

PROCESO DE REDUCCIÓN DE ÓXIDOS DE METALES DE TRANSICIÓN

CAMPO TÉCNICO

La presente divulgación se refiere en general a procesos para la reducción de metales de transición utilizando metales alcalinos para producir metales de transición reducidos.

ANTECEDENTES

La producción de metales (como el zinc, el hierro, el níquel, el plomo, el cromo, el paladio, el cobre y la plata) suele realizarse a gran escala por vía electroquímica y/o por reducción carbotérmica. Como consecuencia, suele ser muy contaminante y utiliza catalizadores y reactivos no reutilizables. Además, suele ser costoso y consumir mucha energía debido a las numerosas dificultades de los procesos de reducción electroquímica. Las plantas tradicionales de producción de metales son grandes y requieren enormes inversiones de capital para su construcción y funcionamiento. Los procesos de fundición y otros procesos de extracción de metales utilizados habitualmente, a menudo realizados en varias etapas, consumen mucha energía y producen grandes cantidades de dióxido de carbono (CO₂) y otros contaminantes.

Los métodos de producción de níquel más utilizados son el horno de reverbero y la electrorrefinería.

Se habían propuesto numerosas alternativas para la producción de hierro de alta calidad (por ejemplo), con huellas medioambientales sustancialmente menores y menor demanda energética. Los conceptos más estudiados son las refinerías electroquímicas y las tecnologías basadas en la electroobtención.

El documento US 2020/0263313 divulga sistemas y métodos para la electrólisis de óxido fundido. Los conjuntos y sistemas metalúrgicos según el documento US 2020/0263313 pueden incluir un recipiente refractario que incluye unos laterales y una base. La base puede definir una pluralidad de aberturas situadas centralmente dentro de la base. Los lados y la base pueden definir, al menos parcialmente, un volumen interior del recipiente refractario. Los conjuntos pueden incluir una tapa acoplada de forma desmontable al recipiente refractario y configurada para formar un sello con el recipiente refractario. La tapa puede definir una pluralidad de aberturas a través de la tapa. Los conjuntos también pueden incluir un colector de corriente próximo a la base del recipiente refractario. El colector de corriente puede incluir extensiones conductoras colocadas dentro de la pluralidad de aberturas situadas centralmente dentro de la base.

El documento WO 2011/092516 divulga un método para la preparación de hierro o aleaciones de hierro a partir de mineral de hierro, comprendiendo el método las etapas de electrolizar mineral de hierro disuelto en un baño electrolítico que comprende al menos una sal fundida y opcionalmente incluye metales disueltos, y separar el metal de hierro o acero resultante. La al menos una sal fundida se selecciona entre sales de metales alcalinos, metales alcalinotérreos y metales de

transición. El método del documento WO 2011/092516 comprende un proceso de electroobtención o un proceso de extracción de metal líquido/líquido.

El documento EE.UU. 8,764,962 es un método de extracción de un elemento objetivo a partir de una materia prima de óxido del elemento objetivo, que comprende: proporcionar un electrolito de óxido líquido que comprende al menos un 75% en peso de uno o más compuestos de óxido, en el que la materia prima de óxido se disuelve formando especies iónicas de oxígeno y especies iónicas de elemento objetivo; proporcionar un ánodo que comprenda un sustrato anódico metálico en donde un elemento constituya al menos el 50% en peso del sustrato anódico metálico, y en donde dicho elemento sea más reactivo con respecto al oxígeno que el elemento objetivo, teniendo el sustrato anódico metálico una capa de óxido sólido que comprenda uno o más óxidos seleccionados del grupo formado por el elemento objetivo, el sustrato anódico metálico y el electrolito, estando el ánodo en contacto con el electrolito; proporcionar un cátodo en contacto con el electrolito; conducir electrones de las especies iónicas de oxígeno en el electrolito al sustrato metálico a través de la capa de óxido sólido sobre el mismo para formar oxígeno gaseoso; y reducir las especies iónicas del elemento objetivo en el electrolito para formar un líquido del elemento objetivo en el cátodo, teniendo el elemento objetivo una temperatura de fusión superior a 1200°C.

Se han construido varias plantas/reactores a mediana escala basados en la electrólisis. Sin embargo, ninguna ha demostrado poseer un valor añadido con respecto a las fundiciones tradicionales, con problemas de materiales de construcción, electrodos y conductividad electrónica de la fusión. En concreto, las reducciones basadas en la electrólisis no han tenido éxito hasta ahora y no pueden satisfacer la demanda de la UE de descarbonizar la producción de acero para 2030.

Del mismo modo, los procesos reductores basados en el hidrógeno para el acero y otros metales y aleaciones afines aún deben superar importantes barreras tecnológicas para satisfacer esa demanda de descarbonización.

Desde hace tiempo existe la necesidad de un proceso de producción de metales respetuoso con el medio ambiente, que evite la electrólisis y la reducción de hidrógeno y sea eficiente desde el punto de vista energético y económico.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

Las siguientes modalidades y aspectos de las mismas se describen y muestran en conjunción con composiciones y métodos que pretenden ser ejemplares y representativos, no limitativos en su alcance. En varias modalidades, uno o más de los problemas descritos anteriormente se han reducido o eliminado, mientras que otras modalidades se centran en otras ventajas o mejoras.

La presente invención proporciona procesos para la producción de metales de transición y sus aleaciones a partir de los correspondientes óxidos de metales de transición. Los

presentes procesos son sencillos y económicos en comparación con los procesos correspondientes para preparar metales de transición (por ejemplo, la electrólisis), y da lugar a metales por lo general de gran pureza.

Debe entenderse que a lo largo de la presente divulgación el término “metal” se refiere al estado de oxidación cero del elemento metálico, a menos que se especifique como un óxido metálico o un constituyente en óxidos metálicos (es decir, un catión metálico).

La presente invención emplea una secuencia de dos reacciones, de reacciones individuales, que sorprendentemente se encontraron compatibles para una secuencia de reacción (por ejemplo, dentro de una reacción compartida o sistema de reacción) y producen un efecto sinérgico que resulta en un proceso simple, y alto rendimiento y pureza, de conformidad con algunas modalidades. La primera reacción (Reacción I) es una reducción de un óxido de metal de transición utilizando un metal alcalino, opcionalmente, en donde la reacción es pura (es decir, la mezcla de reacción consiste esencialmente en la utilización del óxido de metal de transición y el metal alcalino). En concreto, Se sabe que los metales alcalinos tienen potenciales redox más bajos (más negativos) que los metales de transición, lo que favorece una reacción redox del esquema I:



en donde M^{T} es el átomo del metal de transición; n y m son números enteros (por ejemplo, de 1 a 7), y M^{A} es el metal alcalino.

Así, la primera reacción da como resultado el producto deseado, un metal de transición y un óxido de metal alcalino, de conformidad con algunas modalidades. Es una ventaja que la reacción se lleve a cabo a una temperatura T superior al punto de fusión del metal alcalino, lo que da lugar a una mezcla de reacción en donde el metal alcalino se encuentra en estado fluido, por lo que es altamente reactivo frente al óxido de metal de transición. Además, es ventajoso que el punto de fusión de los metales alcalinos sea relativamente bajo ($\text{Na } 97,8^\circ\text{C}$; $\text{K } 63,5^\circ\text{C}$) y que la reacción redox del esquema I sea exotérmica, lo que favorece la secuencia de dos reacciones con una inversión mínima de energía externa.

