

346501

P.- 36.283

AJH/3077

U.S. S.

Memoria descriptiva 346501



para solicitar PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA por 20 años

a nombre de ALUMINIUM LABORATORIES LIMITED

entidad / ~~de nacionalidad~~ canadiense

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

por: "METODO PARA ELIMINAR CLORURO CALCICO Y/O CLORURO DE
MAGNESIO CONTAMINANTES VOLATILIZADOS, DE UNA CORRIEN-
TE DE TRICLORURO DE ALUMINIO" (Clase Internacional
C22b)

Prioridad: Estados Unidos de América, 28 de Octubre de
1.966 N° 590.282.



2

La presente invención se refiere a procedimientos para separar cloruro de calcio y magnesio volatilizados, de la corriente de tricloruro de aluminio gaseoso en circulación, en un sistema de destilación de subhaluro de aluminio.

En un sistema de destilación de subhaluro de aluminio, la producción de aluminio metálico purificado, a partir de la aleación cruda obtenida por reducción carbotérmica (reducción con carbón a temperatura elevada) directa de la bauxita, se puede efectuar por reacción con una corriente de tricloruro de aluminio ($AlCl_3$) gaseoso, en un horno convertidor, a temperatura mayor de $1000^{\circ}C$. La corriente de gas efluente, que tiene un cierto contenido de monocloruro de aluminio, es conducida desde el convertidor a un aparato para descomposición, en el que es enfriada lo suficiente para descomponer el monocloruro de aluminio, que vuelve a pasar a tricloruro de aluminio gaseoso y deposita aluminio metálico purificado, usualmente en estado fundido. La corriente de tricloruro de aluminio gaseoso que sale del aparato para descomposición es recirculada al convertidor, a través de un calentador de gases en el que es calentada hasta aproximadamente la temperatura de reacción.

En el funcionamiento continuo del sistema aparecen diversas impurezas gaseosas en la corriente de

346501



2

gas en circulación. Además de los gases llamados permanentes, tal como hidrógeno, entre estas impurezas están incluidos corrientemente los cloruros de calcio y magnesio volatilizados, formados en el convertidor por reacción de tricloruro de aluminio con el calcio y magnesio presente en la aleación cruda. Aunque los puntos de ebullición de los dos cloruros son más altos que la temperatura de funcionamiento del convertidor, y sus presiones de vapor normales son despreciables a la temperatura del gas de salida del aparato para descomposición, se halla de todas formas que puede haber cantidades sustanciales de tanto cloruro cálcico como cloruro de magnesio presentes no solo en la corriente gaseosa procedente del convertidor, sino también en la corriente gaseosa que sale del aparato para descomposición; y se halla además que la cantidad de estos cloruros contaminantes aumenta en el sistema de destilación en funcionamiento continuo. Los cloruros de calcio y/o magnesio se pueden acumular en la corriente gaseosa en circulación hasta niveles a los que empiezan a condensar de la fase gaseosa, y provocan bloqueos en los pasos de gas.

La presente invención parte del descubrimiento de que las "presiones de vapor efectivas" de tanto el cloruro cálcico como el cloruro magnésico, en una atmósfera de tricloruro de aluminio, varían con la tempera-

346501



5 tura de tal forma que tienen valores mínimos a aproximadamente 1100°C y aproximadamente 900°C, respectivamente. Dicho con referencia al cloruro cálcico, ello significa que a medida que la temperatura de una corriente de tri-
10 cloruro de aluminio gaseoso se aproxima a 1100°C, disminuye la volatilidad del cloruro cálcico en la corriente. Por tanto, el calentamiento o enfriamiento de la corriente hasta la temperatura del mínimo de presión de vapor, desde una temperatura inicial menor o mayor, puede provocar la condensación de cloruro cálcico, si la relación molar inicial entre cloruro cálcico y tricloruro de aluminio es mayor allí que un valor límite, pero el subsiguiente calentamiento de la corriente gaseosa por encima de 1100°C, o enfriamiento en magnitud tan grande como
15 varios cientos de grados, no causará más condensación de cloruro cálcico debido a que su volatilidad en la corriente gaseosa aumenta a medida que la temperatura se separa, ya sea hacia arriba o hacia abajo, de la temperatura del mínimo de presión de vapor. La volatilidad del cloruro
20 de magnesio en tricloruro de aluminio gaseoso presenta una variación similar, y con análogo efecto sobre el contenido de cloruro de magnesio, a medida que la temperatura de la corriente gaseosa se aproxima a 900°C.

25 Según la presente invención, se proporciona un método para separar el cloruro cálcico y/o cloruro de magnesio volatilizados contaminantes, de una corriente

346501



27

de tricloruro de aluminio gaseoso, en un sistema de sub-
 haluro de aluminio, caracterizado porque la corriente
 gaseosa, a una temperatura diferente de la temperatura
 del mínimo de presión de vapor efectiva del cloruro con-
 5 taminante a eliminar, se pone en contacto de superficie
 extensa con un material no gaseoso, en un punto previament
 te elegido, manteniéndose dicho material no gaseoso a una
 temperatura previamente determinada, más próxima a la tem-
 peratura de dicho mínimo de presión de vapor efectiva,
 10 para efectuar la condensación de dicho cloruro conta-
 minante en dicho punto previamente elegido, y dicho clo-
 ruro contaminante, en estado condensado, es eliminado de
 la trayectoria de dicha corriente de tricloruro de alu-
 minio gaseoso.

15 Como se entenderá, la condensación del
 cloruro de magnesio y/o cálcico del flujo de gas tiene
 lugar por contacto de los mismos con la superficie del
 material no gaseoso, debido a que la volatilidad del
 cloruro o cloruros que se condensan, en tricloruro de
 20 aluminio, es menor a la temperatura de la superficie.
 En el caso de una corriente de tricloruro de aluminio ga
 seoso que circule por un sistema de destilación de sub-
 haluro, cualquier aumento del contenido de cloruro de
 25 calcio y/o magnesio es eliminado durante el paso por el

346501



punto elegido para la condensación del cloruro contami-
nante. Así, el contenido de cloruro de calcio o magnesio
es mantenido en un valor más o menos constante, y no hay
esencialmente ninguna acumulación de cloruro contaminante
5 en la corriente gaseosa, debido a que el condensado del
cloruro contaminante es eliminado del punto de condensa-
ción.

La eliminación del cloruro contaminante
se efectúa de la forma más conveniente en el aparato
10 para descomposición, del sistema, o en el calentador de
gases en que se precalienta la corriente de tricloruro
de aluminio hasta sustancialmente la temperatura de fun-
cionamiento, antes de volver a entrar en el convertidor.
Los intervalos preferidos de temperaturas del gas de sa-
15 lida del convertidor y del aparato para descomposición,
para eficacia óptima del sistema, están respectivamente
por encima y por debajo del intervalo de 900 a 1100°C
a que tienen lugar los mínimos de presión de vapor efec-
tiva de los cloruros de calcio y magnesio, antes menciona-
20 dos; por tanto, en tal funcionamiento preferido, las tem-
peraturas de los mínimos de presión de vapor son interme-
dias respecto a las temperaturas del gas de entrada y
salida, tanto del aparato para descomposición como del ca-
lentador de gases. Por tanto, la condensación del cloruro
25 o cloruros contaminantes se puede efectuar fácilmente den

346501



tro del aparato para descomposición o del calentador de gases, ya sea durante el enfriamiento del gas de salida del convertidor, para descomponer el monocloruro de aluminio, o durante el subsiguiente precalentamiento del gas, manteniendo una zona a la temperatura de condensación del cloruro contaminante, previamente determinada. La eliminación del cloruro contaminante condensado, del punto de condensación elegido, se puede efectuar con relativa facilidad. Las temperaturas de los mínimos de presión de vapor eficaces son mayores que los puntos de fusión de los cloruros de calcio y magnesio; por tanto, el condensado de cualquiera o de ambos cloruros está en estado fundido.

Preferiblemente, las condiciones de funcionamiento en el sistema de destilación de subhaluro se controlan de tal forma que, fuera del punto de condensación elegido, la temperatura de las superficies con que entra en contacto el tricloruro de aluminio gaseoso está más alejada de las temperaturas de los mínimos de presión de vapor efectiva de los cloruros contaminantes que la temperatura de la superficie en el punto de condensación previamente elegido. De esta forma, la condensación de los cloruros contaminantes solo tiene lugar en el punto elegido, en que se pueden tomar medidas para eliminar el condensado.

El nivel de concentración de cloruros de

346501



2

calcio y/o magnesio en la corriente de tricloruro de aluminio gaseoso está determinado por la presión de vapor eficaz del cloruro contaminante, a la temperatura mantenida en el punto de condensación , y puede ser mantenido lo suficientemente bajo para evitar interferencias sustanciales con la eficacia del sistema, manteniendo tal temperatura próxima a la temperatura del mínimo de presión de vapor eficaz. De todas formas, puede resultar conveniente reducir la presión de vapor efectiva del cloruro contaminante en el punto de condensación, más de lo que es posible por elección de la temperatura solamente. Se puede conseguir una reducción suplementaria de la presión de vapor efectiva proporcionando en el punto de condensación una masa fundida de cloruro metálico, capaz de absorber al cloruro contaminante de la fase gaseosa.

