

34209

P-35.100

AJH/2310



Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de ALUMINIUM LABORATORIES LIMITED

entidad / de nacionalidad canadiense

con domicilio en 1, Place Ville Marie, Montreal, Quebec,
Canadá.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR TRICLORURO DE ALUMI-
NIO GASEOSO DE IMPURIZAS DE CLORURO DE CALCIO Y MAGNESIO"

ANULA
LA EXISTENCIA
COPIAS Y CERTIFICACIONES



Este invento se refiere a la eliminación de impurezas desde tricloruro de aluminio gaseoso, y más específicamente a procedimientos y aparatos para eliminar cloruro de calcio y cloruro de magnesio de corrientes gaseosas de tricloruro de aluminio, particularmente corrientes circulantes de tricloruro de aluminio gaseoso empleadas en el procedimiento de destilación de subhalogenuro de aluminio.

En el procedimiento de destilación de subhalogenuro, el contenido en monohalogenuro de aluminio del gas saliente de un horno convertidor, en el cual el metal que contiene aluminio es hecho reaccionar con tricloruro de aluminio, es descompuesto por enfriamiento en un descomponedor.

Se encuentra que el tricloruro de aluminio gaseoso descargado del descomponedor contiene diversas impurezas producidas en el sistema, y en particular puede contener cloruro de calcio y cloruro de magnesio gaseosos. Estos cloruros son producidos por reacción de compuestos de calcio y magnesio, contenidos en la aleación cruda utilizada como material bruto para el procedimiento de destilación, con tricloruro de aluminio gaseoso. Según el tricloruro de aluminio gaseoso es reciclado a través del sistema de destilación, los cloruros de calcio y magnesio se acumulan en la corriente de gas, perjudicando la eficacia del procedimiento de destilación, y también pueden condensarse y obstruir porciones del sistema de circulación de gas.

Aunque los puntos de ebullición de los cloruros de calcio y magnesio son altos (el cloruro de magnesio



hierva a aproximadamente 1412°C a 1 atmósfera de presión y el cloruro de calcio tiene un punto de ebullición superior a 1600°C a 1 atmósfera de presión), ambos cloruros tienen presiones de vapor efectivas sustanciales en una atmósfera de tricloruro de aluminio a la temperatura (por ejemplo aproximadamente 700°C) a la que se descarga tricloruro de aluminio gaseoso desde el descomponedor.

Se cree que dichas presiones de vapor son debidas en parte a la formación de complejos de cloruro de aluminio y calcio y cloruro de aluminio y magnesio gaseosos. A temperaturas inferiores, en el margen de 300-400°C o menores, las presiones de vapor efectivas de los cloruros de calcio y magnesio en tricloruro de aluminio gaseoso resultan ser muy pequeñas; por lo tanto, a dichas temperaturas, cualquier cantidad de cloruro de calcio o magnesio contenido en el tricloruro de aluminio gaseoso se deposita en forma de un condensado.

El presente invento considera eliminar cloruros de calcio y magnesio desde una corriente circulante de tricloruro de aluminio gaseoso en el procedimiento de destilación de subhalogenuro de aluminio, enfriando la corriente gaseosa para condensar desde la misma cloruros de calcio y magnesio, por contacto con una mezcla fundida de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio, y absorber los cloruros condensados en la mezcla fundida.

Una ventaja particular de la utilización de una masa fundida de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio para esta operación consiste en que dicha masa fundida resulta ser una mezcla de ebullición constante cuando es calentada, a 1 atmósfera de presión, hasta 435°C.



Es decir, a 435°C la ebullición de la masa fundida transcurre hasta la evaporación completa desde la misma tanto del tricloruro de aluminio como del cloruro de amonio. Sin embargo, a 435°C, las presiones de vapor tanto del cloruro de calcio como del cloruro de magnesio en una atmósfera de tricloruro de aluminio son todavía muy bajas. Por lo tanto, los cloruros de calcio y magnesio absorbidos pueden ser separados fácilmente de la masa fundida de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio.

Correspondientemente, el invento considera además separar los cloruros de magnesio y calcio absorbidos, desde la mezcla fundida, calentando la mezcla hasta la temperatura de ebullición constante para evaporar cloruro de amonio y tricloruro de aluminio, dejando cloruros de magnesio y de calcio en forma de un residuo no gaseoso concentrado. Por completa evaporación de la masa fundida, los constituyentes de cloruros de magnesio y calcio son concentrados en estado sólido, ya que los puntos de fusión tanto del cloruro de calcio como del cloruro de magnesio son sustancialmente mayores que 435°C.

De esta manera, se controla la acumulación de cloruros de magnesio y calcio absorbidos en la masa fundida para evitar que la concentración de cloruros absorbidos en la masa fundida llegue a un nivel que interfiera con una nueva absorción de estos cloruros por parte de la masa fundida desde tricloruro de aluminio gaseoso. Así, una corriente de tricloruro de aluminio gaseoso, a una temperatura de aproximadamente 700°C, es puesta en contacto con una mezcla fundida de tricloruro de aluminio y cloruro de amonio en un dispositivo de contacto entre gas y



líquido, para eliminar los cloruros de calcio y magnesio del gas por condensación y absorción en la mezcla fundida; para proporcionar la masa fundida a la temperatura deseada en el dispositivo de contacto entre gas y líquido, la masa fundida puede ser enfriada continuamente en un lugar que puede estar dentro o fuera de la región de tratamiento. Según se desarrolla la operación, la masa fundida, que contiene cloruros de calcio y magnesio absorbidos, es retirada de la parte principal de la masa fundida, preferiblemente en forma de una corriente continua, y es destilada por calentamiento hasta 435°C en una segunda región en las que los cloruros absorbidos son concentrados en forma de un residuo, y el cloruro de amonio y el tricloruro de aluminio desprendidos en la destilación son devueltos y condensados en la masa principal de la mezcla fundida. La velocidad a la que la masa fundida es retirada para su destilación es una velocidad necesaria para mantener en un nivel permisible la concentración de cloruros de magnesio y calcio en la masa fundida.