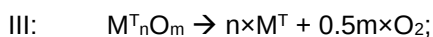
Por último, aunque los metales alcalinos como el sodio y el potasio no se encuentran en la naturaleza, su preparación mediante electrólisis es conveniente y no suelen sufrir los obstáculos de la reducción electrolítica directa de los óxidos de metales de transición, que se suministran como minerales y son difíciles de electrolizar en solución. Además, los metales sodio y potasio se producen electroquímicamente a partir de sus sales NaCl y KCl respectivamente), abundantes en la naturaleza. Estos metales suelen considerarse un subproducto industrial de la industria del cloro gaseoso. Por lo tanto, su empleo no consume energía neta, sino que evita los esfuerzos de eliminación y los daños medioambientales asociados.

La segunda reacción (Reacción II) es la descomposición térmica del óxido de metal alcalino que se forma en la reacción anterior descrita. En concreto, esto se representa en el esquema II:



De forma favorable, la temperatura de descomposición de los óxidos de metales alcalinos no es muy elevada (Na alrededor de 540°C; K alrededor de 300°C), lo que, en conjugación con la baja temperatura de fusión de los mismos y la exotermicidad de la Reacción I, da lugar a un importante efecto sinérgico, que contribuye en gran medida a que el presente proceso supere a los procesos conocidos para la producción de metales de transición.

Otra ventaja del presente proceso se deriva de la reacción neta resultante de la combinación de la secuencia de dos reacciones. En concreto, el esquema de reacción neto de la Reacción I y la Reacción II se muestra a continuación como esquema de reacción III (al equilibrar la ecuación multiplicando el esquema II por m):



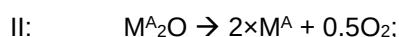
Como se puede apreciar a primera vista por la persona que tiene habilidad ordinaria en la técnica, el esquema de reacción neta III no implica el metal alcalino como un reactante consumido, sino más bien empleado como un catalizador. Esto es una gran ventaja. En primer lugar, el reciclaje de materiales en la síntesis química y comercial a gran escala es muy importante hoy en día, ya que se reconoce que evitar el consumo de materiales conduce a la preservación del medio ambiente. En segundo lugar, dado que el metal alcalino no reacciona de forma neta, el único subproducto de la reacción es el oxígeno, que es un gas no nocivo y además es fácil de separar del metal de transición producido.

Otra ventaja del presente proceso está relacionada con la relativa inercia de los metales alcalinos con respecto a los metales de transición, por lo que no se forman aleaciones de metales alcalinos y metales de transición, ni siquiera a temperaturas elevadas. En combinación con las temperaturas de ebullición relativamente bajas de los metales alcalinos (Na 882,8°C; K 758,8°C, e inferiores a presión reducida) y los altos puntos de ebullición de los metales de transición de primera fila (por ejemplo, Fe 2,862°C; Ni 2,730°C; Cu 2,562 °C), el producto de metales de transición es fácil de aislar mediante la evaporación del oxígeno y del metal alcalino, una vez finalizada la reacción.

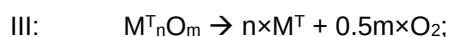
Por último, el presente proceso tiene una ventaja distintiva sobre la preparación de metales de transición conocida, ya que permite un fácil acceso a la formación de aleaciones de metales de transición. En concreto, existen muchas aleaciones muy deseadas que contienen metales de transición (por ejemplo, latón, constantán, nitinol, etc.), cuya preparación requiere altas temperaturas u otras condiciones extremas. El presente proceso ofrece una vía distinta para su formación. En particular, como se ha detallado anteriormente, la reacción del esquema I es exotérmica, lo que, junto con el calentamiento de la mezcla de reacción da lugar a altas temperaturas, de conformidad con algunas modalidades. Por lo tanto, cuando un proceso como el detallado en el presente documento se lleva a cabo en el presente de un segundo óxido de metal, ambos metales pueden ser reducidos (Esquema I) a una temperatura alta, que también puede inducir una reacción de formación de aleación entre los dos metales, de acuerdo con algunas modalidades.

Así, de conformidad con algunas modalidades, se proporciona un proceso para la reducción de un óxido de metal de transición, el proceso comprende:

- (a) proporcionar al menos un óxido de metal de transición que tenga la fórmula $M^T_nO_m$, en donde cada uno de n y m es 1, 2, 3, 4, 5, 6 o 7, en donde M^T es un metal de transición de primera fila seleccionado de entre: Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu y Zn;
- (b) poner en contacto el óxido de metal de transición con un metal alcalino (M^A) en un reactor, y ajustar la temperatura dentro del reactor a una temperatura T, para inducir una secuencia de dos reacciones de los esquemas de reacción I y II:



de modo que una reacción neta, III, resultante de dicha secuencia de dos reacciones no consuma el metal alcalino,



y una mezcla de reacción resultante comprende un metal de transición reducido, un M^T o una aleación del mismo, el metal alcalino y, opcionalmente, oxígeno;

donde M^A es Na o K; y en donde la temperatura T es superior al punto de fusión del metal alcalino e igual o superior a la temperatura de descomposición de M^A_2O ; y

- (c) aislar el metal de transición reducido o aleación del mismo, de la mezcla de reacción.

De conformidad con algunas modalidades, se proporciona un proceso para la reducción de un óxido de metal de transición, el proceso comprende:

- (a) proporcionar al menos un óxido de metal de transición que tenga la fórmula $M^T_nO_m$, en donde cada uno de n y m es 1, 2, 3, 4, 5, 6 o 7, en donde M^T es un metal de transición de primera fila seleccionado de entre: Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu y Zn;
- (b) poner en contacto el óxido de metal de transición con un metal alcalino (M^A) en un reactor, y ajustar la temperatura dentro del reactor a una temperatura T, para proporcionar una mezcla de reacción resultante que comprenda un metal de transición reducido, M^T , o una aleación del mismo, el metal alcalino y, opcionalmente, oxígeno; donde M^A es Na o K; y en donde la temperatura T es superior al punto de fusión del metal alcalino e igual o superior a la temperatura de descomposición de M^A_2O ; y

- (c) aislar el metal de transición reducido o aleación del mismo, de la mezcla de reacción.

De conformidad con algunas modalidades, se proporciona un proceso para la reducción de un óxido de metal de transición, el proceso comprende:

- (a) poner en contacto un óxido de metal de transición (M^T) y un metal alcalino (M^A) en un reactor;
- (b) calentar el óxido de metal de transición y el metal alcalino en el reactor a una temperatura (T) para producir una mezcla de reacción que comprenda un metal de transición reducido (M^T) y el metal alcalino (M^A),

donde la temperatura (T) es superior al punto de fusión del metal alcalino (M^A) e igual o superior a la temperatura de descomposición de un óxido del metal alcalino (M^A_2O);
y

(c) aislar el metal de transición reducido (M^T) de la mezcla de reacción.

5 De conformidad con algunas modalidades, el paso (a) comprende el suministro continuo del al menos un óxido de metal de transición al reactor, de modo que el óxido total de metal de transición proporcionado en el paso (a) esté en exceso molar sobre el metal alcalino del paso (b), siendo el exceso molar de al menos 400%.

10 De conformidad con algunas modalidades, la temperatura T es igual o mayor al punto de ebullición del metal alcalino.

De conformidad con algunas modalidades, el aislamiento del paso (c) implica evaporar el metal alcalino del reactor; y el proceso comprende además el paso (d) de recolectar el metal de transición aislado o una aleación del mismo.

15 De conformidad con algunas modalidades, la temperatura T es igual o mayor al punto de ebullición del metal alcalino, en donde el aislamiento del paso (c) implica evaporar el metal alcalino del reactor; y el proceso comprende además el paso (d) de recolectar el metal de transición aislado o una aleación del mismo.

20 De conformidad con algunas modalidades, el proceso comprende además el paso (e) de condensar el metal alcalino evaporado; y el paso (f) de transferir el metal alcalino condensado al reactor, reciclando así el metal alcalino.