Haciendo referencia ahora a los dibujos adjuntos, en los que:

La fig. 1 es un diagrama de una forma de sistema de destilación de subhaluro de aluminio, en el que se puede efectuar el método de la presente invención;

La fig. 2 es un gráfico de la presión de vapor efectiva del cloruro cálcico en tricloruro de aluminio gaseoso, en función de la temperatura, donde

346501



la presión de vapor se expresa como relación molar entre calcio y aluminio en el gas; y

5 La fig. 3 es un gráfico de la presión de vapor efectiva del cloruro de magnesio en tricloruro de aluminio gaseoso, donde la presión de vapor se expresa como relación molar entre magnesio y aluminio en el gas.

10 Se hace referencia primero a la distribución general y funcionamiento del sistema de la fig. 1, como ilustrativo de los sistemas de destilación de subhaluro adaptados para producir aluminio metálico purificado, a partir de la aleación cruda obtenida por reducción directa de bauxita mediante carbono. En este sistema se incluye un convertidor 10, un aparato 11 para descomposición, un sistema 12 de purificación de gas, para
15 la eliminación de ciertas impurezas arrastradas en la corriente de tricloruro de aluminio descargada del aparato para descomposición, y un calentador 14 de gases, para precalentar el tricloruro de aluminio gaseoso antes
20 de volver a introducirlo en el convertidor.

El convertidor comprende una cámara 16 confinada, revestida de refractario, sustancialmente llena de una masa 18 de gránulos o partículas de aleación cruda. La masa de aleación es calentada eléctricamente, por paso de corriente alterna a través de ella
25

346501



entre unos electrodos 21 y 22 anulares, montados con separación vertical. Una corriente de tricloruro de aluminio gaseoso calentado asciende por la masa de aleación, desde una entrada 24 de gas hasta una salida 25 de gas, reaccionando con el aluminio de la aleación para su conversión parcial a monocloruro. La corriente de gas del aparato para descomposición pasa por la salida 25 al aparato 11 para descomposición. Por la entrada 27 de aleación se suministra aleación cruda sin reaccionar, mientras que el residuo de aleación gastada es expulsado por el extremo inferior del convertidor, por la salida 28, por rotación de un cono 30 extractor sobre el cual descansa la masa 18.

El aparato 11 para descomposición comprende cuatro cámaras 32, 33, 34 y 35, forradas de refractario, en las que el gas procedente del convertidor es enfriado progresivamente, para efectuar la descomposición del monocloruro de aluminio a aluminio metálico fundido y tricloruro de aluminio gaseoso. La cámara 32 contiene una masa 36 de aluminio metálico fundido, y en ella se incluyen uno o más impulsores elevadores 38 de tornillo, que tienen una depresión o canal helicoidal 39. A medida que se hace girar el impulsor 38, el aluminio fundido asciende por la depresión helicoidal y es arrojado hacia fuera, en forma de pulverización de gotitas,

346501



por la fuerza centrífuga. Se disponen medios para enfriar la masa de metal fundido 36, para mantenerla a una temperatura menor que la temperatura del gas. Así, la acción pulverizadora o de salpicamiento del impulsor 38 efectúa un contacto de superficie extensa entre la corriente gaseosa procedente del convertidor y el metal fundido, a una temperatura previamente determinada.

La construcción de las cámaras 33, 34 y 35 es similar a la de la cámara 32, conteniendo cada una de ellas una masa de aluminio fundido, y estando provistas de uno o más impulsores 38. Estas cámaras están dispuestas de forma que la corriente gaseosa que sale de la cámara 32 por la abertura 41 de salida pasa sucesivamente por las restantes cámaras, y están además dispuestas de tal manera que el aluminio fundido puede fluir entre las cámaras (como lo indica la abertura de salida 42 de la cámara 32), aunque el aluminio de cada cámara es enfriado por separado hasta una temperatura previamente determinada, menor que la del metal en la cámara o cámaras precedentes. De esta forma, el efluente gaseoso del convertidor es enfriado hasta temperaturas progresivamente menores, hasta que en la cámara final alcanza la temperatura deseada de salida del gas del aparato para descomposición. Durante su paso a través de las cuatro cámaras del aparato para descomposición,

346501



el monocloruro de aluminio es descompuesto casi completamente. El aluminio metálico fundido condensado es descargado de la cámara final de descomposición, 35, por 44; por un paso 46 de salida sale de la cámara 35 una corriente de tricloruro de aluminio gaseoso.

5
10
15
20
25

En el funcionamiento continuo se forma una escoria sobre la superficie de la masa de aluminio fundido, en las cámaras de descomposición. Esta escoria puede ser eliminada continua o periódicamente mediante un dispositivo para eliminación de escoria, que se muestra esquemáticamente en la cámara 32, y que comprende un tornillo 48 que está rodeado por una cubierta 50 que define un pozo 51. La rotación del tornillo 48 hace que la escoria de la superficie de la masa 36, junto con algo de metal fundido, sea expulsada por una abertura 54 de salida, pasando a un colector exterior de escoria (que tampoco se muestra), donde la escoria es separada del metal por desescoriado superficial, recirculándose el metal desde el colector de escoria a la masa 36.

La corriente de tricloruro de aluminio gaseoso procedente de la cuarta cámara 35 de descomposición es devuelta a la entrada 24 de gas al convertidor. A medida que el tricloruro de aluminio gaseoso es recirculado por el sistema de destilación, los gases permanentes (por ejemplo hidrógeno) producidos en el sistema

346501



tienden a acumularse, diluyendo así a la corriente gaseosa, perjudicando a la eficacia del sistema. Los gases permanentes son separados mediante el sistema 12 de purificación de gas.

5 En el sistema 12, el tricloruro de aluminio procedente del aparato para descomposición entra en un recipiente 56 absorbedor, donde se pone en contacto con y es absorbido en una corriente de sal fundida, que comprende convenientemente una mezcla de cloruro sódico
10 y tricloruro de aluminio, en proporciones relativas tales que sea capaz de absorber sustancialmente todo el tricloruro de aluminio, bajo las condiciones de temperatura del absorbedor. El gas permanente queda sin condensar, y es agotado por 57.

15 Desde el absorbedor, la sal fundida (enriquecida ahora en tricloruro de aluminio) es conducida a un recipiente 59 evaporador, donde es calentada para regenerar tricloruro de aluminio gaseoso, a velocidad sustancialmente igual a la velocidad de absorción en el
20 absorbedor 56. La sal fundida es circulada desde el evaporador 59 a través del enfriador 60 de la masa fundida, y allí es enfriada antes de volver al absorbedor 56.

 La mayor parte del tricloruro de aluminio gaseoso se lleva a través del calentador 14 de gases, donde es calentado hasta la temperatura de funcionamiento
25

346501



5 del convertidor. El calentador 14 puede comprender una torre de relleno, llena de cuerpos de material carbonoso mantenidos a la temperatura de funcionamiento del convertidor mediante calentamiento por resistencia eléctrica, y a través de los cuales desciende el tricloruro de aluminio gaseoso.

10 En el sistema que se muestra, una pequeña proporción de la corriente gaseosa procedente del evaporador 59 es derivada a través de un enfriador 61 de gases, donde es enfriada por contacto con una masa relativamente fría de sal fundida. El gas, tricloruro de aluminio gaseoso enfriado, es suministrado a un paso 62 de gas dentro del cono 30 rotatorio, y es descargado a través de una pluralidad de aberturas 63 de la superficie del cono, De esta forma, el residuo gastado del extremo inferior del convertidor es enfriado antes de ser descargado.

15 En un ejemplo típico, se carga aleación cruda en el convertidor 10 en cantidad de 1820 kg/hora, y por la salida 28 se descarga una cantidad correspondiente de residuo. El tricloruro de aluminio se hace circular por el sistema en cantidad de 9100 kg/hora. La temperatura de trabajo del convertidor es 1250°C, y la mezcla de tricloruro-monocloruro de aluminio que sale del convertidor por la salida 25 es enfriada progresivamente en las cuatro etapas del aparato para descomposición, hasta una temperatura final de 700°C.

346501



El tricloruro de aluminio que sale de la cuarta etapa del aparato para descomposición, a 700°C, es absorbido en una mezcla fundida de tricloruro de aluminio y cloruro sódico, que entra en el absorbedor 56 a una temperatura de la masa fundida menor que 300°C. La masa fundida del evaporador es calentada hasta 430°C, y a esta última temperatura se descargan del evaporador 9100 kg/hora de tricloruro de aluminio gaseoso, mientras que la sal fundida pobre o agotada es circulada desde el evaporador al enfriador 60, donde es enfriada hasta la temperatura del absorbedor.

Del tricloruro de aluminio gaseoso generado en el evaporador, 8400 kg/hora (92,25%) son llevados a través del calentador de gases, para calentarlos desde 430°C hasta 1250°C, y luego entran en el convertidor. Setecientos kg/hora (7,75%) son llevados al enfriador 61 de gases, para enfriarlos desde 430°C hasta 210°C, y son introducidos en la base del convertidor a esta última temperatura, por el paso 62 del cono 30.

La aleación cruda producida por reducción directa de bauxita contiene pequeñas cantidades de magnesio y calcio. Son valores típicos el 0,04% de calcio y 0,025% de magnesio. El calcio y magnesio reaccionan en el convertidor, formando respectivamente cloruro cálcico y cloruro de magnesio. Con una aleación cruda que tenga

346501



los valores de contenido de calcio y magnesio antes mencionados, en el ejemplo de funcionamiento del sistema que se acaba de describir, se formarían en el convertidor 2,0 kg. de cloruro calcico y 1,8 kg de cloruro de magnesio, por hora. Suponiendo una volatilización total de estos dos cloruros, y un caudal de tricloruro de aluminio igual a 9100 kg/hora, la relación molar entre calcio y aluminio en el gas , y la relación molar entre magnesio y aluminio en el gas, se verían aumentadas en 0,00037, cada una, por cada paso a través del convertidor.