Para tratar una corriente continua de tricloruro de aluminio gaseoso en un sistema de destilación de subhalogenuro de aluminio, se prefiere en gran manera que la mezcla de sales fundidas sea puesta en contacto con el gas a una temperatura suficientemente baja para enfriar el gas hasta aproximadamente 300°C o menos. Aunque la separación eficaz de cloruros de calcio y magnesio se puede lograr a temperaturas más altas, se encuentra que cuando la temperatura de salida del gas desde la región de contacto es de aproximadamente 300°C o menor, la proporción de cloruro de amonio volatilizado arrastrado desde la mez



5 cla fundida en el gas tratado es pequeña, mientras que
a temperaturas más altas están presentes cantidades sus-
tanciales de cloruro de amonio en estado gaseoso en el
gas de salida. Desde luego, para hacer mínima la contami-
nación del tricloruro de aluminio gaseoso tratado con
cloruro de amonio (y correspondientemente para reducir
las pérdidas de cloruro de amonio desde la mezcla fundi-
da), se prefiere que la temperatura de salida del gas
tratado desde la región de contacto no sea mayor de apro-
ximadamente 250°C.

10 Enfriando el tricloruro de aluminio gaseoso
hasta una temperatura de aproximadamente 300°C y prefe-
riblemente inferior a 250°C, se logra una separación sus-
tancialmente completa de cloruros de magnesio y calcio,
15 independientemente de la concentración inicial de estas
impurezas. Al mismo tiempo, se evita una volatilización
sustancial de cloruro de amonio desde la sal fundida.

 Refiriéndose ahora a los dibujos anejos:

20 La figura 1 es una vista esquemática o diagra-
ma de flujo de un ejemplo de un sistema de tratamiento
de gas tricloruro de aluminio de acuerdo con el presente
invento, incorporado en un sistema de destilación de
subhalogenuro de aluminio;

25 La figura 2 es un diagrama de fase de mezclas
de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio; y

 La figura 3 es un gráfico, que relaciona la com-
posición de vapor sobre masas fundidas en ebullición de
cloruro de amonio y tricloruro de aluminio con la tempera-
tura de las masas fundidas.

30 En la figura 1, un convertidor 10 está dispues-



to para suministrar una aleación cruda que contiene aluminio a través de una tolva que tiene un cierre retatorio 11. La carga de dicha aleación, calentada eléctricamente por electrodos 12 y 13, es tratada con tricloruro de aluminio gaseoso que penetra desde el conducto 14. El aluminio metálico es convertido en monocloruro de aluminio gaseoso que está contenido en el gas saliente que sale por el conducto 15, mientras que la aleación agotada es retirada a través de una válvula compuerta de salida 16. El conducto 15 conduce a un descomponedor 18, en el cual el monocloruro de aluminio es descompuesto por enfriamiento para depositar metal de aluminio fundido, mientras que el tricloruro de aluminio resultante sale por el conducto de salida 20. El aluminio depositado puede ser evacuado o sangrado a través de un pasaje 21, mientras que un gas, que consiste esencialmente en tricloruro de aluminio, juntamente con cantidades secundarias de impurezas incluyendo cloruro de magnesio y cloruro de calcio, sale por el conducto 20.

Toda la corriente de gas que abandona el descomponedor puede ser sometida al tratamiento de purificación del presente invento para eliminar cloruros de magnesio y calcio, o alternativamente solo una parte de la misma puede ser tratada de esta manera. En el último caso, la mayor parte de la corriente de gas pasa a través del conducto 22 bajo el control de la válvula 23, y después a través de medios de circulación y calentamiento de gas, indicados en 25, para volver al convertidor 10 a través del conducto 14.

De acuerdo con el presente invento, la totali-



dad o parte del gas de tricloruro de aluminio procedente del conducto 20 es hecha pasar a través de un conducto 27 hasta el presente sistema de tratamiento, desde el cual una corriente correspondiente de gas es devuelta a través de la tubería 28 al conducto 22. Aunque toda la corriente del gas tricloruro de aluminio procedente del descomponedor puede ser sometida a tratamiento para la eliminación de cloruros de calcio y magnesio, es usualmente ventajoso someter a tratamiento solo a una parte secundaria del gas de salida del descomponedor, para el control adecuado de la concentración de cloruros de calcio y magnesio. El sistema de la figura 1 está diseñado para el tratamiento de una parte secundaria del gas procedente del descomponedor. Una válvula 29 de la tubería 27 controla la proporción de gas desviado a través del sistema de tratamiento.

En el sistema de tratamiento, el gas penetra en una torre rellena 30, de diseño convencional para un lavador en contracorriente de gas-líquido. La torre comprende una cámara 32, revestida con material refractario, dividida en una sección superior 33 y en una sección inferior más corta 34 por una estructura perforada 36, para permitir el paso de fluido entre las secciones. La sección de cámara superior 33 contiene un relleno 38, de cuerpos refractarios, soportado sobre la estructura 36. En esta torre, la entrada de gas se abre dentro de la sección inferior 34, y la tubería de salida de gas 28 sale de la parte superior de la sección superior 33.

Una corriente de mezcla fundida de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio es introducida a través



de un conducto 40, fluye hacia abajo a través del relieve 38, y sale de la torre por un conducto 42. La mezcla fundida enfría el gas que circula hacia arriba y absorbe desde el mismo cloruro de calcio y cloruro de magnesio. Para enfriar la masa fundida antes de volver a entrar en la parte superior de la torre, la porción principal de la corriente de masa fundida, procedente del extremo inferior de la torre, es hecha circular a través del conducto 42 a un enfriador 45, en el cual es enfriada por medios tales como un serpentín de enfriamiento, que conduce una corriente circulante de refrigerante líquido. Se pueden efectuar por 56, incrementos secundarios de cloruro de amonio a la corriente de masa fundida circulante para reemplazar el cloruro de amonio evaporado desde la masa fundida en la torre 30 y arrastrado en las mas de salida fuera de la torre.

Una porción secundaria de la masa fundida es desviada del conducto 42 a través de una tubería 48 (controlada por la válvula 49) hacia un evaporador 50, en el que dicha porción de masa fundida es calentada para realizar la separación de cloruro de magnesio y cloruro de calcio absorbidos por destilación de la mezcla de cloruro de amonio y cloruro de aluminio. Las impurezas de cloruros pueden ser retiradas del evaporador por 51. El cloruro de amonio y el tricloruro de aluminio gaseosos, desprendidos de la masa fundida en el evaporador 50, vuelven a la sección de torre 33 a través de la tubería 53, para condensarse en la corriente de masa fundida.