De conformidad con algunas modalidades, el proceso comprende:

- (a) proporcionar al menos un óxido de metal de transición
- (b) combinar el óxido de metal de transición con un metal alcalino a una temperatura T , para inducir la secuencia de dos reacciones;
- 25 (c) evaporar el metal alcalino del reactor para producir un metal de transición aislado o una aleación del mismo;
- (d) recolectar el metal de transición aislado o aleación del mismo;
- (e) condensar el metal alcalino evaporado; y
- (f) transferir el metal alcalino condensado al reactor;

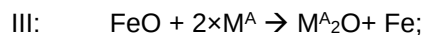
30 en donde el paso (e) puede preceder al paso (d) y en donde el proceso comprende además la repetición de los pasos (a) - (d) para al menos una secuencia adicional.

De conformidad con algunas modalidades, M^T es un metal de transición de primera fila seleccionado del grupo formado por: Fe, Ni, Cr, Cu, Zn y Mn. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

35 De conformidad con algunas modalidades, M^T es Fe;
 $M^T_nO_m$ es Fe_2O_3 , FeO, Fe_3O_4 o una combinación de la misma; y la reacción de los esquemas I y III son:



o



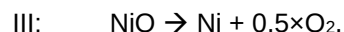
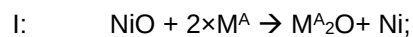
o



III: $\text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow 3\times\text{Fe} + 2\times\text{O}_2$. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

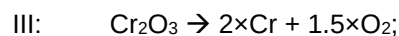
De conformidad con algunas modalidades, M^{T} es Ni;

$\text{M}^{\text{T}}_{\text{n}}\text{O}_{\text{m}}$ es NiO; y la reacción de los esquemas I y III son:

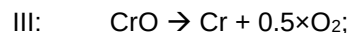
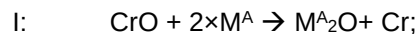


De conformidad con algunas modalidades, M^{T} es Cr;

$\text{M}^{\text{T}}_{\text{n}}\text{O}_{\text{m}}$ es Cr_2O_3 , CrO, CrO_3 o una combinación de la misma; y la reacción de los esquemas I y III son:



o



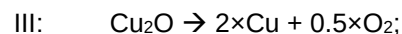
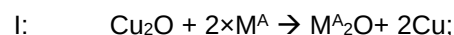
o



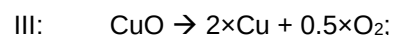
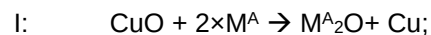
III: $\text{CrO}_3 \rightarrow \text{Cr} + 1.5\times\text{O}_2$. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

De conformidad con algunas modalidades, M^{T} es Cu;

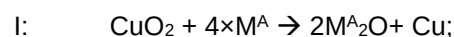
$\text{M}^{\text{T}}_{\text{n}}\text{O}_{\text{m}}$ es Cu_2O , CuO, CuO_2 o una combinación de la misma; y la reacción de los esquemas I y III son:



o

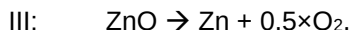
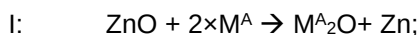


o



III: $\text{CuO}_2 \rightarrow \text{Cu} + \text{O}_2$. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

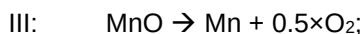
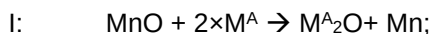
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Zn;
 $M^{Ta}_nO_m$ es ZnO; y la reacción de los esquemas I y III son:



5

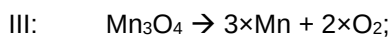
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn;

$M^{Ta}_nO_m$ es MnO, Mn_3O_4 , Mn_2O_3 , MnO_2 , Mn_2O_7 o una combinación de la misma; y la reacción de los esquemas I y III son:



10

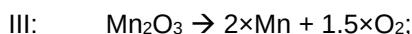
o



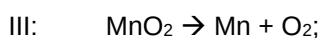
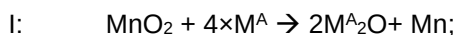
o



15

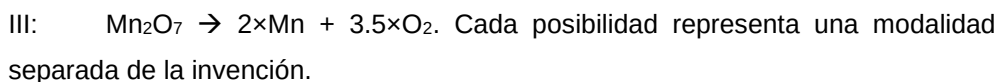


o



o

20



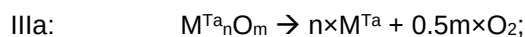
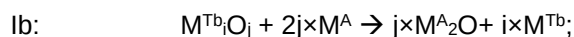
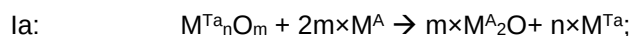
De conformidad con algunas modalidades, el proceso es para la preparación de un metal alcalino, en donde

25

el paso (a) comprende proporcionar al menos dos óxidos de metal de transición con fórmulas $M^{Ta}_nO_m$, y $M^{Tb}_iO_j$, en donde cada una de i y j es 1, 2, 3, 4, 5, 6 o 7, en donde uno de M^{Ta} , M^{Tb} es un metal de transición seleccionado del grupo que consiste de: Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu y Zn; y

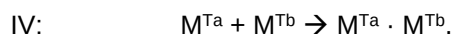
el paso (b) comprende de combinar los óxidos de metal de transición con el metal alcalino, en donde la reacción de los esquemas I y III son:

30

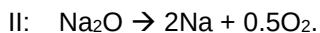


35

y en donde el paso (b) induce además la reacción IV de formación de la aleación:

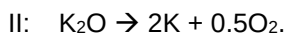


De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es Na y el esquema II es:



De conformidad con algunas modalidades, T está al menos a °C.

5 De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es K y el esquema II es:



De conformidad con algunas modalidades, T está al menos a 300°C.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (c) comprende evaporar el metal alcalino y el oxígeno del reactor para producir un metal de transición aislado o una aleación del mismo con una pureza de al menos el 90% p/p.

10

De conformidad con algunas modalidades, la transición del metal es Fe, Co, Ni o Cu, y la pureza es de al menos 99% p/p.

De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de la reacción del paso (b) está sustancialmente desprovista de disolventes y portadores adicionales, y está constituida esencialmente por el óxido de metal de transición, el metal alcalino y el metal de transición reducido del producto o una aleación del mismo.

15

De conformidad con algunas modalidades, la secuencia de dos reacciones del paso (b) se lleva a cabo en un entorno protegido del aire y del agua.

De conformidad con algunas modalidades, el proceso además comprende proporcionar un sistema que comprende:

20

un reactor, que comprende:

una cubierta definir una cámara de reacción, y

una entrada de óxido de metal de transición, una entrada de metal alcalino, una salida de metal alcalino y una salida de metal de transición aislado o aleación, donde cada una de dichas entradas y salidas están en comunicación fluida con la cámara de reacción;

25

un recipiente de metal alcalino que comprende una entrada de metal alcalino y una salida de metal alcalino;

un recipiente aislado de metal de transición o aleación que comprende una entrada de metal de transición;

30

un condensador, configurado para condensar el metal alcalino evaporado, el condensador comprende un extremo proximal conectado a la salida de metal alcalino del reactor, y un extremo distal conectado a la entrada de metal alcalino del recipiente de metal alcalino;

35

un tubo de transferencia de metal alcalino que comprende un extremo proximal conectado a la entrada de metal alcalino del reactor, y un extremo distal conectado a la salida de metal alcalino del recipiente de metal alcalino;

un tubo de transferencia de metal de transición que comprende un extremo proximal conectado a la salida de metal de transición del reactor, y un extremo distal conectado a la entrada de metal de transición del recipiente aislado de metal de transición o aleación.

5 De conformidad con algunas modalidades, el reactor además comprende una entrada de gas inerte y una salida de gas, donde cada una se encuentra en comunicación fluida con la cámara de reacción, y la entrada de gas inerte se encuentra en fluida comunicación con una fuente de gas inerte.