El efecto de tales cloruros de calcio y magnesio sobre el sistema puede ser entendido por consideración de las características de sus "presiones de vapor efectivas" en tricloruro de aluminio, representadas gráficamente en las figs. 2 y 3.

Haciendo referencia a la fig. 2, este gráfico muestra la "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico en tricloruro de aluminio gaseoso, expresada en términos de la relación molar entre calcio y aluminio en gas, como función de la temperatura, para una presión total del gas igual a 1 atm. En el gráfico, la presión de vapor normal u ordinaria del cloruro cálcico está representada por la línea 65. Esta presión de vapor

346501



aumenta con la temperatura, y es insignificante a temperaturas tan bajas como 700°C (la temperatura del gas de salida del aparato para descomposición); por tanto, la sustancial volatilidad, observada en el cloruro cálcico en tricloruro de aluminio gaseoso, a temperatura de 700°C y menores, no puede ser atribuída a la presión de vapor normal.

Sin embargo, en un intervalo de temperatura de varios cientos de grados, que se extiende bien por debajo de la temperatura del gas de salida del aparato para descomposición, el cloruro cálcico se combina con el tricloruro de aluminio formando complejos gaseoso, y es volatilizado de manera apreciable en forma de tales complejos. Las presiones de vapor parciales efectivas de cloruro cálcico, que pueden ser atribuídas a dos complejos a los que provisionalmente se les ha asignado las fórmulas CaAl_2Cl_8 y $\text{Ca}_3\text{Al}_3\text{Cl}_{15}$, están representadas en la fig. 2 por las líneas 67 y 68, respectivamente; como será evidente por este gráfico, las constantes de equilibrio para la formación de los complejos están relacionadas con la temperatura, de tal manera que las presiones de vapor parciales que se pueden atribuir a ambos complejos aumentan con la temperatura hasta valores máximos en las proximidades de 600°C, y luego disminuyen al aumentar la temperatura.

346501



5 Por lo tanto, la "presión de vapor efectiva" total del cloruro cálcico en tricloruro de aluminio (línea 70 de la fig. 2) es igual a la suma de las presiones de vapor parciales que se pueden atribuir a las especies complejas, y la presión de vapor ordinaria del cloruro cálcico. A las temperaturas tomadas en consideración para el funcionamiento del absorbedor en el sistema de la fig. 1, por ejemplo 300°C y menos, esta presión de vapor efectiva total es despreciablemente
10 pequeña, pero aumenta con la temperatura (siguiendo las curvas de las presiones de vapor parciales que se pueden atribuir a los complejos) hasta un máximo en aproximadamente 600°C. Por encima de este último valor, las presiones de vapor de los complejos disminuyen al aumentar la temperatura, mientras que la presión de vapor normal del cloruro cálcico aumenta al aumentar la temperatura; por tanto, la presión de vapor efectiva total del cloruro cálcico en tricloruro de aluminio gaseoso
15 disminuye al aumentar la temperatura, hasta que llega a un valor mínimo de aproximadamente 1 mm Hg en las proximidades de 1100°C (lo que está sustancialmente por encima del punto de fusión del cloruro cálcico), y luego vuelve a aumentar con los nuevos aumentos de la temperatura, más allá de la temperatura del mínimo.

25 A título de mayor explicación de la fig.

346501



2, se entenderá que a medida que una corriente de tri-
cloruro de aluminio gaseoso que contiene cloruro cálcico
volatilizado es enfriada a temperaturas menores que la
correspondiente al máximo de "presión de vapor efecti-
5 va" a aproximadamente 600°C, disminuye la volatilidad
del cloruro cálcico en el tricloruro de aluminio gaseoso.
Por tanto, tal enfriamiento efectuará una condensación
sustancialmente total del cloruro cálcico, si es conti-
nuado hasta una temperatura suficientemente baja. Por
10 otra parte, no puede haber condensación de cloruro cálcico
cuando el gas es enfriado a través del intervalo de
temperaturas comprendido entre la del mínimo de "presión
de vapor efectiva" a aproximadamente 1100°C, y la del
máximo a aproximadamente 600°C. Por el contrario, el
15 calentamiento del tricloruro de aluminio gaseoso en este
último intervalo puede provocar una condensación del
cloruro cálcico contaminante en la medida en que el
nivel de cloruro cálcico en el gas sea superior al
correspondiente al mínimo de presión de vapor, debido
20 a que dentro de este intervalo de temperaturas la vola-
tilidad del cloruro cálcico en tricloruro de aluminio
disminuye al aumentar la temperatura. De nuevo, si la
temperatura del tricloruro de aluminio gaseoso es mayor
que la del mínimo de "presión de vapor efectiva", la
25 condensación de cloruro cálcico puede tener lugar al

346501



2:

enfriar el gas hacia la temperatura de tal mínimo, pero no puede tener lugar al calentar de nuevo el gas por encima de la temperatura de tal mínimo.

5 Como será evidente por la fig. 3, la variación con la temperatura de la "presión de vapor eficaz" del cloruro de magnesio en tricloruro de aluminio gaseoso corresponde en general a lo que se ha descrito antes para el cloruro cálcico. La presión de vapor normal del cloruro de magnesio (línea 72 de la fig.3) aumenta con la temperatura, igual que la presión de vapor del dímero de cloruro de magnesio (línea 74), entendiéndose que el cloruro de magnesio en estado volatilizado se dimeriza en grado considerable. El cloruro de magnesio forma también complejos gaseosos (a los que se han asignado provisionalmente las fórmulas $MgAl_2Cl_8$ y $Mg_3Al_3Cl_{15}$) con el tricloruro de aluminio, y las presiones de vapor de estos complejos (representadas respectivamente por las líneas 75 y 76) disminuyen al aumentar la temperatura, al menos a temperaturas mayores que aproximadamente 700°C. La "presión de vapor efectiva" del cloruro de magnesio en tricloruro de aluminio (línea 77) es la suma de las presiones de vapor de los complejos y las presiones de vapor normales del cloruro de magnesio y su dímero; esta "presión de vapor efectiva" aumenta con la temperatura hasta un valor máximo entre 600 y 700°C,

10

15

20

25

346501



disminuye luego al seguir aumentando la temperatura,
hasta un mínimo de aproximadamente 20 mm Hg a aproxi-
madamente 900°C (lo que está sustancialmente por enci-
ma del punto de fusión del cloruro de magnesio), y luego
5 vuelve a aumentar al aumentar la temperatura por encima
de la temperatura del mínimo.

Haciendo referencia de nuevo al sistema
de la fig. 1, se apreciará que el tricloruro de aluminio
gaseoso que sale de la cuarta cámara 35 de descomposición,
10 a 700°C, puede arrastrar cantidades significativas de clo-
ruros tanto de calcio como de magnesio, en forma de com-
plejos gaseosos. En el absorbedor 56, sustancialmente todo
el cloruro de calcio y/o magnesio se condensará en la
mezcla fundida de tricloruro de aluminio-cloruro sódico,
15 debido a la baja temperatura de la sal fundida y debido
a la absorción de tricloruro de aluminio desde la fase
gaseosa a la sal fundida, lo que tiene el efecto de rom-
per los complejos gaseosos. En el evaporador 59, el clo-
ruro de calcio y/o magnesio será evaporado de nuevo
20 de la mezcla de sal fundida, y será arrastrado con la
corriente de tricloruro de aluminio gaseoso; sin embargo,
algo del cloruro de calcio y/o magnesio puede quedar en
la sal fundida, que es transferida desde el evaporador
al enfriador de masa fundida.

25 La proporción de cloruros contaminantes

34650 ↑



(es decir, de calcio y/o magnesio) que será volatilizada de la masa fundida en el evaporador, está determinada por la "presión de vapor efectiva" de tal cloruro o cloruros, sobre la masa fundida del evaporador, y esta "presión de vapor efectiva" depende a su vez tanto de la temperatura a que se caliente la masa fundida como del contenido de cloruros de magnesio y/o calcio en la masa fundida. Si el flujo de gas que entra en el absorbedor 56 a 700°C contiene una proporción de cloruro de calcio y/o magnesio mayor que la que puede ser evaporada de la masa fundida en el evaporador (que depende de la presión de vapor efectiva de tal cloruro o cloruros, a la temperatura del evaporador), el contenido de cloruro contaminante condensado en la sal fundida aumentará progresivamente, a medida que es recirculada repetidamente a través del absorbedor 56, evaporador 59 y enfriador 60 de masa fundida. Aunque una masa fundida de cloruro sódico y tricloruro de aluminio puede contener cloruro de calcio y/o magnesio en estado disuelto, si tal contenido excede de los valores de concentración de saturación límites, determinados por la mínima temperatura a que se enfría la masa fundida, tendrá lugar la deposición en forma sólida del cloruro o cloruros contaminantes, desde la masa fundida. Así, a no ser que se tomen medidas especiales para separar los cloruros de calcio y/o mag-

346501



ros contaminantes, pero tienden a acumularse en la masa fundida del enfriador 61, y eventualmente a condensar allí al estado sólido, interfiriendo con el funcionamiento del enfriador. Sin embargo, este resultado se puede evitar haciendo circular la masa fundida desde el enfriador 61 hasta el sistema 12 de purificación de gases, y mezclándola con el flujo de sal fundida de allí, como se indica diagramáticamente en la fig. 1; de esta forma, el nivel de concentración de los cloruros de magnesio y/o calcio en el enfriador 61 será el mismo que el de la masa fundida del sistema 12, siendo evaporado en el evaporador 59 el cloruro contaminante absorbido en la masa fundida en el enfriador 61.