Según es hecha circular una mezcla fundida de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio de manera con-



5 tinua a través del refrigerador 45 y la torre 30, tricloro-
ruro de aluminio gaseoso, que contiene cloruro de calcio
y/o cloruro de magnesio gaseosos, penetra en la sección
inferior de la torre 30 a una temperatura de aproximada-
mente 700°C. El tricloruro de aluminio gaseoso y la masa
fundida de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio pa-
san en contracorriente a través del relleno 38 de la to-
rre. Según el gas y la masa fundida son puestos de esta
manera en contacto íntimo en el relleno 38 la masa fundida
10 (que penetra en la parte superior de la torre a una tem-
peratura mucho más baja que la temperatura del gas que
penetra en el extremo inferior de la torre) enfría el gas,
para condensar cloruro de magnesio y cloruro de calcio,
que son absorbidos en la masa fundida según se condensan.
15 Correspondientemente, la corriente de gas enfriado proce-
dente de la parte superior de la torre es devuelta al sis-
tema de destilación de subhalogenuro a través de la tube-
ría 28, purificada de cloruro de magnesio y cloruro de
calcio.

20 La temperatura de la masa fundida al entrar en
la torre es seleccionada para proporcionar un enfriamien-
to del gas a una temperatura de salida no mayor de 300°C
y preferiblemente a una temperatura de salida menor de
250°C, para hacer mínima la contaminación del gas de sa-
lida con cloruro de amonio. Por ejemplo, en un caso típi-
co de funcionamiento, el gas penetra en la torre a apro-
ximadamente 700°C y es enfriado hasta una temperatura de
salida de aproximadamente 225°C, mientras que la masa fun-
25 dida penetra en la torre a aproximadamente 225°C, y es ca-
lentada hasta una temperatura de salida de aproximadamen-
30



te 400°C. Se cree que en una torre rellena diseñada apropiadamente, el logaritmo de la diferencia de temperaturas entre el gas y el líquido varía de forma lineal con la distancia, a lo largo del eje vertical de la torre.

5

Dicho cloruro de amonio, según es arrastrado con el gas de salida dentro del sistema de destilación de subhalogenuro, es descompuesto por reacciones dentro de este último sistema.

10

La masa fundida, retirada de la torre a través del conducto 42, contiene cloruro de magnesio y cloruro de calcio absorbidos. Una parte secundaria de la masa fundida es desviada al evaporador 50 y allí es calentada hasta 435°C, a 1 atmósfera de presión, para evaporar cloruro de amonio y tricloruro de aluminio. Permanecen en el evaporador cloruros de calcio y magnesio en forma de un residuo concentrado, en un estado de sequedad o cristalización incipiente, según se desee. Los cloruros de calcio y de magnesio de la concentración son retirados del evaporador por 51, y son evacuados de cualquier manera conveniente. El cloruro de amonio y el tricloruro de aluminio evaporados penetran convenientemente en la torre 30 por un lugar en el cual la temperatura del gas ascendente es sustancialmente la misma que la de estos gases entrantes, es decir aproximadamente 435°C.

15

20

25

30

Ya que en el sistema de la figura 1 el evaporador 50 trata solamente una corriente secundaria de la masa fundida saliente de la torre, la concentración de cloruros de magnesio y de calcio en la masa fundida aumenta según circula la masa fundida repetidamente a través de la torre, hasta que se alcanza un estado de equilibrio.



Después de esto, los cloruros absorbidos son retirados de la masa fundida en el evaporador a la misma velocidad con la que dichos cloruros son absorbidos por la masa fundida en la torre, y la concentración de cloruros absorbidos en la masa fundida circulante permanece correspondientemente constante. Por selección apropiada de la proporción de la corriente de masa fundida que ha de ser desviada al evaporador, se puede mantener cualquier nivel de concentración constante deseado de cloruros absorbidos en la masa fundida.

Tal como se explica más aún en lo que sigue, la composición de proporciones de la mezcla fundida en el sistema ilustrado en la figura 1 está determinada por la temperatura de la sal fundida que abandona la torre por el conducto 42. A este respecto, se hace referencia a la figura 2, que es un diagrama de fase de mezclas de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio. Tal como se indica por la curva 56 en la figura 2, a 1 atmósfera de presión la concentración máxima de tricloruro de aluminio en mezclas fundidas de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio varía desde 74 moles % de $AlCl_3$ a $180^{\circ}C$ hasta 53,9 moles % de $AlCl_3$ a $435^{\circ}C$. A cualquier temperatura dada dentro de este margen, una mezcla fundida de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio, que contenga menos de la concentración máxima de tricloruro de aluminio a dicha temperatura, puede absorber tricloruro de aluminio gaseoso. Inversamente, si la concentración de tricloruro de aluminio de dicha mezcla fundida es una concentración máxima, el calentamiento de la masa fundida a una temperatura más alta, dará como resultado una disminución de la



concentración de tricloruro de aluminio, por desprendimiento de gas tricloruro de aluminio desde la masa fundida.

5 Así, en el sistema de la figura 1, si la concentración de tricloruro de aluminio de la masa fundida relativamente fría, que penetra en la parte superior de la torre 30, es menor que la concentración máxima a la temperatura de la masa fundida entrante, la masa fundida absorberá tricloruro de aluminio gaseoso desde la corriente ascendente en la torre. Sin embargo, ya que la masa
10 fundida resulta más caliente según desciende a través de la torre, en un nivel intermedio de la torre la concentración en tricloruro de aluminio de la mezcla puede llegar a la concentración máxima, y después de esto la concentración de tricloruro de aluminio de la masa fundida
15 descendente es reducida de nuevo por desprendimiento de tricloruro de aluminio gaseoso, de manera que la masa fundida en el extremo inferior de la torre (la región de temperatura más alta) tiene una concentración de tricloruro de aluminio igual a la concentración máxima a esta temperatura.
20

La masa fundida que deja la torre es enfriada entonces en el refrigerador 45, pero no se verifica ningún aumento en la concentración de tricloruro de aluminio ya que la masa fundida no está expuesta aquí a tricloruro de aluminio gaseoso. Correspondientemente, la masa fundida enfriada que penetra en la sección de la torre tiene la misma concentración de tricloruro de aluminio que la masa fundida que abandona el fondo de la torre.
25

30 Tal como resultará evidente, en funcionamiento



continuo del sistema de la figura 1, la concentración de tricloruro de aluminio de la masa fundida que penetra en la torre es sustancialmente igual a la de la masa fundida que abandona la torre, y dicha concentración está deter-

5

Con referencia al funcionamiento del evaporador 50, se observará que, tal como se indica en el punto 58 en la curva 56 de la figura 2, una mezcla fundida de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio, con 53,9 moles % de tricloruro de aluminio y a 435°C, es una mezcla de punto de ebullición constante. La masa fundida que abandona la torre 30 está a una temperatura algo más baja que 435°C, y correspondientemente tiene una concentración de $AlCl_3$ más alta que 53,9 moles % de $AlCl_3$. Consiguientemente la porción secundaria de dicha masa fundida, desviada al evaporador, es reducida primeramente en su concentración de tricloruro de aluminio hasta 53,9 moles % de $AlCl_3$ (por desprendimiento gaseoso), según es calentada en el evaporador hasta 435°C; por calentamiento adicional, el cloruro de amonio y el tricloruro de aluminio continúan desprendiéndose de la misma a velocidades relativas tales que se mantiene la concentración de $AlCl_3$ en 53,9 moles %, hasta que ambos cloruros se hayan evaporado de manera sustancialmente completa.

