, y reaccionando la doble sal con el reductor metálico, en el compartimento reactor o cuba para producir el
- 5.- producto cloral del reductor metálico, transfiriendo el cloral del reductor metálico al compartimento de electrolisis o célula, reutilizando el aluminio fundido, conteniendo una concentración más inferior de reductor metálico de vuelta al
- 10.- compartimento de electrolisis o célula, y descargando el producto del metal fundido desde el compartimento reactor o cuba.
- 14a.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, de acuerdo con la reivindicación 13a, en el cual el cloral se suministra a la primera etapa de un compartimen-
- 15.- to reactor de dos etapas o cuba, siendo reutilizado el aluminio o aleación de aluminio desde la primera etapa al compartimento de electrolisis, conteniendo la fase de sal tanto el producto cloral del reductor como la doble sal que se suministra a la segunda etapa, para reaccionar con aluminio nuevo
- 20.- fundido o aleación de aluminio, y con el reductor del compartimento de electrolisis.
- 15a.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicación 11a, en el cual el electrolito y el metal fundido se transfieren desde el compartimento
- 25.- de electrolisis o célula al compartimento del reactor o cuba en un flujo de contracorriente, siendo suministrado el cloral a la primera etapa del compartimento del reactor, y el electrolito inicialmente enviado a la primera etapa del compartimento del reactor, y de aquí a la segunda etapa del compartimen-
- 30.- to del reactor, siendo enviado inicialmente el metal fundido



a la segunda etapa del compartimento del reactor y de aquí a la primera etapa del compartimento del reactor.

5.- 16ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicación 14ª, en el que la fase de sal conteniendo el cloral del reductor y totalmente desprovisto de cloral en la segunda etapa, es reutilizado en el compartimento de electrolisis.

10.- 17ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones 7ª á 16ª, en el que el cloral está a presión en el compartimento o cuba del reactor.

18ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según cualquiera de las reivindicaciones 7ª á 17ª, en el que el reductor metálico es magnesio.

15.- 19ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según cualquiera de las reivindicaciones 7ª a 17ª, en el que el reductor metálico es litio.

20.- 20ª.- Proceso para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones 7ª a 17ª, en el que el metal fundido en el compartimento del reactor o cuba está agitado.

25.- 21ª.- Aparato para la producción de aluminio y sus aleaciones, comprendiendo un compartimento electrolítico o célula adaptada para contener un electrólito de sal fundida, y un cátodo de metal fundido, el cual incluye un reductor metálico; un compartimento reactor o cuba; los medios para transferir el metal fundido y el reductor metálico contenido, desde el compartimento de electrolisis o célula, hasta el compartimento reactor o cuba; los medios para transferir el electrólito desde el compartimento de electrolisis o cé-

30.-



lula hasta el compartimento reactor o cuba; los medios para el suministro de vapor de cloral al compartimento reactor o cuba, para poner en contacto el mencionado electrólito en el mismo; los medios para recircular el metal fundido junto con

5.- el reductor metálico no reaccionado de vuelta al compartimento de electrólisis o célula; y los medios para la descarga del aluminio o aleación de aluminio del compartimento del reactor.

22ª.- Aparato para la producción de aluminio y sus

10.- aleaciones, según la reivindicación 17ª, en el cual el cloral es suministrado al compartimento reactor o cuba por encima del nivel de la superficie del electrólito.

23ª.- Aparato para la producción de aluminio y sus aleaciones, según reivindicaciones 21ª ó 22ª, en el que los

15.- medios para la transferencia del electrólito desde el compartimento de electrólisis o célula, al compartimento reactor o cuba, incluyen una bomba dosificadora.

24ª.- Aparato para la producción de aluminio y sus aleaciones, según cualquiera de las reivindicaciones 21ª á

20.- 23ª, incluyendo los medios para agitar el metal fundido en el compartimento del reactor o cuba.

25ª.- Aparato para la producción de aluminio y sus aleaciones, según cualquiera de las reivindicaciones 21ª á 24ª, en el que el compartimento reactor o cuba, incluye dos

25.- etapas o secciones.

26ª.- Aparato para la producción de aluminio y sus aleaciones, según cualquiera de las reivindicaciones 21ª á 25ª, en el que el compartimento reactor o cuba está cerrado para mantener el vapor de cloral a presión dentro del

30.- mismo.



27ª.- Aparato para la producción de aluminio y sus aleaciones, según cualquiera de las reivindicaciones 21ª á 25ª, teniendo un primer conducto que pone en comunicación el compartimento de electrolisis o célula con la segunda 5.- etapa del compartimento reactor o cuba, y en el cual la superficie de contacto entre el electrólito de sal fundida y el metal fundido catódico, pasa a través del mencionado conducto.

28ª.- Aparato para la producción de aluminio y sus 10.- aleaciones, de acuerdo con la reivindicación 27ª, que incluye un conducto que pone en contacto la primera y segunda etapas del compartimento reactor o cuba, y en donde la superficie de contacto entre el electrólito de sal fundida y el cátodo de metal fundido pasa a través del mencionado conducto.

15.- 29ª.- Aparato para la producción de aluminio y sus aleaciones, de acuerdo con la reivindicación 27ª, o 28ª, que incluye un tercer conducto situado por debajo de la superficie del metal en la primera etapa del compartimento reactor o cuba, y que pone en contacto el compartimento reactor o cuba, con un conducto de retorno al compartimento de electrolisis. 20.-

30ª.- PROCESO Y APARATO PARA LA PRODUCCION DE ALUMINIO Y SUS ALEACIONES.