Por las figs. 2 y 3 se entenderá que a una temperatura de funcionamiento del convertidor igual a 1250°C, todo el cloruro de calcio y magnesio formado en el convertidor será volatilizado en la corriente gaseosa que sale del convertidor, y por tanto no será eliminado nada con la aleación residual. Debido a la formación de monocloruro de aluminio, el volumen de flujo de gas aumenta sustancialmente durante el paso a través del convertidor, por ejemplo según un factor de aproximadamente 1,7 en una operación típica. Así, haciendo referencia al cloruro cálcico con fines de ilustración, aún cuando la corriente gaseosa que entra en el convertidor por la entrada 24 estuviera saturada de cloruro

346501



cálcico, y tuviera una relación molar entre calcio y aluminio igual a 0,0032, podría arrastrar del convertidor cloruro cálcico volatilizado adicional, en cantidad de hasta la correspondiente a un aumento de 0,0020 en la relación molar calcio/aluminio, debido al aumento del volumen del gas; y aún más cloruro cálcico, en cantidad que proporcionase un incremento de 0,0004 en la relación molar calcio/aluminio, podría ser arrastrado del convertidor por la corriente de tricloruro de aluminio enfriado de la que se separa el cloruro cálcico en el enfriador 61 de gases, antes de ser introducida en el convertidor por el cono 30 extractor. Se pueden arrastras del convertidor cantidades aún mayores de cloruro cálcico en estado volatilizado, si el gas de entrada no está saturado de él. Las consideraciones similares son válidas para el cloruro de magnesio producido en el convertidor.

En otras palabras, se añaden continuamente cloruros de calcio y magnesio a la corriente de tricloruro de aluminio que pasa por el convertidor, y pueden interferir con el funcionamiento del sistema de destilación de subhaluro, especialmente dado que aguas abajo del convertidor puede tener lugar una acumulación progresiva de estos cloruros contaminantes. En la realización que ahora se describirá, el método de la presente

346501



invención permite separar y eliminar los cloruros de calcio y/o magnesio del sistema, de tal forma que el contenido de estos cloruros contaminantes en la corriente circulante de flujo de tricloruro de aluminio se mantenga a un nivel constante, suficientemente bajo para evitar la deposición progresiva en cualquier lugar del sistema.

Tal como se realiza en el procedimiento de destilación de subhaluro, el método de la invención se efectúa poniendo a la corriente de tricloruro de aluminio gaseoso, que contiene cloruro de calcio o magnesio volatilizado, en contacto de superficie extensa con un material no gaseoso, ya sea en el aparato 11 para descomposición o en el calentador 14 de gases, al tiempo que se mantiene el material no gaseoso a una temperatura, previamente determinada, que está más próxima a la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro contaminante que la temperatura de la corriente gaseosa, de manera que se efectúa la condensación del cloruro contaminante, desde la corriente gaseosa en la superficie del material no gaseoso.

En un ejemplo del presente método para eliminar cloruro cálcico de la corriente gaseosa en circula-

15.9.67

346501



ción, en el sistema de la fig. 1, la masa fundida 36 de aluminio metálico de la primera cámara 32 del aparato 11 para descomposición se mantiene a una temperatura relativamente próxima a la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico de tricloruro de aluminio gaseoso. La corriente gaseosa que entra en la cámara 32 desde el convertidor, a una temperatura de 1.250°C, se pone en contacto de superficie extensa con metal fundido de la masa 36, por la acción de salpicadura o pulverización del impulsor elevador 38 de tornillo, y es enfriada hasta una temperatura próxima a la temperatura del metal fundido. El cloruro cálcico se condensa del gas, como resultado de su contacto con el aluminio fundido a una temperatura apropiada, y se recoge en la superficie de la masa de aluminio 36, de la que puede ser eliminado convenientemente, junto con otras escorias, por acción del tornillo 48 de escorias; el tornillo 48 expelle al cloruro cálcico condensado fundido desde la cámara 32 hasta el colector exterior de escorias, de donde el cloruro cálcico y otras escorias pueden ser eliminados por desescoriado.

Por tanto, el contenido de cloruro cálcico volatilizado en el gas que sale de la cámara 32 por la salida 41 está limitado al nivel determinado por la temperatura del metal fundido, en la cámara. Este gas pasa

346501



5 por la segunda, tercera y cuarta etapas del aparato para
descomposición, donde es enfriado más por contacto de
salpicadura con aluminio metálico fundido, mantenido a
temperaturas sucesivamente menores, para completar la des-
composición del contenido de monocloruro de aluminio en tal
10 gas. Sin embargo, las temperaturas del metal fundido, en
cada una de estas etapas subsiguientes del aparato para
descomposición están más alejadas de la temperatura del
mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico;
por tanto, la volatilidad del cloruro cálcico en cada una
de estas cámaras es mayor que en la cámara 32, y el clo-
ruro cálcico arrastrado en el gas desde la cámara 32 no
se condensa en las etapas subsiguientes del aparato para
descomposición.

15 Por tanto, el tricloruro de aluminio gaseoso que entra en el absorbedor 56 tiene un contenido de
cloruro cálcico volatilizado determinado por la volati-
lidad del cloruro cálcico a la temperatura de la primera
etapa 32 del aparato para descomposición. Este cloruro
cálcico se condensa completamente en la mezcla de sal
20 fundida, en el absorbedor. Se evapora de nuevo cloruro
cálcico con tricloruro de aluminio, de la mezcla del
evaporador 59, y en funcionamiento en estado estaciona-
rio el cloruro cálcico condensado en el absorbedor es
revolatilizado en la corriente gaseosa que sale del eva-
porador.
25

346501



Así, el tricloruro de aluminio gaseoso que entra en el calentador 14 de gases contiene cloruro cálcico, a un nivel determinado por las condiciones de temperatura en la cámara 32. En el calentador de gases, la corriente de tricloruro de aluminio es calentada por contacto con los cuerpos carbonosos. Estos cuerpos están mantenidos a una temperatura que es mayor que la temperatura del aluminio fundido 36 en la cámara 32, y que en cualquier caso está más alejada que tal temperatura de la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico; por ejemplo, si el convertidor funciona a una temperatura de 1250°C, los cuerpos carbonosos del calentador 14 se mantienen preferiblemente también a 1250°C. Dado que la volatilidad del cloruro cálcico en tricloruro de aluminio a tal temperatura es mayor que a la temperatura de la masa fundida 36 en la cámara 32, en el calentador no tiene lugar ninguna condensación significativa de cloruro cálcico, aún cuando la temperatura de la corriente gaseosa sea desplazada desde un valor menor que el del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico hasta un valor por encima del mínimo.

El tricloruro de aluminio gaseoso que es derivado al enfriador 61 también contiene cloruro cálcico volatilizado, a un nivel determinado por las condiciones de temperatura en la cámara 32. Este cloruro cálcico se condensa en la masa fundida en el enfriador 61, y el gas

346501



que pasa del enfriador 61 al convertidor está exento de cloruro cálcico; sin embargo, la masa fundida procedente del enfriador 61 se hace circular al circuito de masa fundida del sistema 12 de purificación de gases, y el cloruro cálcico condensado en el enfriador 61 es introducido así en el flujo de sal fundida de este último circuito, para ser evaporado de nuevo en el evaporador 59, de manera que no hay deposición progresiva de cloruro cálcico en el enfriador 61.

La volatilidad del cloruro cálcico en tricloruro de aluminio, a la temperatura de funcionamiento del convertidor 10, es mayor que en la cámara 32. Esta circunstancia, así como la expansión del volumen de gas que tiene lugar en el convertidor, y el suministro de tricloruro de aluminio gaseoso (exento de cloruro cálcico) al convertidor, a través de las aberturas 63 del cono, hacen que se volatilice una cantidad adicional de cloruro cálcico en la corriente gaseosa en el convertidor, por reacción de tricloruro de aluminio con cantidades de calcio de la carga de aleación. Sin embargo, el incremento de contenido de cloruro cálcico del gas, durante su paso a través del convertidor, está equilibrado por condensación de cloruro cálcico en la cámara 32, de manera que el flujo de gas que sale de la cámara 32 por la salida 41 tiene un contenido de cloruro cálcico que se ha reducido

346501

27 OCT



de nuevo al nivel previamente establecido.