De conformidad con algunas modalidades, el presente proceso comprende:

- 10 (a) suministrar el al menos un óxido de metal de transición a la cámara de reacción a través de la entrada de óxido de metal de transición;
- (b) combinar el óxido de metal de transición con un metal alcalino dentro de la cámara de reacción, para inducir la secuencia de dos reacciones;
- 15 (c) evaporar el metal alcalino a través de la salida de metal alcalino del reactor para producir un metal de transición aislado o una aleación del mismo;
- (d) transferir el metal de transición aislado o aleación del mismo al recipiente de metal de transición aislado o aleación del mismo a través del tubo de transferencia de metal de transición;
- (e) condensar el metal alcalino evaporado mediante el condensador en el recipiente de metal alcalino; y
- 20 (f) transferir el metal alcalino condensado desde el recipiente de metal alcalino al reactor a través del tubo de transferencia de metal alcalino;

en donde el paso (e) puede ir antes que el paso (d).

25 De conformidad con algunas modalidades, el paso (b) además comprende la inserción de un gas inerte dentro de la cámara de reacción a través de la entrada de gas inerte, manteniendo así un entorno de reacción protegido del aire.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (b), el paso (c) o ambos además comprenden evacuar el gas oxígeno formado a través de la salida de gas del reactor.

30 De conformidad con algunas modalidades, el condensador además comprende una válvula unidireccional, colocada entre su extremo proximal y distal, en donde la válvula está configurada para regular el flujo de metal alcalino evaporado del reactor al recipiente de metal alcalino;

el tubo de transferencia de metal alcalino además comprende una válvula unidireccional, colocada entre su extremo proximal y distal, en donde la válvula está configurada para regular el flujo de metal alcalino condensado desde el recipiente de metal alcalino al reactor;

35

el tubo de transferencia de metal de transición además comprende una válvula unidireccional, colocada entre su extremo proximal y distal, en donde la válvula está configurada para regular el flujo de metal de transición aislado o aleación metálica desde el rector hasta el recipiente de metal de transición aislado o aleación metálica.

5 Otras modalidades y el ámbito de aplicación de la presente invención se desprenderán de la descripción detallada que figura a continuación. Sin embargo, debe entenderse que la descripción detallada y los ejemplos específicos, aunque indican modalidades preferidas de la invención, se dan sólo a modo de ejemplo, ya que varios cambios y modificaciones dentro del espíritu y alcance de la invención serán evidentes para los expertos en la materia a partir de esta descripción detallada.

10

Además de los aspectos y modalidades ejemplares descritos anteriormente, otros aspectos y modalidades se pondrán de manifiesto por referencia a las figuras y mediante el estudio de las siguientes descripciones detalladas.

15

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Las figuras adjuntas, que se incluyen para proporcionar una mayor comprensión de la invención y se incorporan y constituyen una parte de esta especificación, muestran modalidades de la invención y junto con la descripción sirven para explicar los principios de la invención en donde:

20

La figura 1 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción de al menos un óxido de metal de transición en el correspondiente metal de transición o aleación del mismo, de conformidad con algunas modalidades.

La figura 2 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción de al menos un óxido de metal de transición en el correspondiente metal de transición o aleación del mismo, de conformidad con algunas modalidades.

25

La figura 3 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción de Fe_2O_3 en hierro, de conformidad con algunas modalidades.

La figura 4 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción de FeO en hierro, de conformidad con algunas modalidades.

30

La figura 5 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción de NiO en níquel, de conformidad con algunas modalidades.

La figura 6 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción de Cr_2O_3 en cromo, de conformidad con algunas modalidades.

La figura 7 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción de Cu_2O en cobre, de conformidad con algunas modalidades.

35

La figura 8 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción de ZnO en zinc, de conformidad con algunas modalidades.

La figura 9 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción de TiO_2 en titanio, de conformidad con algunas modalidades.

La figura 10 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción simultánea de ZnO en zinc y CuO_2 en cobre, y la formación de una aleación Cu-Zn a partir de ella, de conformidad con algunas modalidades.

La figura 11 es un diagrama de bloques que representa un proceso para la reducción simultánea de NiO en níquel y Fe_2O_3 en hierro, y la formación de una aleación Fe-Ni a partir de ella, de conformidad con algunas modalidades,

Las figuras 12A y 12B son patrones de difracción de rayos X (DRX) de hierro producido a partir de dos reacciones individuales entre Fe_2O_3 y Na, de conformidad con algunas modalidades del presente proceso.

La figura 13A es un gráfico que representa la temperatura medida ($^{\circ}\text{C}$) dentro del reactor frente al tiempo (min) durante la reacción entre Cu_2O y Na para formar cobre, de conformidad con algunas modalidades del presente proceso.

La figura 13B es un patrón de DRX de cobre producido una reacción entre Cu_2O y Na, de conformidad con algunas modalidades del presente proceso.

La figura 14A es un gráfico que representa la temperatura medida ($^{\circ}\text{C}$) dentro del reactor frente al tiempo (min) durante la reacción entre NiO y Na para formar níquel, de conformidad con algunas modalidades del presente proceso.

La figura 14B es un patrón de DRX de níquel producido una reacción entre NiO y Na, de conformidad con algunas modalidades del presente proceso.

La figura 15A es un gráfico que representa la temperatura medida ($^{\circ}\text{C}$) dentro del reactor frente al tiempo (min) durante la reacción entre Cr_2O_3 y Na para formar cromo, de conformidad con algunas modalidades del presente proceso.

La figura 15B es un patrón de DRX de cromo producido una reacción entre Cr_2O_3 y Na, de conformidad con algunas modalidades del presente proceso.

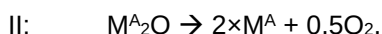
DESCRIPCIÓN DETALLADA

A continuación, se describen diversos aspectos de la divulgación. A efectos explicativos, se exponen configuraciones y detalles específicos con el fin de proporcionar una comprensión completa de los diferentes aspectos de la divulgación. Sin embargo, también será evidente para un experto en la materia que la divulgación puede llevarse a la práctica sin que se presenten aquí detalles específicos. Además, pueden omitirse o simplificarse características bien conocidas para no oscurecer la divulgación.

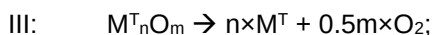
Antes de que la presente divulgación se describa en mayor detalle, debe entenderse que esta divulgación no se limita a las modalidades particulares descritas, y como tal puede, por supuesto, variar. También debe entenderse que la terminología empleada en el presente documento

es con la finalidad de sólo describir modalidades específicas y no pretende ser limitante ya que el alcance de la presente divulgación se limitará sólo por las reivindicaciones adjuntas.

De conformidad con algunas modalidades, se proporciona un proceso para la reducción de uno o más óxidos de metales de transición en los correspondientes metales de transición o aleaciones que contengan los mismos. El presente proceso se basa en la secuencia de dos reacciones de:



en donde M^T , M^A , n y m son como se describen en el presente documento, y que da lugar a la reacción neta del esquema III:



En el presente documento se exponen varias ventajas del presente procedimiento con respecto a la técnica actual. En resumen:

(i) Se descubrió que las reacciones I y II son compatibles entre ellas de modo que puedan realizarse secuencialmente (por ejemplo, dentro de un sistema de reacción), lo que resulta ser un procedimiento sencillo, de conformidad con algunas modalidades.

(ii) Se descubrió que las reacciones I y II tienen un efecto sinérgico que resulta en un alto rendimiento, de conformidad con algunas modalidades.

(iii) La sinergia anterior además da lugar a metales y aleaciones de gran pureza, de conformidad con algunas modalidades.