10

15

20

25

30

El refrigerador 45 reduce la temperatura de la masa fundida hasta un valor comparativamente bajo. Por razones de conveniencia, las condiciones de trabajo en el sistema se eligen de manera que la mezcla de sales permanece enteramente fundida en el refrigerador. Tal como se indica por la curva de "líquidus" 59 en la figura 2, la



temperatura a la que se verifica la solidificación parcial es determinada por la composición de proporciones de la masa fundida, y para concentraciones de $AlCl_3$ por debajo de la composición eutéctica (aproximadamente 68,5 moles % de $AlCl_3$), esta temperatura aumenta con una concentración decreciente de tricloruro de aluminio. Por lo tanto, la temperatura de la masa fundida que abandona la torre 30 limita efectivamente la extensión en que se puede reducir la temperatura de la masa fundida en el refrigerador sin solidificación parcial y consiguiente formación de suspensión. Sin embargo, formas conocidas de dispositivos de refrigeración de líquido, apropiadas para ser utilizadas como refrigerador 45, pueden funcionar con una suspensión por debajo de la temperatura de "líquidos", y con un refrigerador de dicho tipo utilizado en el sistema no es necesario trabajar bajo condiciones de temperatura en las que se impide la formación de suspensión; el suministro de la masa fundida en forma de suspensión a la torre 42 no interfiere con el funcionamiento deseado de la torre. Es preferible que la temperatura de salida de la masa fundida desde la torre en el sistema de la figura 1 sea comparativamente alta, por ejemplo de aproximadamente $400^{\circ}C$. Al tiempo, la temperatura de la sal fundida que penetra en la torre deberá ser relativamente baja, para enfriar el gas de la torre hasta la baja temperatura de salida deseada, preferiblemente por debajo de $250^{\circ}C$, para hacer mínima la cantidad de cloruro de amonio arrastrado con el gas de salida fuera de la torre.

Como explicación adicional de la relación entre la temperatura del gas de salida y el contenido de



5 cloruro de amonio de dicho gas, se puede hacer referen-
cia a la figura 3, que es un gráfico de las composiciones
de vapor (en términos de moles % de cloruro de amonio)
sobre masas fundidas en ebullición de cloruro de amonio
y tricloruro de aluminio a 1 atmósfera de presión, en
función de la temperatura. Se sobreentenderá que el va-
por citado es una mezcla de tricloruro de aluminio y clo-
ruro de amonio sobre una masa fundida que contiene la má-
xima concentración de tricloruro de aluminio a la tempe-
10 ratura dada. La relación entre temperatura y composición
de gas, expresada en la figura 3, define la composición
del gas que abandona la parte superior de la torre 30 en
el sistema de la figura 1.

Así, tal como lo indica el gráfico de la figura
15 3, la proporción de cloruro de amonio incluido en el gas
de salida varía con la temperatura del gas de salida, de
la siguiente manera:

	<u>Temperatura</u>	<u>Moles % de NH_4Cl en el gas de salida</u>
20	200°C	0,025
	250°C	0,14
	300°C	0,79
	350°C	8,3

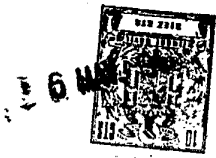
25 Se observará que en la porción inferior de la torre 30,
en la que la temperatura del gas es considerablemente más
alta que en la parte superior de la torre, se pueden eva-
porar cantidades sustanciales de cloruro de amonio desde la
masa fundida, pero según sube este gas de cloruro de amo-
30 nio hacia la región superior más fría de la torre, es ab-



sorbido de nuevo en gran parte en la sal fundida y la cantidad de cloruro de amonio gaseoso arrastrado con el tricloruro de aluminio gaseoso está determinada por la temperatura de salida del gas en la parte superior de la torre.

5 Aunque el desarrollo del procedimiento ha sido descrito anteriormente en relación con un lavador de gas líquido del tipo de contracorriente, es decir una torre rellena, se comprenderá que se pueden emplear otros tipos de lavadores. Así el contacto entre el tricloruro de alu-
10 minio gaseoso y la masa fundida de sal se puede realizar en un condensador de "rociado", en el cual la corriente de gas es hecha pasar sobre la masa fundida de sal en un recipiente cerrado, mientras que gotitas de la masa fundida de sal son rociadas para proporcionar un contacto ínti-
15 mo entre gas y líquido. Igual que anteriormente, el calor transferido a la masa fundida de sal desde el gas es eliminado enfriando la masa fundida, y la concentración de impurezas de cloruros absorbidas en la masa fundida es con-
20 tralada por destilación de una porción secundaria de la masa fundida tal como se describe anteriormente, siendo recuperados el tricloruro de aluminio y el cloruro de amonio evaporados en dicha destilación, para ser utilizados de nuevo en la masa fundida de sal.

 En el funcionamiento con condensador de rocia-
25 do, la corriente de gas y la masa fundida de sal son llevadas rápidamente a la misma temperatura y por lo tanto la temperatura de la masa fundida en el recipiente cerrado puede ser mantenida en un valor relativamente bajo. El contenido de tricloruro de aluminio de la masa fundida es
30 aproximadamente igual a la concentración máxima a la tem-



peratura de la masa fundida. Por ejemplo, en un condensador de rociado, la temperatura de la masa fundida puede ser mantenida en aproximadamente 225°C; a esta última temperatura, la masa fundida contiene aproximadamente 5 68,5 moles % de $AlCl_3$, que está próxima a la composición eutéctica, tal como resultará evidente de la figura 2. El trabajo con la última composición facilita el enfriamiento, porque la masa fundida permanece enteramente fundida a temperatura hasta de 180°C, aunque utilizando un dispositivo de enfriamiento, la masa fundida, ya sea de la última 10 composición o de otra composición de proporciones, puede ser enfriada hasta temperaturas a las que se verifica la formación de suspensión.

Se observará que en el presente procedimiento se pueden emplear masas fundidas de cloruro de amonio y 15 tricloruro de aluminio que tengan un amplio margen de composiciones de proporciones, dependiendo la composición específica en cada caso de las temperaturas de trabajo que se obtienen en el tipo particular de dispositivo de 20 contacto entre gas y líquido utilizado.