De esta forma, una vez que el contenido de cloruro cálcico en la corriente de tricloruro de aluminio gaseoso se ha acumulado hasta el nivel permitido por su volatilidad a la temperatura del aluminio fundido de la cámara 32, la proporción de cloruro cálcico volatilizado en el gas permanece esencialmente constante en todos los puntos del sistema entre la salida 41 de la cámara 32 y el convertidor 10. En el circuito de masa fundida del sistema 12 de purificación, la concentración de cloruro cálcico en la mezcla fundida de cloruro sódico-tricloruro de aluminio se acumula inicialmente hasta un nivel determinado por el nivel de concentración constante del cloruro cálcico en el gas que entra en el absorbedor 56, y por la temperatura de funcionamiento del evaporador 59; después, el cloruro cálcico condensado en el absorbedor 56 es evaporado de nuevo en el evaporador 59, dado que el contenido de cloruro cálcico en el gas de entrada al absorbedor permanece a nivel constante, y por tanto no hay acumulación progresiva de cloruro cálcico en el circuito de la masa fundida. Manteniendo la temperatura de la masa 36 de aluminio fundido de la cámara 32 en un valor próximo a la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico en tricloruro de aluminio gaseoso, el nivel de con

346501



centración constante de cloruro cálcico en el flujo de gas que entra en el absorbedor se puede mantener lo suficientemente bajo, de manera que el nivel de concentración constante de cloruro cálcico en la masa fundida en circulación está bien por debajo del punto de saturación en el que podría tener lugar la condensación de sólido, a la menor temperatura que encuentre la mezcla fundida en el circuito de masa fundida. En un ejemplo típico de funcionamiento, la temperatura del cuerpo 36 se puede elegir dentro del intervalo de 1000 a 1100°C (preferiblemente de 1050 a 1100°C), teniendo las etapas subsiguientes del aparato para descomposición, 33, 34 y 35, unas temperaturas de aluminio fundido de aproximadamente 900, 800 y 700°C, respectivamente, y teniendo el convertidor 10 y el calentador 14 de gases unas temperaturas de funcionamiento de aproximadamente 1250°C.

Además, en el funcionamiento descrito no hay condensación de cloruro cálcico en ningún punto del sistema (aparte del absorbedor 56 y enfriador 61) fuera de la cámara 32, debido a que las condiciones de temperatura en la segunda, tercera y cuarta etapas del aparato para descomposición, y en el calentador 14 de gases, se eligen de tal manera que la "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico, y por tanto la volatilidad del cloruro cálcico allí, es mayor que en la cámara 32. La con-

346501



densación progresiva de cloruro cálcico solo tiene lugar en la cámara 32, de la que se puede eliminar el condensado fácil y convenientemente.

5 A título de ilustración del método de la invención se puede hacer referencia a la tabla siguiente, en la que se indican, para diversas temperaturas del aparato para descomposición y del convertidor, el nivel de concentración constante de cloruro cálcico en la corriente gaseosa, y las cantidades condensadas o separadas del

10 flujo en el residuo del convertidor, primera etapa del aparato para descomposición, y calentador de gases, en cada paso a través del sistema. Los datos presentados en la tabla han sido calculados partiendo de las suposiciones de que no se elimina cloruro cálcico en el circuito de masa

15 fundida del sistema 12 purificador ni en el enfriador 61 (es decir, que todo el cloruro cálcico allí condensado, por encima de un nivel de concentración constante dado en la masa fundida, es volatilizado de nuevo en el evaporador,

20 haciéndose circular la masa fundida procedente del enfriador 61 al circuito de masa fundida del sistema 12); que el calentador de gases está a la misma temperatura que el convertidor; que el aluminio de la aleación cruda del convertidor tiene una actividad igual a 0,75 (determinando este valor el aumento de volumen del gas en el convertidor,

25 resultado de la formación de monocloruro de aluminio); y que el incremento de cloruro cálcico en el flujo

346501



de gas añadido en cada paso a través del convertidor
corresponde a un aumento igual a 0,0050 en la relación
molar calcio/aluminio en el gas. Todas las cantidades
de cloruro cálcico de la tabla se expresan en términos
5 de la relación molar calcio/aluminio presente en, o eli-
minada del gas, y todas las temperaturas indicadas para
el aparato para descomposición son temperaturas a que se
mantiene el aluminio metálico fundido en la primera etapa
(cámara 32) de un aparato para descomposición de etapas
10 múltiples, de salpicamiento de metal, del tipo antes des-
crito.

346501

Aparato para descomposición, 1000°C

Temperatura del convertidor, °C	1050	1100	1150	1200	1250	1300
Ca en el residuo del convertidor	0,00023	0,00018	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000
Ca en el aparato para descomposición	0,00000	0,00000	0,00000	0,00037	0,00050	0,00050
Ca en el calentador	0,00027	0,00032	0,00050	0,00013	0,00000	0,00000
Ca en el gas	0,00149	0,00142	0,00175	0,00193	0,00193	0,00193

Aparato para descomposición, 1050°C

Temperatura del convertidor, °C	1050	1100	1150	1200	1250	1300
Ca en el residuo del convertidor	0,00018	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000
Ca en el aparato para descomposición	0,00000	0,00024	0,00050	0,00050	0,00050	0,00050
Ca en el calentador	0,00032	0,00026	0,00026	0,00000	0,00000	0,00000
Ca en el gas	0,00142	0,00149	0,00149	0,00149	0,00149	0,00149

Aparato para descomposición, 1100°C

Temperatura del convertidor, °C	1050	1100	1150	1200	1250	1300
Ca en el residuo del convertidor	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000
Ca en el aparato para descomposición	0,00031	0,00050	0,00050	0,00050	0,00050	0,00050
Ca en el calentador	0,00019	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000
Ca en el gas	0,00142	0,00142	0,00142	0,00142	0,00142	0,00142

346501





Como será evidente por la tabla, en todos los casos en que la temperatura de la primera etapa del aparato para descomposición está sustancialmente más próxima que la temperatura del convertidor y del calentador a la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico en tricloruro de aluminio gaseoso, la condensación de cloruro cálcico de la corriente gaseosa solo tiene lugar en el aparato para descomposición. Sin embargo, cuando la temperatura del convertidor y del calentador está más próxima a la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" que la temperatura del aparato para descomposición, la condensación puede tener lugar en el residuo del convertidor y/o en el calentador; así, por ejemplo, cuando la temperatura del aparato para descomposición es 1000°C, no tiene lugar ninguna condensación en el aparato para descomposición, a temperaturas del convertidor y calentar de 1050 a 1150°C, mientras que cuando la temperatura del convertidor y calentador está en o por encima de 1250°C, la condensación solo tiene lugar en el aparato para descomposición. Además, será evidente por la tabla que el nivel de concentración constante de cloruro cálcico en el flujo de gas, es decir, el arrastrado en el gas después del paso del mismo a través del punto de condensación del sistema, está determinado por la temperatura del punto de condensación, disminuyendo a medida que la temperatura se aproxima a la temperatura del mínimo de presión de vapor eficaz.

346501



En un ejemplo específico del presente método, para eliminar cloruro cálcico en la primera etapa del aparato para descomposición, la temperatura de funcionamiento de esta etapa del aparato para descomposición es 1050°C, y la temperatura del convertidor y calentador es 1250°C. Como se indica en la tabla, funcionando a estas temperaturas, la concentración en estado estacionario de cloruro cálcico en el flujo de gas corresponde a una relación molar Ca/Al igual a 0,00149 en el gas, lo que está bien por debajo del valor límite de 0,0025 requerido para mantener una relación molar Na/Ca igual o menor que 4,5:1 en el circuito de masa fundida del sistema 12 de purificación. El cloruro cálcico adicional volatilizado en el flujo de gas en cada paso a través del convertidor, del cual se supone en la tabla que proporciona un incremento de 0,00050 en la relación molar Ca/Al, en cada paso, es condensado totalmente en el aparato para descomposición, y eliminado de él en estado fundido.

Si también se volatiliza cloruro de magnesio en el flujo de gas del anterior ejemplo, su concentración está controlada, análogamente, por la condensación en la primera etapa del aparato para descomposición. Tal condensación transcurre por formación de una mezcla fundida binaria de cloruros de calcio y magnesio, en la cámara 32.

346501



Las "presiones de vapor efectivas" de ambos cloruros, sobre la mezcla binaria, son significativamente menores que lo que serían a la misma temperatura en ausencia de la mezcla; es debido a esta volatilidad reducida por lo que el cloruro de magnesio se condensa en la primera etapa del aparato para descomposición, a pesar de que la temperatura en ella está sustancialmente por encima del mínimo de "presión de vapor efectiva", del cloruro de magnesio en tricloruro de aluminio gaseoso. Además, en tal caso, el nivel de concentración constante de cloruro cálcico en el gas que sale de la cámara 32 es menor que cuando solo hay cloruro cálcico presente, debido de nuevo a la reducción suplementaria de la "presión de vapor eficaz" ocasionada por la presencia de la mezcla binaria.

La composición proporcional del condensado binario en la cámara 32 corresponde a las proporciones relativas de los dos cloruros volatilizados en la corriente gaseosa que entra en el aparato para descomposición. Si la aleación del convertidor tiene la composición antes indicada, proporcionando incrementos sustancialmente iguales de las relaciones molares Ca/Al y Mg/Al, el condensado binario de la cámara 32 contendrá aproximadamente 50% en moles de CaCl_2 y aproximadamente 50% en moles de MgCl_2 . A una temperatura de la primera etapa del aparato para descomposición igual a 1000°C , la concentración constante

346501



de cloruro de magnesio en el flujo de gas que sale de la
cámara 32 corresponde a una relación molar Mg/Al igual
a 0,0017 en el gas, mientras que a una temperatura de
la primera etapa del aparato para descomposición igual
5 a 1050°C, la relación molar Mg/Al en el gas que sale de
la cámara 32 es aproximadamente 0,0027. Ambos valores es-
tán bien dentro de los límites de seguridad de contenido
de magnesio en el gas, para evitar concentraciones moles-
tas de cloruro de magnesio en el circuito de masa fundida
10 del sistema 12 de purificación.