(iv) La reacción puede realizarse en estado puro (es decir, sin disolventes), lo que es beneficioso para el medio ambiente, de conformidad con algunas modalidades.

(v) Llevar a cabo la reacción a una temperatura por encima del punto de fusión del metal alcalino da como resultado una mezcla de reacción, en la que el metal alcalino se encuentra en un estado fluido reactivo, de conformidad con algunas modalidades.

(vi) El empleo de metales alcalinos es ventajoso ya que su punto de fusión es relativamente bajo, por lo que sólo se necesita invertir una energía moderada, o ninguna energía neta, de conformidad con algunas modalidades. Por ejemplo, los metales sodio y potasio se consideran subproductos, que pueden utilizarse en lugar de desecharse, lo que supone una ventaja económica y medioambiental.

(vii) La reacción redox I es exotérmica, lo que favorece la secuencia de dos reacciones con una inversión mínima de energía externa - otra ventaja económica y medioambiental, de conformidad con algunas modalidades.

(viii) La electrosíntesis de metales alcalinos, que son los catalizadores de la reacción es conveniente, de conformidad con algunas modalidades.

(ix) La temperatura de descomposición de los óxidos de metales alcalinos no es muy elevada, lo que favorece aún más la secuencia de dos reacciones con una inversión mínima de

energía externa, otra ventaja económica y medioambiental, de conformidad con algunas modalidades.

(x) la reacción neta III, que representa la combinación de las reacciones I y II no consume el(los) metal(es) alcalino(s), es decir, se utilizan como catalizadores. Dado que se utilizan como catalizador, se reciclan de forma inherente, de modo que sólo se necesita una pequeña cantidad de metales alcalinos para producir grandes cantidades de metales de transición o aleaciones mediante el presente proceso, lo que también supone una ventaja tanto económica como medioambiental.

(xi) El único subproducto de la reacción-secuencia de la presente invención es el oxígeno, que es un gas no nocivo y también es fácil de separar del metal de transición producido, de conformidad con algunas modalidades.

(xii) Los metales alcalinos no reaccionan fácilmente con los metales de transición, es decir, no se forman aleaciones de metales alcalinos y metales de transición en las condiciones del presente proceso, dejando la mezcla posterior a las reacciones sustancialmente limpia de contaminantes secundarios, de conformidad con algunas modalidades.

(xiii) Los metales alcalinos tienen bajas temperaturas de ebullición, mientras que los metales de transición de primera fila tienen altos puntos de ebullición, lo que facilita el aislamiento de los metales de transición o aleaciones del producto mediante la evaporación del oxígeno y el metal alcalino tras la finalización de la reacción, de conformidad con algunas modalidades.

(xiv) Cuando el proceso se lleva a cabo en presencia de un segundo metal u óxido metálico, la exotermicidad combinada de la Reacción I y el calentamiento de la mezcla de reacción, pueden conducir a la formación de una aleación a partir del primer metal (es decir, el metal de transición, que se proporcionó inicialmente como un óxido) y el segundo metal, de conformidad con algunas modalidades.

De conformidad con algunas modalidades, se proporciona un proceso para la reducción de un óxido de metal de transición, el proceso comprende pasos a realizar del (a) al (c) y, opcionalmente, pasos adicionales, como se explica en el presente documento.

Se hace ahora referencia específica al paso (a) del presente proceso, que comprende proporcionar al menos un óxido de metal de transición, de conformidad con algunas modalidades.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (a) comprende proporcionar al menos un óxido de metal de transición con fórmula $M^T_nO_m$. De conformidad con algunas modalidades, el paso (a) comprende proporcionar un óxido de metal de transición con fórmula $M^T_nO_m$. De conformidad con algunas modalidades, el paso (a) comprende proporcionar un único óxido de metal de transición con fórmula $M^T_nO_m$.

En concreto, como puede ser entendido por la persona que tiene habilidad ordinaria en la técnica, la provisión de más de un óxido de metal de transición de fórmula $M^T_nO_m$ en el paso

(a) puede conducir, de conformidad con algunas modalidades, a la formación de una aleación de metal de transición tras la finalización del presente proceso, como se elabora en el presente documento. Como alternativa, de conformidad con algunas modalidades, el suministro de un óxido de metal de transición de fórmula $M^T_nO_m$ en el paso (a) puede conducir a la formación de un metal de transición reducido al finalizar el presente proceso. En especial, si la mezcla de reacción del paso (b) no contiene metales u óxidos metálicos, que sean aleables con el metal de transición proporcionado en el paso (a), el resultado de la secuencia de dos reacciones del paso (b) será un metal de transición, de conformidad con algunas realizaciones. Sin embargo, si otro metal, el cual es aleable con el metal de transición proporcionado en el paso (a), o un óxido que es aleable con el metal de transición proporcionado en el paso (a), o un óxido de dicho metal aleable está presente en la mezcla de reacción del paso (b), se puede formar una aleación a partir de los dos metales.

De conformidad con algunas modalidades, n es 1, 2, 3, 4, 5, 6 o 7. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención. De conformidad con algunas modalidades, n es 1, 2 o 3.

De conformidad con algunas modalidades, m es 1, 2, 3, 4, 5, 6 o 7. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

De conformidad con algunas modalidades, M^T es un metal. De conformidad con algunas modalidades, M^T es un metal de transición. De conformidad con algunas modalidades, M^T es un metal de transición de primera fila.

En general, el término “elemento de metal de transición de primera fila” se refiere a cualquiera de los elementos 21-29, en particular, escandio (Sc), titanio (Ti), vanadio (V), cromo (Cr), manganeso (Mn), hierro (Fe), cobalto (Co), níquel (Ni) y cobre (Cu).

De conformidad con algunas modalidades, M^T se selecciona del grupo formado por: Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu y Zn. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es Sc. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es Ti. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es V. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es Cr. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es Mn. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es Fe. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es Co. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es Ni. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es Cu. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es Zn.

De conformidad con algunas modalidades, el óxido de metal de transición se proporciona en el paso (a) como un sólido.

Como se detalla en el presente documento, durante el paso (b) el óxido de metal de transición se consume para proporcionar un metal de transición y oxígeno, mientras que el metal alcalino se conserva y se recicla, de conformidad con algunas modalidades. Esto permite aportar

continuamente óxido de metal de transición adicional a la mezcla de reacción y obtener continuamente metal de transición adicional.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (a) comprende el suministro continuo del al menos un óxido de metal de transición al reactor, de modo que el óxido total de metal de transición proporcionado en el paso (a) esté en exceso molar sobre el metal alcalino del paso (b). De conformidad con algunas modalidades, el paso (a) comprende el suministro gradual del al menos un óxido de metal de transición al reactor. Debe entenderse que en cualquier momento durante el paso (b) el metal alcalino puede dentro del reactor estar en exceso molar sobre el óxido de metal de transición en el mismo, de conformidad con algunas modalidades, sin embargo, de acuerdo con la presente modalidad, el óxido de metal de transición se añade continuamente y se consume de manera que el óxido de metal de transición total proporcionado en el tiempo está en exceso molar sobre el catalizador de metal alcalino.

A efectos de esta especificación, el término “continuamente” significa que el óxido de metal de transición se añade al reactor a lo largo del tiempo. El término no se limita a la adición ininterrumpida o interrumpida (por ejemplo, por lotes) del óxido de metal de transición.

De conformidad con algunas modalidades, el exceso molar es de al menos 50% mol/mol, al menos 100% mol/mol, al menos 200% mol/mol, al menos 300% mol/mol, al menos 400% mol/mol, al menos 500% mol/mol, al menos 750% mol/mol, al menos 1,000% mol/mol, al menos 2,000% mol/mol, al menos 5,000% mol/mol o al menos 10,000% mol/mol. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención. De conformidad con algunas modalidades, el exceso molar se encuentra en el rango de 100% a 1,000,000% mol/mol, 500% a 1,000,000% mol/mol, 1,000% a 1,000,000% mol/mol o 10,000% a 1,000,000% mol/mol. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención e incluyendo cada valor y subrango dentro del rango especificado.