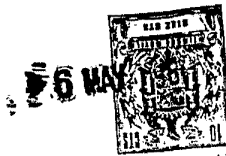
Se comprenderá también que mientras que la corriente de gas tratada y la parte principal de la corriente de gas de tricloruro de aluminio que no ha sido tratada en el sistema de la figura 1, son devueltas directamente al convertidor 10, una o ambas corrientes pueden 25 ser sometidas a tratamiento adicional de purificación de gas, para eliminar los gases denominados "permanentes" o no condensables (por ejemplo hidrógeno) que también aparecen como contaminantes en la corriente circulante de 30 tricloruro de aluminio gaseoso. Así, la totalidad o parte



de la corriente gaseosa en cualquiera de los conductos 22 o 28 puede ser sometida a condensación y nueva evaporación para eliminar dichos gases permanentes.

A título de ilustración adicional del presente invento, se puede hacer referencia al siguiente ejemplo
5 específico del presente procedimiento, realizado en el sistema de la figura 1.

Tricloruro de aluminio gaseoso contaminado, en una cantidad de 1010 kg/hora (1000 kg de tricloruro de aluminio contaminado con 10 kg de cloruro de magnesio
10 gaseoso) a 700°C, penetra en el extremo inferior de una torre rellena, mientras que 2981 kg/hora de mezcla de sal fundida (2710 kg de la mezcla de AlCl_3 NH_4Cl que contiene 61 moles % de AlCl_3 y 39 moles % de NH_4Cl , con 271
15 kg de MgCl_2 absorbidos en ella), se suministran, a 225°C a la parte superior de la torre 1000 kg/hora de gas tricloruro de aluminio purificado, juntamente con 0,24 kg/hora de cloruro de amonio gaseoso son descargados de la parte superior de la torre a una temperatura de 225°C, con-
20 teniendo por lo tanto el gas de salida 0,06 moles % de NH_4Cl . 3091 kg/hora de mezcla de sales fundidas (2810kg de mezcla de AlCl_3 - NH_4Cl que contiene 61 moles % de AlCl_3 y 39 moles % de NH_4Cl con 281 kg de MgCl_2 absorbidos en la misma) son descargados del extremo inferior de la torre
25 a una temperatura de 400°C. 2981 kg/hora de esta mezcla (2710 kg de mezcla de AlCl_3 - NH_4Cl junto con 271 kg de MgCl_2 disueltos en la misma) son enfriados hasta 225°C y son reciclados a la parte superior de la torre; los restantes 110 kg/hora de la masa fundida descargada (100 kg
30 de mezcla de AlCl_3 - NH_4Cl con 10 kg de MgCl_2 disueltos en



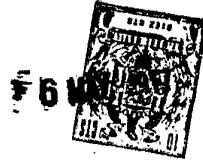
ella) son desviados a un evaporador y allí son destilados a 435°C. 100 kg/hora de gases de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio se desprenden en el evaporador a 435°C y pasan a la torre rellena, y 10 kg/hora de
5 $MgCl_2$ son descargados del evaporador en estado sólido. 0,24 kg/hora de cloruro de amonio son añadidos a la corriente de masa fundida circulante, para reemplazar la cantidad perdida en el gas de salida de la torre.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 9 de
10 mayo de 1966, bajo el nº 548.697, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

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

20 1.- Un procedimiento para purificar tricloruro de aluminio gaseoso de impurezas de cloruros de calcio y magnesio, caracterizado porque el tricloruro de aluminio que contiene dichas impurezas de cloruros, es puesto en contacto con una mezcla fundida de cloruro de amonio y tricloruro de amonio para absorber tricloruro de aluminio
25 y dichas impurezas de cloruro, y después se evapora tricloruro de aluminio calentando dicha mezcla fundida, quedando dichas impurezas de cloruros, en estado sólido o lí-



quido, en dicha mezcla fundida.

5 2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado además porque dicha mezcla fundida es separada de impurezas de cloruros absorbidas calentando hasta aproximadamente 435°C para evaporar de manera sustancialmente completa cloruro de amonio y tricloruro de aluminio desde la misma.

10 3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado además porque una corriente de tricloruro de aluminio gaseoso, que contiene cloruros de calcio y magnesio gaseosos como impurezas, es puesta en contacto en una zona de tratamiento con una mezcla fundida de cloruro de aluminio y cloruro de amonio a una temperatura más baja que la de dicho tricloruro de aluminio
15 gaseoso para absorber dichas impurezas de cloruros, siendo separadas dichas impurezas de cloruro de dicha mezcla fundida retirando cantidades de la mezcla fundida desde la zona de tratamiento a una zona de evaporación, en la cual tricloruro de aluminio y cloruro de amonio son se-
20 parados por destilación y son devueltos en estado gaseoso a la región de tratamiento.

25 4.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado además porque corrientes de mezcla de sales fundida y de tricloruro de aluminio gaseoso, que contiene dichas impurezas de cloruros en estado gaseoso, son hechas pasar en contracorriente a través de una región de tratamiento, siendo enfriada dicha mezcla de sales fundidas hasta una temperatura por debajo de 300°C antes de ser introducida de nuevo en dicha región de
30 tratamiento, excepto las cantidades de mezcla de sal fun-



961

dida, que son evaporadas para realizar la separación de dichas impurezas de cloruros desde la misma.

5 5.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado además porque dicha mezcla fundida es enfriada hasta una temperatura por debajo de 250°C (pero por encima de la temperatura de solidificación del tricloruro de aluminio) para enfriar dicho tricloruro de aluminio gaseoso hasta una temperatura similar, y evitar de esta manera una separación excesiva de cloruro de amonio gaseoso en la corriente de tricloruro de aluminio gaseoso que sale de la región de tratamiento.

10 6.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado además porque la corriente de mezcla de sales fundidas circula sobre superficies de dicha zona de tratamiento que proporcionan una extensa área entre fases para el contacto íntimo entre dicha mezcla de sales fundidas y la corriente de tricloruro de aluminio gaseoso.