La mezcla binaria es eliminada fácilmente
de la cámara 32 por acción del tornillo 48 de escorias.
La condensación de cloruro de magnesio en otros puntos
del sistema (por ejemplo en el calentador 14) se evita
15 eligiendo condiciones de temperatura en ellos, de manera
que la volatilidad del cloruro de magnesio en estos otros
puntos sea mayor que en la cámara 32.

En algunos casos, las proporciones de clo-
ruro de magnesio volatilizadas en el convertidor pueden
20 ser sustancialmente mayores, según el contenido de magne-
sio en la carga de aleación, y puede tender a acumularse
hasta niveles indeseablemente altos en la corriente de
gas en circulación, debido al hecho de que el cloruro de
magnesio presenta una volatilidad relativamente alta en
25 tricloruro de aluminio (como será evidente por comparación

346501



de las figs. 2 y 3), aún cuando se emplee el método anterior. Además, según la presente invención se puede suministrar un cloruro metálico adicional, distinto del cloruro de magnesio, al condensado de cloruro contaminante en la cámara 32 de descomposición, para reducir la proporción de cloruro de magnesio. Esta dilución del cloruro de magnesio en el condensado tiene el efecto de reducir la "presión de vapor efectiva" del cloruro demagnesio, y por tanto promover su condensación en la primera etapa del aparato para descomposición; por tanto, se reduce correspondientemente el nivel de concentración constante de cloruro de magnesio volatilizado que pasa con el gas más allá de la primera etapa del aparato para descomposición.

Por ejemplo, se puede añadir deliberadamente calcio al sistema, en forma de cal mezclada con la aleación cruda cargada en el convertidor, para aumentar la proporción de cloruro cálcico volatilizado, en relación al cloruro de magnesio, en el efluente gaseoso del convertidor; dado que el nivel de cloruro cálcico en el gas puede ser reducido hasta un nivel satisfactoriamente bajo, por condensación en la primera etapa del aparato para descomposición, a temperaturas que se aproximan a la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico, el calcio adicional suministrado no

346501

27 0



interfiere con el funcionamiento satisfactorio del sistema, pero produce la dilución del contenido de cloruro de magnesio en la masa fundida binaria de la primera etapa del aparato para descomposición, reduciendo así la "presión de vapor efectiva" del cloruro de magnesio en la cámara de primera etapa del aparato para descomposición para reducir el nivel de concentración constante de cloruro de magnesio en el gas. En vez de cloruro cálcico suplementario se pueden suministrar a la cámara 32 otras sales (tal como cloruro potásico o cloruro sódico) que forman mezclas fundidas con el cloruro de magnesio a la temperatura de la primera etapa del aparato para descomposición, como diluyentes para reducir el contenido proporcional de cloruro de magnesio en la masa fundida allí existente, para proporcionar una reducción similar de la "presión de vapor efectiva" del cloruro de magnesio.

Los métodos antes descritos son aplicables también al control del nivel de cloruro contaminante en el flujo de gas, cuando el cloruro de magnesio es el único cloruro volatilizado en el flujo. En tal caso, la temperatura de la masa 36 de aluminio fundido en la cámara 32 puede ser mantenida a un valor próximo a la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro de magnesio en tricloruro de aluminio gaseoso, y las condiciones de temperatura de otras partes del

346501



sistema (por ejemplo en el calentador 14) se eligen de tal forma que la volatilidad del cloruro de magnesio es mayor que en la cámara 32. Si es necesario, la reducción de la "presión de vapor efectiva" del cloruro de magnesio en la cámara 32 se puede efectuar, como antes, suministrando ciertas cantidades de un segundo cloruro metálico, para formar una mezcla fundida con el cloruro de magnesio en condensación en la cámara.

En métodos modificados, la condensación de cloruro contaminante, de la corriente gaseosa, se puede efectuar en el calentador 14 de gases en vez de en la cámara 32 del aparato para descomposición. Por ejemplo, las disposiciones tomadas para el calentamiento, por resistencia eléctrica, del lecho de cuerpos carbonosos del calentador 14 se pueden disponer de tal forma que proporcionen un gradiente vertical de temperaturas por todo el lecho, o una sucesión de zonas de temperaturas en el lecho, incluyendo una zona de temperatura próxima a la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro contaminante a condensar. Entonces se condensarán el cloruro de calcio y/o magnesio en esta última zona, en la medida en que tal cloruro o cloruros están presentes en el gas en exceso respecto a un nivel determinado por la volatilidad del cloruro o cloruros a la temperatura de la zona del calentador elegida. El condensado fluye en sentido

346501



descendente por el calentador, y puede ser recogido y eliminado del calentador en estado fundido, por purga.

5 El nivel de concentración constante de cloruro contaminante en el gas está entonces determinado por la "presión de vapor efectiva" en la zona del calentador elegida, y las temperaturas de los otros puntos del sistema de destilación (incluyendo todas las etapas del aparato para descomposición) se mantienen a unos valores más alejados del mínimo de presión de vapor efectiva del cloruro que condensa, de manera que no pueda tener lugar ninguna condensación fuera del calentador.

10

En algunos casos en que la condensación del cloruro contaminante está en el calentador, especialmente cuando en la corriente gaseosa hay tanto cloruro de calcio como de magnesio presentes, puede ser deseable dirigir hacia arriba el flujo de gas, a través del lecho de cuerpos carbonosos calentados que hay en el calentador, exponiendo el gas a unos cuerpos carbonosos mantenidos a temperaturas sucesivamente mayores, que se extienden por el intervalo de los mínimos de "presión de vapor efectiva" de los cloruros de calcio y magnesio. Dado que la temperatura del mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro cálcico es mayor que el del cloruro de magnesio, el cloruro cálcico se condensará hacia la parte superior del calentador, y descenderá, sirviendo de reflujo para

15

20

25

346501



el gas , absorbiendo cloruro de magnesio del gas a un nivel al que la temperatura esté próxima al mínimo de "presión de vapor efectiva" del cloruro de magnesio.

5 Así se proporciona en el punto de condensación del cloruro de magnesio una masa fundida binaria de cloruro de magnesio-cloruro cálcico, reduciendo más la presión de vapor efectiva del cloruro de magnesio, con lo que se reduce el nivel de concentración constante del cloruro de magnesio en el gas.

10 Como mayor ilustración de la invención se puede hacer referencia a los siguientes ejemplos específicos adicionales de funcionamiento de un sistema del carácter general indicado en la fig. 1. En cada uno de estos ejemplos, la temperatura del convertidor es 1250°C, la
15 velocidad de alimentación de aleación al convertidor es 1820 kg/hora, y el caudal de tricloruro de aluminio gaseoso a través del convertidor es 9100 kg/hora.

Ejemplo 1

20 Se carga en el convertidor una aleación que contiene 0,18% en peso de calcio, y reacciona con tricloruro de aluminio añadiendo al gas 18,2 kg/hora de cloruro cálcico volatilizado. El calentador 14 de gases está preparado para que haya un flujo descendente de gas,
25 y tiene una temperatura de salida igual a 1250°C. El

346501



cloruro cálcico líquido se condensa en el calentador y circula en sentido descendente; se eliminan del calentador 18,2 kg/hora de cloruro cálcico condensado, y la concentración, en estado estacionario, de cloruro cálcico en el gas que sale del calentador es 2,7 kg de cloruro cálcico por cada 1000 kg. de tricloruro de aluminio.

Ejemplo 2

Se introduce en el convertidor una aleación que contiene 0,13% en peso de magnesio, y reacciona con tricloruro de aluminio añadiendo al flujo de gas 18,2 kg/hora de cloruro de magnesio. El gas es conducido desde el convertidor a una etapa del aparato para descomposición, con salpicamiento, que trabaja a una temperatura del aluminio fundido igual a 900°C. En la parte superior del metal fundido del aparato para descomposición se forma una escoria líquida de cloruro de magnesio, que es eliminada en cantidad de 18,2 kg/hora. La concentración de cloruro de magnesio en el gas que sale de esta etapa del aparato para descomposición, y que es conducido a una etapa o etapas subsiguientes para nuevo enfriamiento, es 18 kg de cloruro de magnesio por cada 1000 kg de tricloruro de aluminio. No se condensa nada de cloruro de magnesio desde el gas en las últimas etapas del aparato para descomposición.

346501



Ejemplo 3

La aleación cargada en el convertidor contiene 0,16% en peso de calcio y 0,064% en peso de magnesio. En este ejemplo, el calentador de gases está preparado para un flujo ascendente del gas (con una temperatura de 1250°C en la parte superior), y se toman medidas para purgar líquido del calentador, a un nivel al que la temperatura del calentador es 950°C, Los cloruros de calcio y magnesio, que se condensan al estado líquido por encima de este nivel, actúan como reflujo con el gas ascendente, a medida que circulan en sentido descentente. Se purgan del calentador 12,7 kg/hora de mezcla líquida de sal fundida, que contiene 64% en peso de cloruro cálcico y 36% en peso de cloruro de magnesio (con una pequeña cantidad de tricloruro de aluminio), y el gas que sale del calentador contiene 0,78 kg de cloruro cálcico y 6,65 kg de cloruro de magnesio por cada 1000 kg de tricloruro de aluminio.