Debe entenderse que “exceso molar de X%” como se utiliza en el presente documento significa que la cantidad de mol total del óxido de metal de transición eventualmente añadido al paso (a) sobrepasa la cantidad de mol del metal alcalino utilizado por X%, por ejemplo, si la reacción del paso (b) comienza con 10 moles de metal sódico en un reactor y se añaden 100 moles de Fe_2O_3 al reactor en el transcurso de 5 horas hasta que cesa la reacción, se dice que el óxido de metal de transición, Fe_2O_3 , se añadió con un exceso molar del 900% sobre el metal alcalino.

De conformidad con algunas modalidades, el al menos un metal de transición se selecciona del grupo que consiste en: Sc_2O_3 , TiO_2 , Ti_2O_3 , VO, V_2O_3 , VO_2 , V_2O_5 , Cr_2O_3 , CrO, CrO_3 , MnO, Mn_3O_4 , Mn_2O_3 , MnO_2 , Mn_2O_7 , Fe_2O_3 , FeO, Fe_3O_4 , CoO, Co_2O_3 , Co_3O_4 , NiO, Cu_2O , CuO, CuO_2 , ZnO y cualquier combinación de los mismos. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

De conformidad con algunas modalidades, $\text{M}^{\text{T}}_n\text{O}_m$ comprende Sc_2O_3 .

De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende TiO_2 , Ti_2O_3 o una combinación de los mismos. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende TiO_2 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Ti_2O_3 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende una mezcla de óxidos de titanio.

5 De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende VO, V_2O_3 , VO_2 , V_2O_5 o una combinación de los mismos. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende VO. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende V_2O_3 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende VO_2 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende V_2O_5 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende una mezcla de
10 óxidos de vanadio.

De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Cr_2O_3 , CrO, CrO_3 o una combinación de los mismos. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Cr_2O_3 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende CrO. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende CrO_3 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$
15 comprende una mezcla de óxidos de cromo.

De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende MnO, Mn_3O_4 , Mn_2O_3 , MnO_2 , Mn_2O_7 o una combinación de los mismos. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende MnO. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Mn_3O_4 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Mn_2O_3 . De conformidad con algunas
20 modalidades, $M^T_nO_m$ comprende MnO_2 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Mn_2O_7 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende una mezcla de óxidos de magnesio.

De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Fe_2O_3 , FeO, Fe_3O_4 o una combinación de los mismos. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende
25 Fe_2O_3 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende FeO. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Fe_3O_4 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende una mezcla de óxidos de hierro.

De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Co_2O_3 , CoO, Co_3O_4 o una combinación de los mismos. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende
30 Co_2O_3 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende CoO. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Co_3O_4 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende una mezcla de óxidos de cobalto.

De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende NiO.

De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Cu_2O , CuO, CuO_2 o
35 una combinación de los mismos. De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende Cu_2O . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende CuO. De conformidad con

algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende CuO_2 . De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende una mezcla de óxidos de cobre.

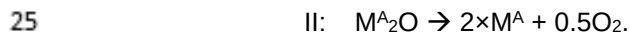
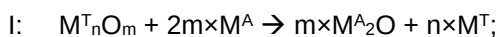
De conformidad con algunas modalidades, $M^T_nO_m$ comprende ZnO .

5 Se hace ahora referencia específica al paso (b) del presente proceso, que comprende combinar el óxido de metal de transición con un metal alcalino (MA) en un reactor, y ajustar la temperatura dentro del reactor a la temperatura T o superior, para inducir la secuencia de dos reacciones de los esquemas I y II, de conformidad con algunas modalidades.

10 De conformidad con algunas modalidades, el paso (b) comprende hacer reaccionar el óxido de metal de transición con el metal alcalino a la temperatura T. De conformidad con algunas modalidades, el paso (b) comprende hacer reaccionar el óxido de metal de transición con el metal alcalino a la temperatura T o superior.

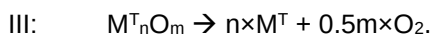
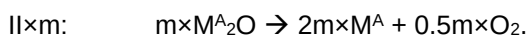
15 De conformidad con algunas modalidades, el paso (b) comprende combinar el óxido de metal de transición con el metal alcalino (M^A). De conformidad con algunas modalidades, la acción de combinar el óxido de metal de transición con un metal alcalino se realiza a la temperatura T. Específicamente, en el caso de que la reacción aún no haya comenzado, se requiere calentamiento externo para alcanzar la temperatura T, de conformidad con algunas modalidades. Como alternativa, después de que comenzó la reacción, una vez iniciada la reacción, su exotermicidad puede mantener o elevar, al menos parcialmente, la temperatura interna, de modo que se requiera menos calentamiento externo o incluso el calentamiento externo pueda cesar, al menos temporalmente, de conformidad con algunas modalidades.

20 De conformidad con algunas modalidades, la combinación del óxido de metal de transición y el metal alcalino a la temperatura T en un reactor, induce la secuencia de dos reacciones de los esquemas de reacción I y II:



De conformidad con algunas modalidades, la combinación del óxido de metal de transición y el metal alcalino a la temperatura T en un reactor, induce la secuencia de dos reacciones de los esquemas I y II:

30 De conformidad con algunas modalidades, la combinación de los esquemas de reacción I y II (multiplicada por m) da lugar a una reacción neta, representada por el esquema de reacción III:



35 Debe entenderse que para equilibrar y restar las ecuaciones de los esquemas I y II, la ecuación del esquema II debe multiplicarse por m (el número de átomos de oxígeno en el compuesto de óxido de metal de transición).

De conformidad con algunas modalidades, el valor de la temperatura T se selecciona de forma que se lleven a cabo las reacciones de los esquemas I y II. En otras palabras, la temperatura T aporta suficiente energía al sistema de reacción para superar la energía de activación de ambas reacciones y proporciona las condiciones de reacción adecuadas.

5 Para la reacción del Esquema I, un parámetro clave es el estado físico de los reactivos, de conformidad con algunas modalidades. En concreto, de conformidad con algunas modalidades, es ventajoso que las reacciones del presente método se realizan en estado puro (es decir, sin disolventes). Del mismo modo, tanto los reactivos de metal alcalino como de óxido de metal de transición se encuentran en estado sólido a temperatura ambiente, lo cual tiende a disminuir o
10 prevenir reacciones químicas. Así, de conformidad con algunas modalidades, la temperatura T está sobre el punto de ebullición del metal alcalino. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino se encuentra en un estado fluido a temperatura T. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino se encuentra en un estado líquido a temperatura T. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino se encuentra en un estado gaseoso a temperatura T.

15 Para la reacción del Esquema II, un parámetro clave es la energía de activación necesaria para descomponer el óxido de metal alcalino, de conformidad con algunas modalidades. Por lo tanto, de conformidad con algunas modalidades, la temperatura T es igual o mayor a la temperatura de descomposición de M^A_2O . De conformidad con algunas modalidades, la temperatura T está sobre la temperatura de descomposición de M^A_2O .

20 El término “metal alcalino” como se utiliza en el presente documento cubre cualquier compuesto que incluya un metal alcalino en estado de oxidación 0 (cero). Así, este término incluye metal de sodio, Na(0), y metal de potasio, K(0), así como sus aleaciones, en los que al menos un metal alcalino en su estado de oxidación cero, por ejemplo, NaK.

De conformidad con algunas modalidades, en donde el metal alcalino (M^A) es Na o
25 K. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es Na. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es K. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición es NaK.