15 7.- Un procedimiento para recuperar aluminio de un material que contiene aluminio, en el cual una corriente de tricloruro de aluminio es hecha pasar de manera continua a través de un lecho de material que contiene aluminio, mantenido a alta temperatura en una zona de conversión, para reacción de tricloruro de aluminio gaseoso con aluminio para generar monocloruro de aluminio gaseoso, que es retirado de la zona de conversión en el gas saliente y es descompuesto por enfriamiento en una zona de descomposición, para producir metal aluminio y tricloruro de aluminio gaseoso que es reciclado a la zona de conversión, caracterizado porque las impurezas de cloruro de calcio y



cloruro de magnesio son separadas del tricloruro de aluminio gaseoso antes de volver a la zona de conversión, haciendo pasar a dicho tricloruro de aluminio gaseoso a una zona de tratamiento, en la cual este es puesto en contacto íntimo con una mezcla fundida de cloruro de amonio y tricloruro de aluminio a temperatura más baja que la de dicho tricloruro de aluminio gaseoso, para absorber dichas impurezas de cloruros desde el mismo.

8.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizado además porque dicha mezcla de sales fundidas es introducida en dicha zona de tratamiento a una temperatura no mayor de 250°C (pero por encima de la temperatura de solidificación de tricloruro de aluminio) para enfriar al tricloruro de aluminio gaseoso hasta una temperatura similar.

9.- Un procedimiento para purificar tricloruro de aluminio gaseoso de impurezas de cloruros de calcio y magnesio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de 23 hojas escritas a máquina por una sola cara.

6 MAY 1967

Madrid,

P.A.

Alberto de Echeburua
Por Poder

RM

26.4.1967

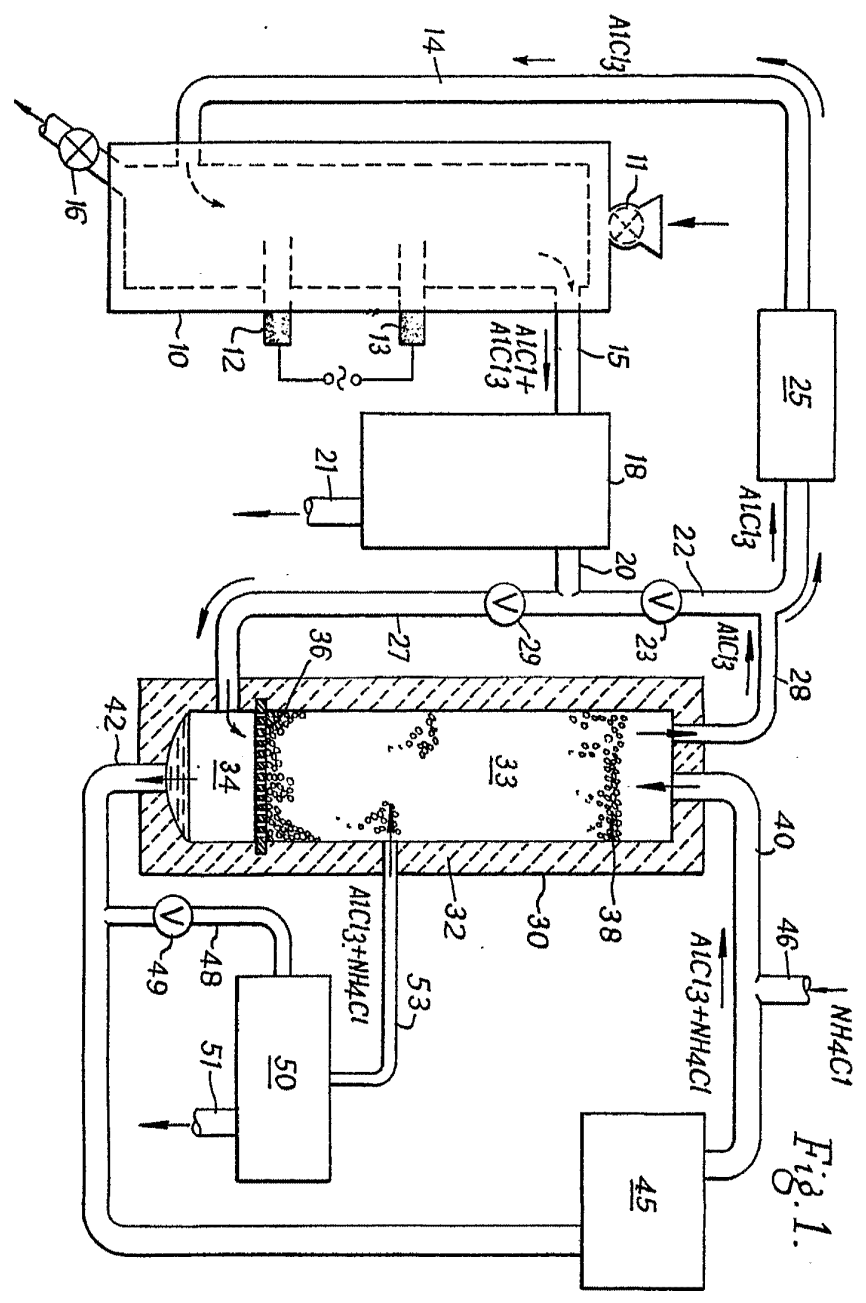
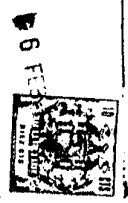
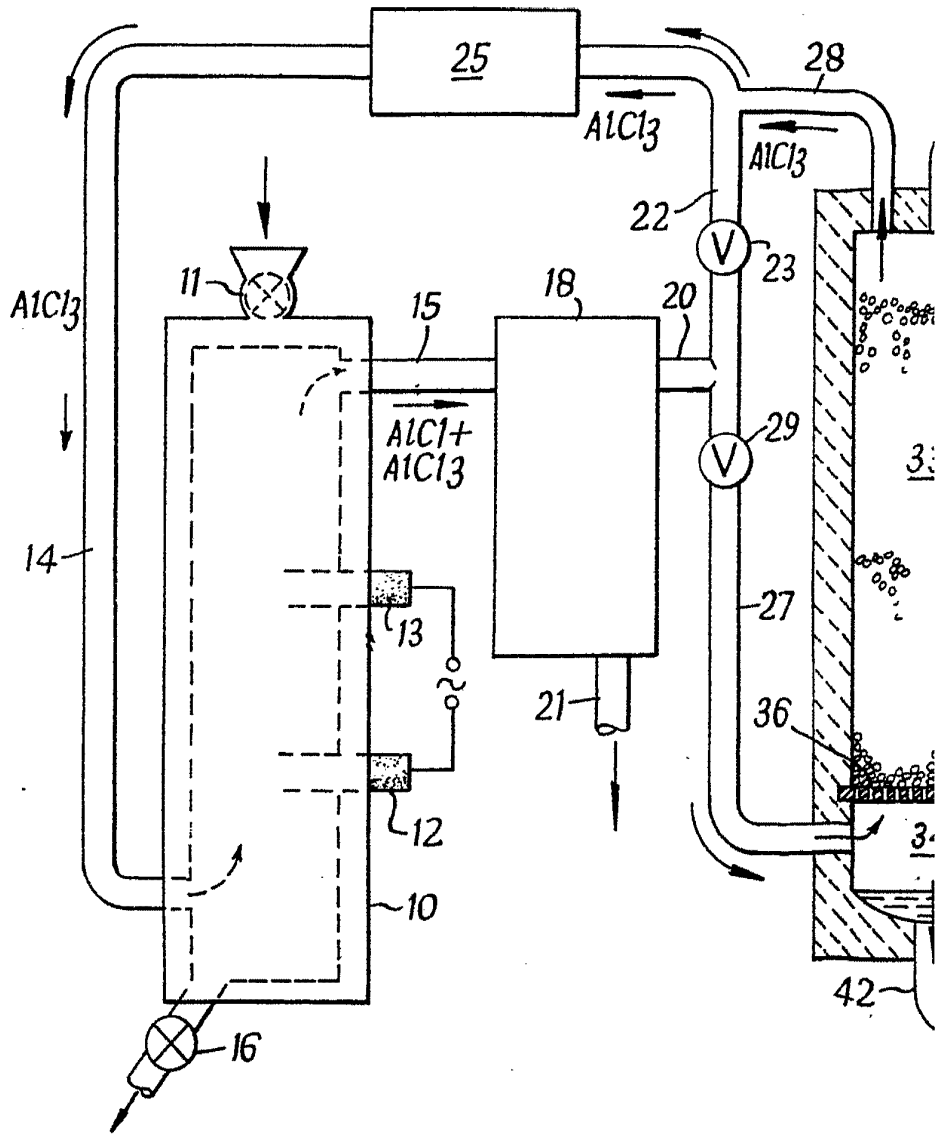