- N O T A -

1.- Método para eliminar cloruro cálcico y/o cloruro de magnesio contaminantes volatilizados, de una corriente de tricloruro de aluminio, en un sistema

346501



de destilación de subhaluro de aluminio, caracterizado porque la corriente gaseosa, a una temperatura diferente de la temperatura del mínimo de presión de vapor efectiva del cloruro contaminante a eliminar, se pone en contacto de superficie extensa con un material no gaseoso, en un punto previamente elegido, estando mantenido dicho material no gaseoso a una temperatura previamente determinada, más próxima a la temperatura de dicho mínimo de presión de vapor efectiva, para efectuar la condensación de dicho cloruro contaminante en dicho punto previamente elegido; y dicho cloruro contaminante, en estado condensado, es eliminado de la trayectoria de dicha corriente de tricloruro de aluminio gaseoso.

2.- Un método según la reivindicación 1, donde el cloruro contaminante es cloruro cálcico, caracterizado además porque la temperatura del material no gaseoso, en el punto de condensación, se mantiene a un valor de aproximadamente 1100°C.

3.- Método según la reivindicación 1, donde el cloruro contaminante es cloruro de magnesio, caracterizado además porque la temperatura del material no gaseoso, en el punto de condensación, se mantiene a aproximadamente 900°C.

4.- Método según la reivindicación 1, 2 ó 3 caracterizado además porque un segundo cloruro metálico,

346501



capaz de formar una mezcla líquida con dicho cloruro contaminante a dicha temperatura previamente determinada, es suministrado al punto de condensación para absorber a dicho cloruro contaminante de la corriente gaseosa, siendo eliminado el cloruro contaminante, del punto de condensación, en mezcla con dicho segundo cloruro metálico.

5.- Método según la reivindicación 1, caracterizado además porque hay cloruro cálcico y cloruro de magnesio presentes, en estado volatilizado, en la corriente gaseosa, y tanto el cloruro de magnesio como el cloruro cálcico son condensados de la corriente gaseosa, en el punto de condensación, por formación de una mezcla fundida de cloruro cálcico y cloruro de magnesio en él, siendo eliminados del sistema los cloruros contaminantes en forma de tal mezcla fundida.

6.- Método según la reivindicación 1, caracterizado además porque el punto de condensación está dentro del aparato para descomposición, del sistema de destilación de subhaluro, efectuándose la condensación del cloruro contaminante simultáneamente con la descomposición parcial de monocloruro de aluminio, por contacto de la corriente gaseosa con aluminio fundido mantenido a una temperatura próxima a la temperatura correspondiente al mínimo de "presión de vapor efectiva" del

346501



cloruro contaminante.

5 7.- Método según la reivindicación 6, donde el cloruro contaminante es cloruro cálcico, caracterizado además porque el aluminio fundido, en el punto de condensación, es mantenido a una temperatura comprendida entre 1000 y 1100°C.

10 8.- Método según la reivindicación 1, caracterizado además porque el punto de condensación está dentro del calentador de gases, en el que el tricloruro de aluminio gaseoso es calentado antes de entrar en un convertidor.

15 9.- Método según la reivindicación 1, caracterizado además porque se hace ascender por el calentador una corriente de tricloruro de aluminio gaseoso, que contiene tanto cloruro cálcico como cloruro de magnesio, proporcionándose medios para purgar mezcla salina condensada de una zona de dicho calentador mantenida a una temperatura de aproximadamente 950°C.

20 10.- Método según la reivindicación 5 ó 9, caracterizado además porque se suministran al convertidor del sistema de destilación de subhaluro cantidades suplementarias de material que contiene calcio, para formar cloruro cálcico que aumenta el contenido de cloruro cálcico volatilizado en el efluente gaseoso del convertidor, reforzando la proporción de cloruro cálcico, en relación
25 al cloruro de magnesio, en el condensado fundido, en el

346501



punto de condensación, para reducir la presión de vapor efectiva del cloruro de magnesio en dicho punto de condensación.

5

11.- Método para eliminar cloruro cálcico y/o cloruro de magnesio contaminantes volatilizados, de una corriente de tridloruro de aluminio.

10

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

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

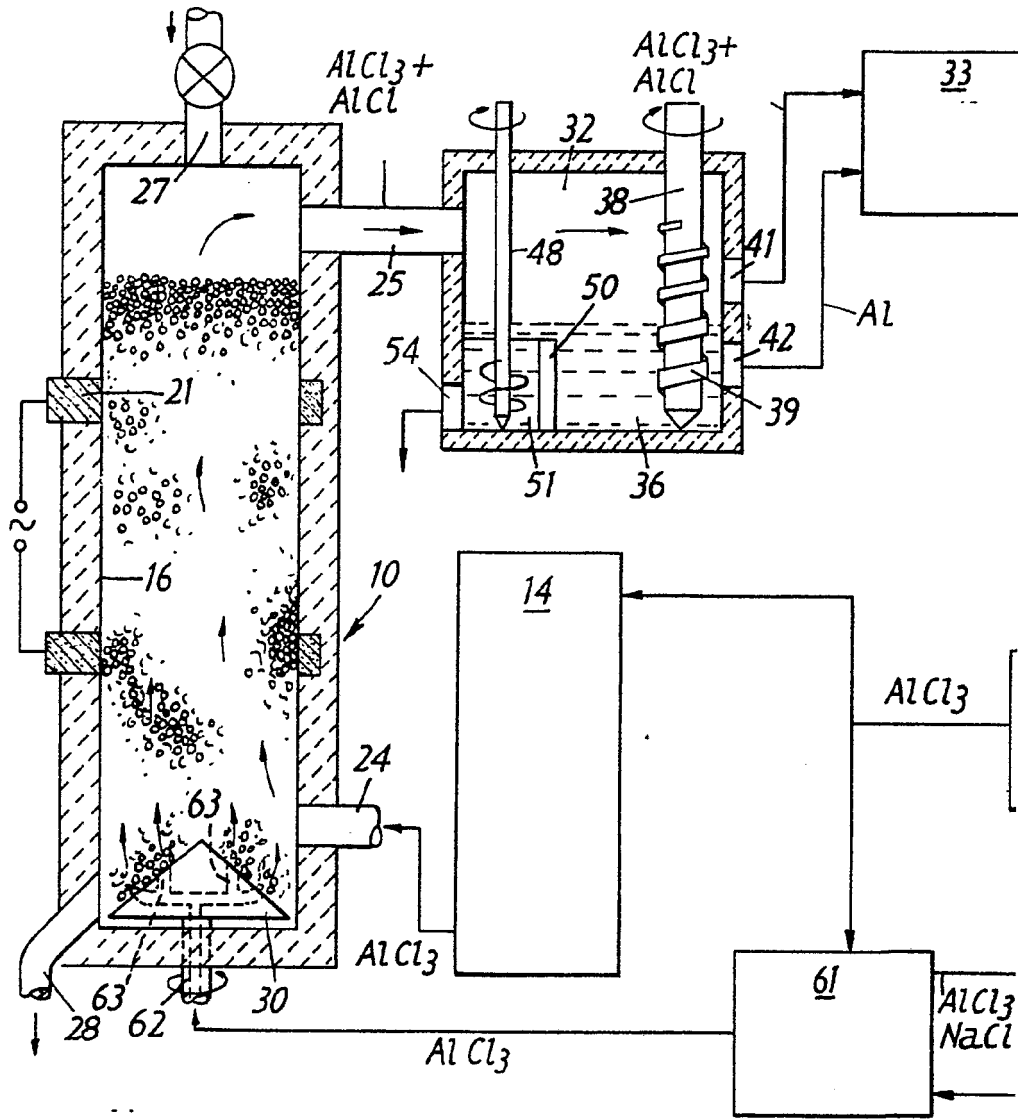
27 OCT. 1968.

Madrid,

P.A.