*Según queda sustancialmente descrito en la presen-

.../...



te memoria, que consta de treinta y una hojas, escritas a máquina por una sola cara y dibujos.

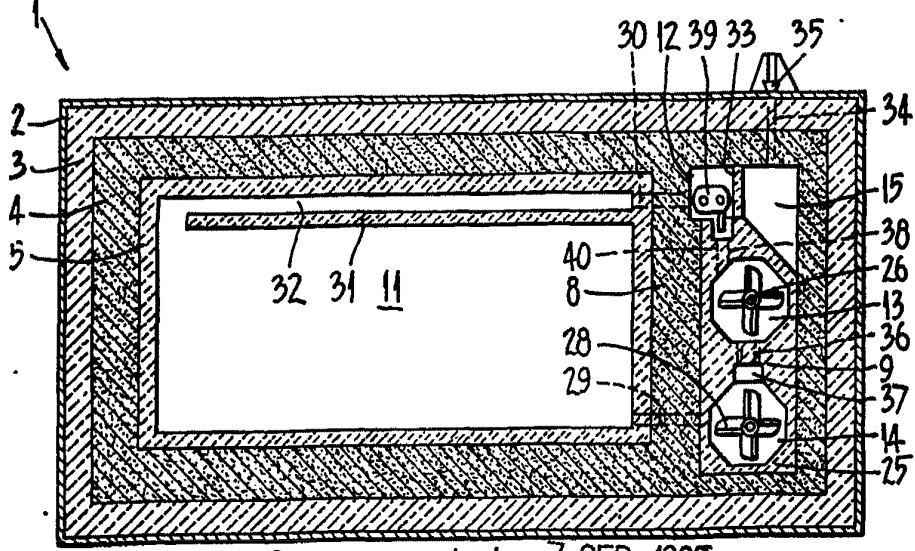
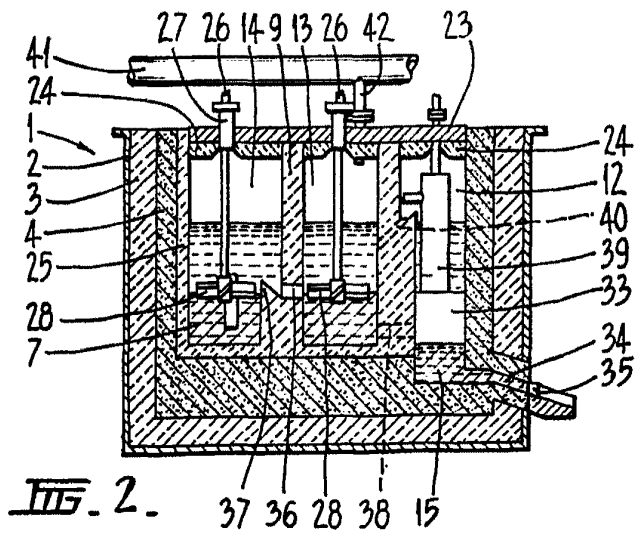
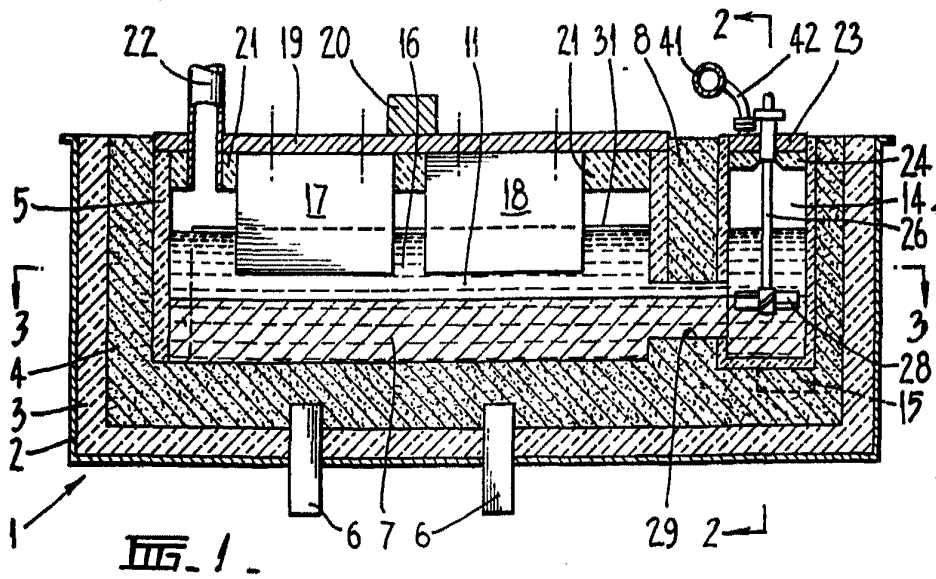
Madrid, 7 de Septiembre de 1966

CONZINC RIOTINTO OF AUSTRALIA LIMITED y

COMMONWEALTH SCIENTIFIC AND INDUSTRIAL
RESEARCH ORGANIZATION

P. P.

FRANCISCO GARCIA GARRIDO
P. P.



ESCALA VARIABLE

Madrid, 7 SEP. 1966

CONZINC RIOTINTO OF AUSTRALIA LIMITED
 COMMONWEALTH SCIENTIFIC AND INDUSTRIAL RESEARCH ORGANIZATION

P.A.

Handwritten signature