Fig. 1.

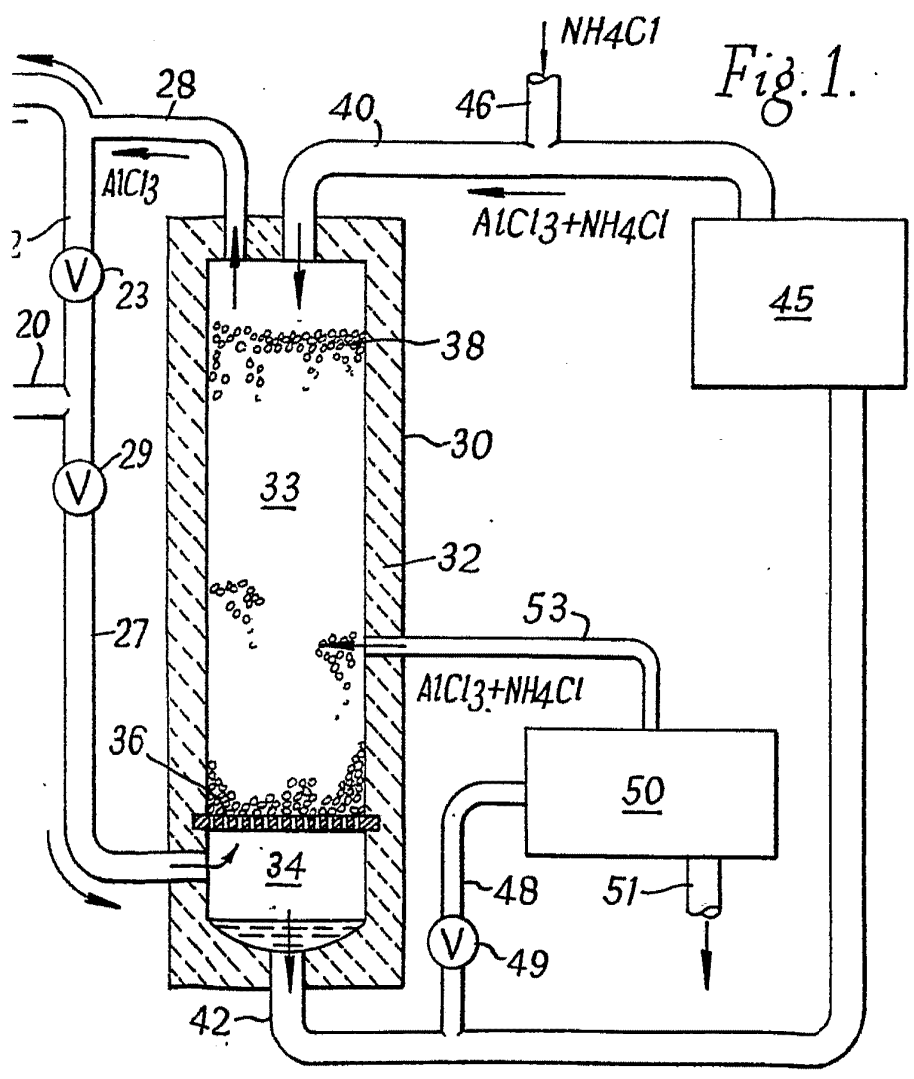


Handwritten signature or mark.



6 FEB 1958

Fig. 1.



[Handwritten signature]



Handwritten signature or initials in the top right corner.