Alberto de Echeburua
Director General de Patentes

346501



346501

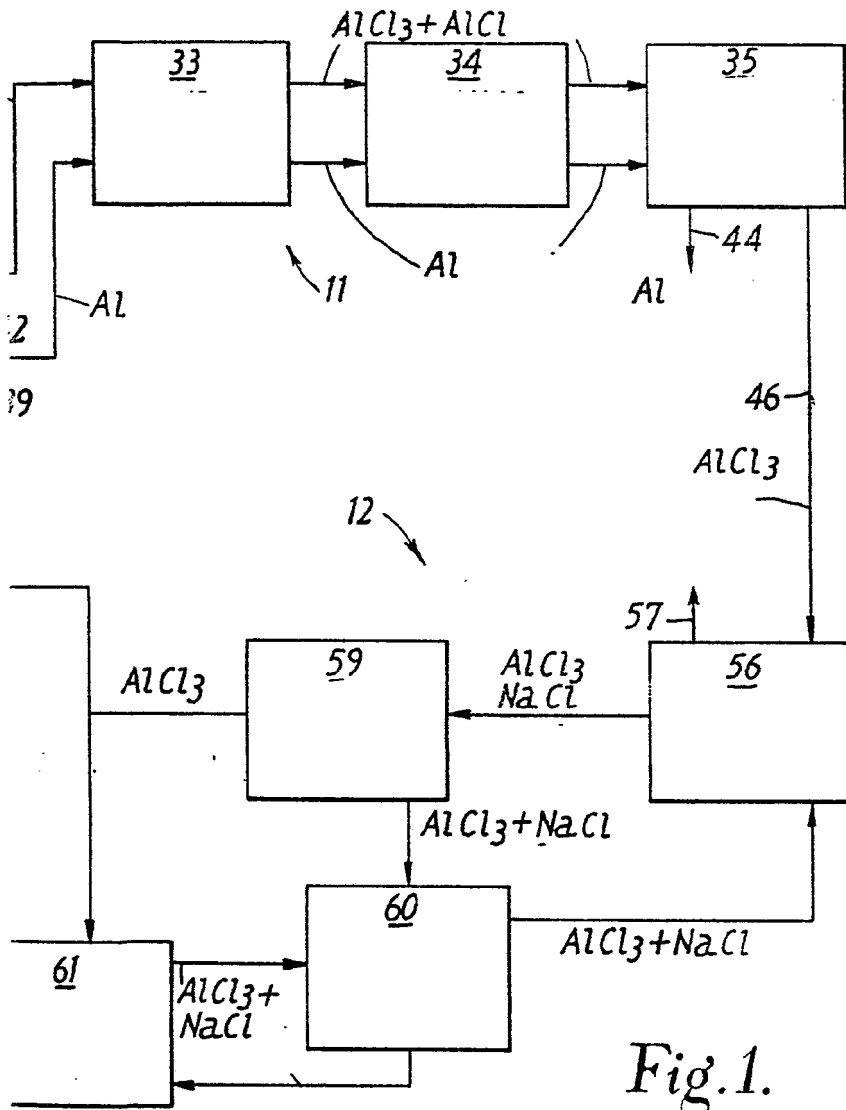


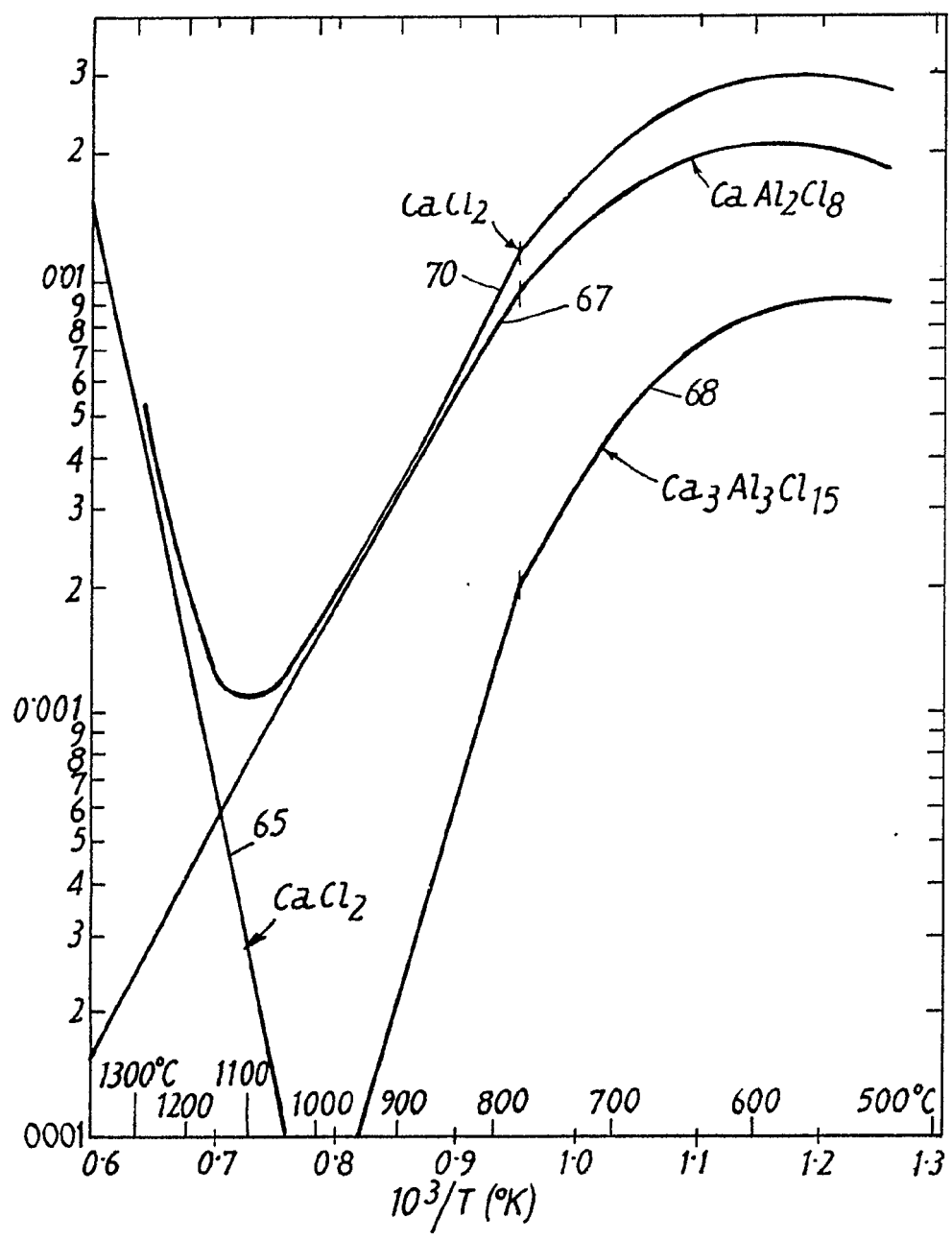
Fig. 1.

346501

[Handwritten Signature]
 Alberto de Eizabey
 Director



Fig. 2.



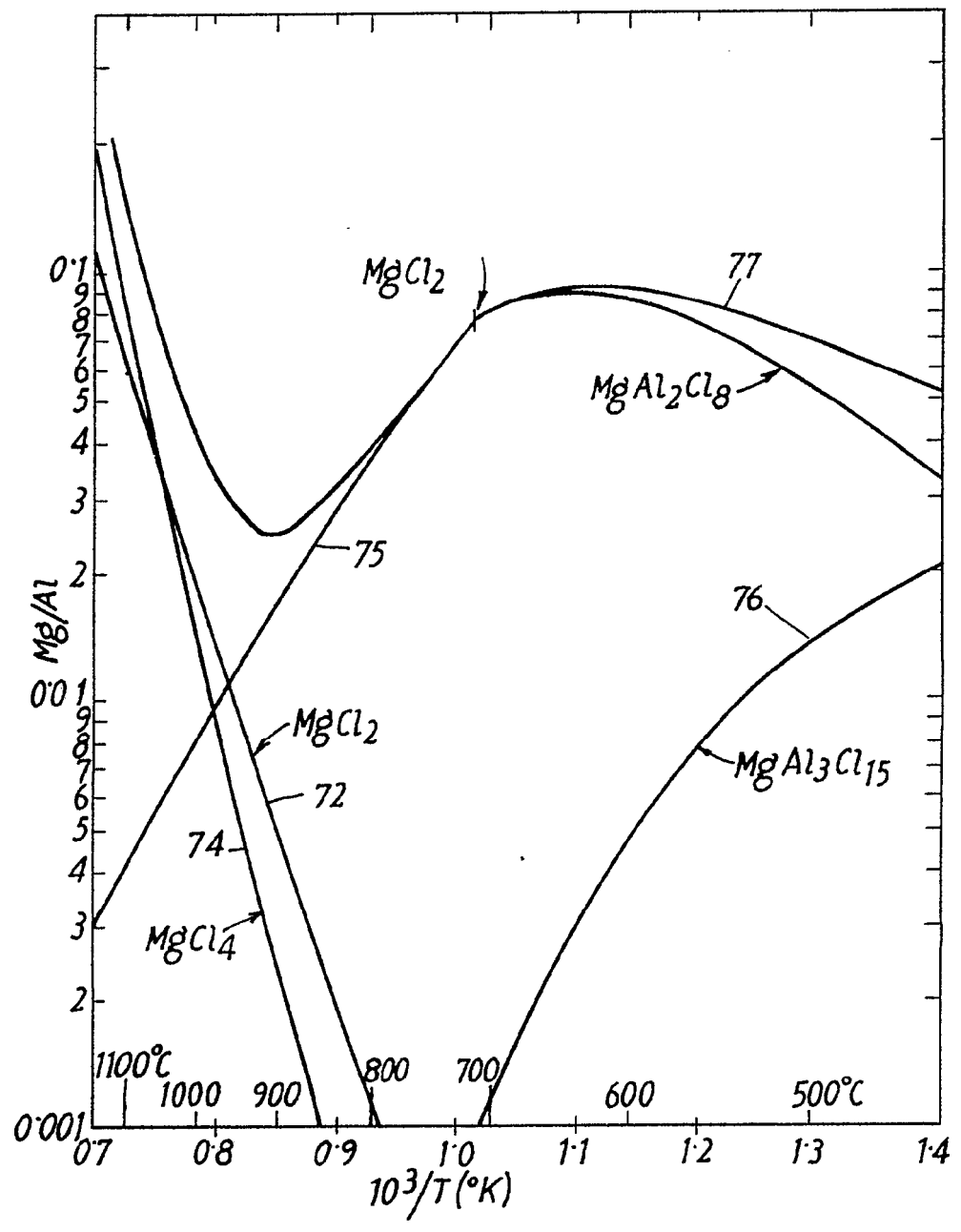
346501

Alberto de Luzar
Alberto de Luzar
Per. P. 1937

346501



Fig.3.



346501