La aleación de sodio-potasio, comúnmente conocida como NaK es una aleación de los metales alcalinos sodio potasio que normalmente es líquido a temperatura ambiente.

30 De conformidad con algunas modalidades, la temperatura T es al menos 300°C, al menos 350°C, al menos 400°C, al menos 450°C, al menos 500°C, al menos 540°C al menos 600°C, al menos 700°C, al menos 800°C o al menos 900°C. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención. De conformidad con algunas modalidades, la temperatura T está en el rango de 300°C a 3,000°C, 540°C a 3,000°C o 900°C a 3,000°C. Cada posibilidad representa una
35 modalidad separada de la invención e incluyendo cada valor y subrango dentro del rango especificado.

De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es sodio y la temperatura T está sobre el punto de ebullición del sodio. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es sodio y el sodio a temperatura T se encuentra en estado fluido. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es sodio y el sodio a temperatura T se encuentra en estado líquido. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es sodio y el sodio a temperatura T se encuentra en estado gaseoso. En condiciones normales, los puntos de ebullición y fusión del sodio son 97.8°C y 883°C respectivamente y la temperatura de descomposición del Na_2O es 540°C. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es sodio y la T es de al menos 100°C. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es sodio y la T es de al menos 540°C. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es sodio y la T es de al menos 883°C.

De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es potasio y la temperatura T está sobre el punto de ebullición del potasio. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es potasio y el potasio a temperatura T se encuentra en estado fluido. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es potasio y el potasio a temperatura T se encuentra en estado líquido. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es potasio y el potasio a temperatura T se encuentra en estado gaseoso. En condiciones normales, los puntos de ebullición y fusión del potasio son 63.5°C y 758.8°C respectivamente y la temperatura de descomposición del K_2O es 300°C. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es potasio y la T es de al menos 63°C. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es potasio y la T es de al menos 758.8°C. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es potasio y la T es de al menos 300°C.

De conformidad con algunas modalidades, la reacción del Esquema I se lleva a cabo de forma pura. De conformidad con algunas modalidades, la reacción del Esquema II se lleva a cabo de forma pura. De conformidad con algunas modalidades, la secuencia de dos reacciones del paso (b) se lleva a cabo de forma pura.

De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción del paso (b) está sustancialmente desprovisto de disolventes adicionales. De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción del paso (b) está sustancialmente desprovisto de disolventes y portadores.

El término “disolvente” se refiere a un componente no reactivo de una composición que reduce la viscosidad de la misma. Por lo general, un disolvente tiene una volatilidad tal que se elimina en condiciones de trabajo (como temperatura elevada y/o presión reducida), tras la conclusión de una reacción química. El término “disolventes sustancialmente desprovistos” o “sin disolventes” se refiere a una composición que no contiene disolvente, o que sustancialmente no contiene disolvente, tal como se ha definido anteriormente. Las composiciones que sustancialmente no contienen disolvente pueden contener trazas, como $\leq 5\%$ p/p $\leq 3\%$ p/p, $\leq 2\%$ p/p, $\leq 1\%$ o $\leq 0,5\%$ p/p de disolvente de conformidad con algunas modalidades.

De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de la reacción del paso (b) está constituida esencialmente por el óxido de metal de transición, el metal alcalino y el metal de transición reducido del producto o una aleación del mismo. De conformidad con algunas modalidades, la fase condensada dentro del reactor durante el paso (b) está constituida esencialmente por el óxido de metal de transición, el metal alcalino y el metal de transición reducido del producto o una aleación del mismo.

El término “constituida esencialmente por” quiere decir que la mezcla de la reacción del paso (b) incluye sobre todo el óxido de metal de transición, el metal alcalino y el metal de transición reducido del producto o una aleación del mismo. En concreto, no incluye cantidades sustanciales de disolventes o portadores o cualquier constituyente que no intervenga en los esquemas de reacción I y II, de conformidad con algunas modalidades. De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de la reacción del paso (b) incluye no más del 5% p/p, no más del 3% p/p, no más del 2% p/p o no más del 1% p/p de otros compuestos. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención. Otros compuestos pueden incluir impurezas procedentes de la producción o extracción del óxido de metal de transición.

De conformidad con algunas modalidades, la reacción neta, III, resultante de dicha secuencia de dos reacciones no consume el metal alcalino, De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino se utiliza como catalizador en la secuencia de dos reacciones del paso (b). De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino se recicla en la secuencia de dos reacciones del paso (b).

Debe entenderse que, aunque la reacción neta III no consume el metal alcalino, parte del metal alcalino puede consumirse gradualmente durante el paso (b). En concreto, las reacciones secundarias que pueden tener lugar cuando el óxido de metal de transición es impuro o de grado inferior, pueden consumir gradualmente al menos parte del metal alcalino. No obstante, la reacción neta específica III no consume el metal alcalino.

De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción resultante formada al poner en contacto el óxido de metal de transición y el metal alcalino en el paso (b) se encuentra en estado fluido. De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción resultante formada al poner en contacto el óxido de metal de transición y el metal alcalino en el paso (b) se encuentra en estado líquido. De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción resultante formada al poner en contacto el óxido de metal de transición y el metal alcalino en el paso (b) es una mezcla heterogénea. De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción resultante formada al poner en contacto el óxido de metal de transición y el metal alcalino en el paso (b) es una mezcla heterogénea líquido-sólido, líquido-líquido, gas-sólido o gas-líquido. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción formada al llevar a cabo la secuencia de dos reacciones del paso (b) comprende el metal de transición reducido, M^T ,

o aleación del mismo. De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción formada al llevar a cabo la secuencia de dos reacciones del paso (b) además comprende oxígeno. De conformidad con algunas modalidades, el gas oxígeno se separa de la mezcla de reacción.

5 De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción del paso (b) no contiene metales u óxidos de metales, que sean aleables con el metal de transición proporcionado en el paso (a).

10 De conformidad con algunas modalidades, la mezcla de reacción del paso (b) contiene metales aleables u óxidos de metales, que son aleables con el metal de transición proporcionado en el paso (a). Esto se explica más adelante en relación con la formación opcional de aleaciones.

15 Como se detalla en el presente documento, el paso (a) puede implicar la adición continua de óxido de metal de transición a la mezcla de reacción del paso (b), de modo que durante todo el curso del paso (b) el óxido de metal de transición se proporcione en un exceso molar sobre el metal alcalino añadido. En concreto, de conformidad con algunas modalidades, el óxido de metal de transición añadido al reactor en el transcurso del paso (b) está en exceso molar del metal alcalino añadido al mismo. Los excesos específicos se detallan más arriba.

20 Sin embargo, el óxido de metal de transición añadido al reactor se consume a través de la reacción del esquema I, mientras que el metal alcalino se recicla a través de la reacción del esquema I. Por lo tanto, de conformidad con algunas modalidades, en cualquier momento específico durante el paso (b) el metal alcalino dentro del reactor está en exceso molar sobre el óxido de metal de transición. De conformidad con algunas modalidades, el óxido de metal de transición se suministra continuamente al reactor a una velocidad de adición, lo que garantiza que el metal alcalino dentro del reactor está en exceso molar sobre el óxido de metal de transición en cualquier momento específico durante el paso (b). De conformidad con algunas modalidades, el exceso molar es de al menos 5%, al menos 10%, al menos 25%, al menos 50%, al menos 100% o al menos 200%. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

25 De conformidad con algunas modalidades, la secuencia de dos reacciones del paso (b) se lleva a cabo en un entorno protegido del aire. De conformidad con algunas modalidades, la secuencia de dos reacciones del paso (b) se lleva a cabo en un entorno protegido del agua. De conformidad con algunas modalidades, la secuencia de dos reacciones del paso (b) se lleva a cabo en un entorno protegido del aire y del agua.