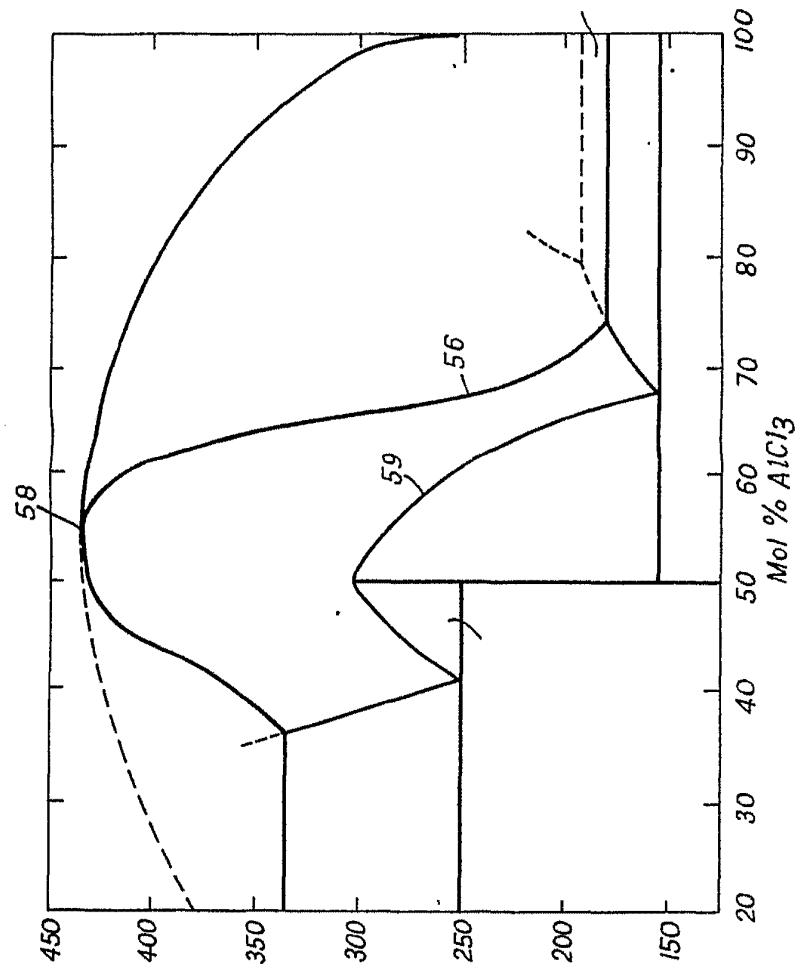
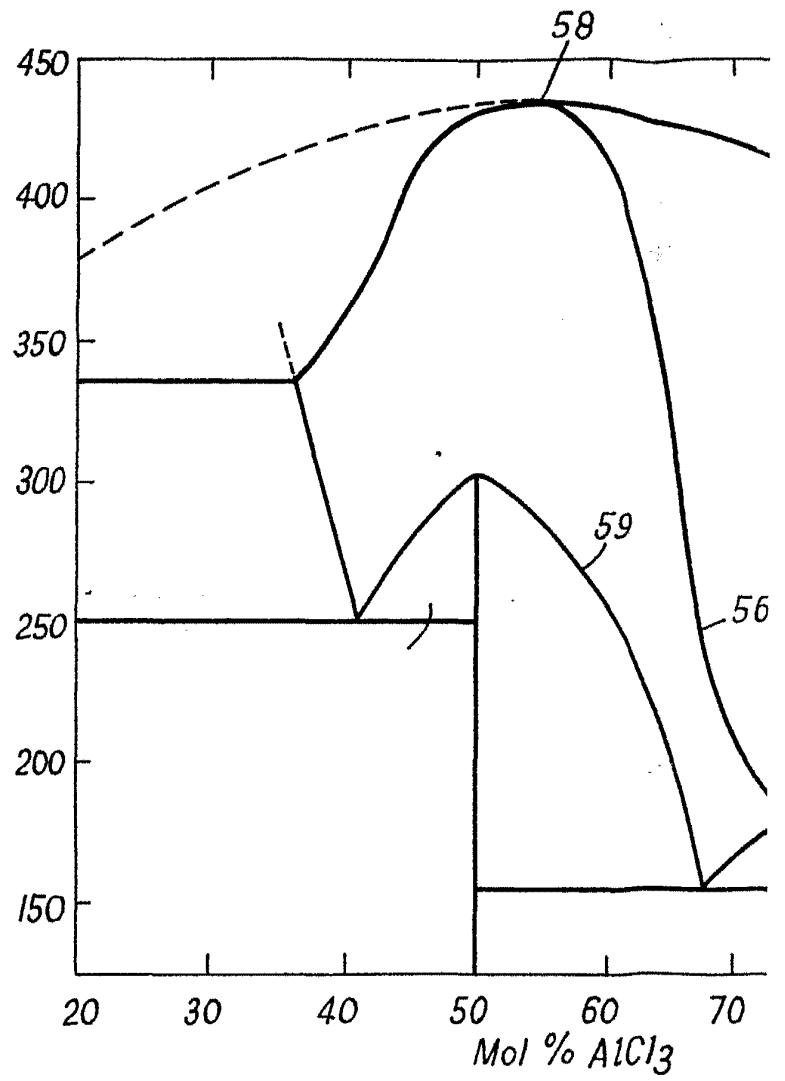
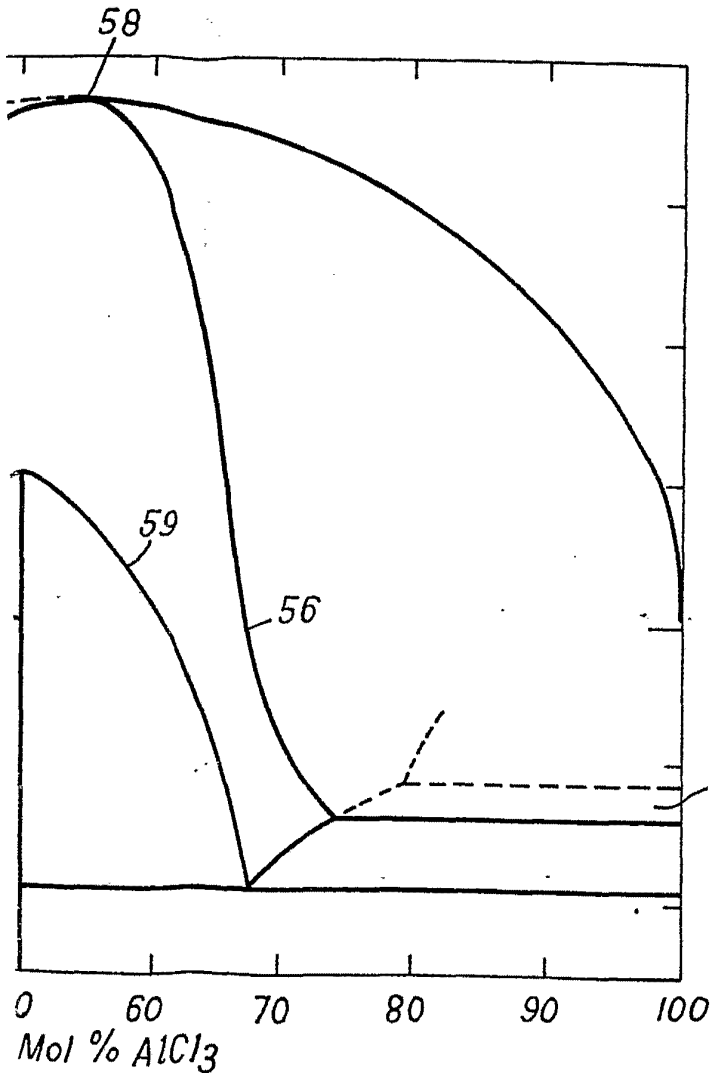


Fig. 2.

Fig. 2.





[Handwritten signature]
Albert H. Frazer