En concreto, debe entenderse que los metales alcalinos son altamente reactivos y requieren de condiciones de reacción específicas, como el funcionamiento bajo gas inerte.

35 De conformidad con algunas modalidades, el paso (b) además comprende haciendo fluir gas inerte en el reactor. De conformidad con algunas modalidades, la secuencia de dos reacciones del paso (b) se lleva a cabo bajo gas inerte. De conformidad con algunas modalidades, el gas inerte es nitrógeno o argón.

De conformidad con algunas modalidades, el reactor se encuentra cerrado durante el paso (b). De conformidad con algunas modalidades, el reactor se encuentra cerrado bajo una atmósfera inerte durante el paso (b). De conformidad con algunas modalidades, el reactor se encuentra cerrado bajo una atmósfera de gas inerte durante el paso (b). De conformidad con algunas modalidades, el reactor se encuentra cerrado y la secuencia de dos reacciones se realiza a una presión elevada durante el paso (b).

El término “presión elevada” se refiere a cualquier presión por encima de la presión atmosférica.

Como ventaja, la duración de la reacción es corta, lo cual es tanto económico como consumidor de energía.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (b) se realiza por no más de 6 horas, no más de 4 horas, no más de 3 horas, no más de 2 horas, no más de 1 hora, no más de 45 minutos o no más de 30 minutos. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención. De conformidad con algunas modalidades, el paso (b) se realiza por no más de 1 hora. De conformidad con algunas modalidades, el paso (b) se realiza por al menos 5 minutos, al menos 10 minutos, al menos 15 minutos, al menos 20 minutos o al menos 25 minutos. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

Se debe entender que la referencia a la duración del paso (b) se refiere a una ejecución individual del paso (b). En concreto, como se detalla en este documento, de conformidad con algunas modalidades, el presente proceso se realiza cíclicamente, con el metal alcalino reciclado después de la finalización de la reacción, de nuevo para ser reutilizado en una ejecución posterior del paso (b). por lo tanto, debe entenderse que las repeticiones del paso (b) se permiten para superar acumulativamente el umbral inferior establecido anteriormente, sin contradecir la cláusula anterior, que se dirige a la ejecución individual del paso (b).

Se hace ahora referencia específica al paso (c) del presente proceso, que comprende aislar el metal de transición reducido o aleación del mismo, de conformidad con algunas modalidades.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (c) comprende aislar el metal de transición reducido o aleación del mismo de la mezcla de reacción. De conformidad con algunas modalidades, el paso (c) comprende aislar el metal de transición reducido de la mezcla de reacción. De conformidad con algunas modalidades, el paso (c) comprende aislar la aleación reducida de metales de transición de la mezcla de reacción.

De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición reducido aislado o aleación del mismo es una fase de condensación. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición reducido aislado o aleación del mismo se aísla como sólido. De conformidad con algunas modalidades, el metal de transición reducido aislado o aleación del mismo se aísla como líquido.

De conformidad con algunas modalidades, el aislamiento del paso (c) implica evaporar el metal alcalino producido en el esquema de reacción II y transferir el metal alcalino fuera del reactor, de modo que el reactor permanezca con el metal de transición reducido o aleación del mismo. De conformidad con algunas modalidades, la evaporación implica el calentamiento del metal alcalino. De conformidad con algunas modalidades, la evaporación implica reducir la presión dentro del reactor. De conformidad con algunas modalidades, el aislamiento del paso (c) implica evaporar el metal alcalino del reactor. De conformidad con algunas modalidades, el aislamiento del paso (c) implica hervir el metal alcalino del reactor.

De conformidad con algunas modalidades, la transferencia del metal alcalino como gas desde el reactor produce un metal de transición aislado o una aleación del mismo.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (c) comprende aislar el metal de transición o aleación del mismo con una pureza de al menos 70% p/p, al menos 80% p/p, al menos 90% p/p, al menos 95% p/p, o al menos 99% p/p. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (c) comprende evaporar el metal alcalino y el oxígeno del reactor para producir un metal de transición aislado o una aleación del mismo con una pureza de al menos 70% p/p, al menos 80% p/p, al menos 90% p/p, al menos 95% p/p o al menos 99% p/p. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

La pureza puede determinarse convenientemente mediante difracción de rayos X (DRX), como se ejemplifica en el presente documento.

En concreto, se descubrió que cuando se parte de óxidos de metales de transición puros, el producto producido por el proceso de la presente invención es sustancialmente puro incluso cuando se aísla como crudo. Sin embargo, algunos metales de transición son reactivos al aire, de tal forma que al ser aislados requieren protección contra el aire.

De conformidad con algunas modalidades, la transición del metal es Fe, Co, Ni o Cu, y la pureza es de al menos 99% p/p. Cada posibilidad representa una modalidad separada de la invención.

Además, en los procesos industriales, los óxidos de metales de transición pueden obtenerse a partir de minerales que contienen contaminantes, como los óxidos de silicio. Al proporcionar tales composiciones de óxido de metal de transición en el paso (a) del presente proceso, es posible que no reaccionen y que los contaminantes se separen utilizando un paso adicional de fusión del producto de metal de transición y filtrado/remoción de los contaminantes.

Se hace ahora referencia específica al paso (d) del presente proceso, que es opcional y comprende la recolección del metal de transición aislado o aleación del mismo.

En concreto, de conformidad con algunas modalidades, el proceso comprende además recolectar el metal de transición aislado o la aleación del mismo producida en el paso (c).

De conformidad con algunas modalidades, el aislamiento del paso (c) implica evaporar el metal alcalino del reactor; y el proceso comprende además el paso (d) de recolectar el metal de transición aislado o una aleación del mismo.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (d) comprende además colocar el metal de transición reducido aislado o aleación del mismo en un recipiente específico. De conformidad con algunas modalidades, el recipiente se conserva en condiciones protegidas del aire y/o del agua. De conformidad con algunas modalidades, el recipiente es un recipiente que se puede cerrar herméticamente. El recipiente de metal de transición se analiza a continuación en relación con el sistema.

Se hace ahora referencia específica al paso (e) del presente proceso, que es opcional y comprende la condensación del metal alcalino evaporado durante el paso (c).

De conformidad con algunas modalidades, el proceso comprende además el paso (e) de condensar el metal alcalino evaporado. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino evaporado se condensa en un recipiente específico. De conformidad con algunas modalidades, el recipiente se conserva en condiciones protegidas del aire y/o del agua. De conformidad con algunas modalidades, el recipiente es un recipiente que se puede cerrar herméticamente. El recipiente de metal alcalino se analiza a continuación en relación con el sistema.

En general, los metales alcalinos son materiales sólidos a temperatura ambiente y presión atmosférica. En el paso (c) se calientan los metales alcalinos, y opcionalmente se ponen a presión reducida, para que se transformen en vapor, de conformidad con algunas modalidades. El paso (e) es relevante cuando el aislamiento del paso (c) comprende dicha vaporización, y comprende la condensación del vapor de metal alcalino en un recipiente separado, de conformidad con algunas modalidades. Aunque el término “condensar” se refiere normalmente a la transformación de gas a líquido, debe entenderse que los metales alcalinos condensados pueden transformarse gradual o instantáneamente en sólidos, dependiendo, por ejemplo, de la temperatura en el recipiente de metales alcalinos. Por lo tanto, el término “condensar” en el contexto del paso (e) comprende además la deposición de gas a sólido.

Además, la persona con conocimientos técnicos ordinarios apreciará que, dado que el paso (d) implica el tratamiento del metal de transición o aleación, y el paso (e) implica el tratamiento del metal alcalino, estos pasos son individuales, de modo que el paso (d) puede preceder al paso (e), el paso (e) puede preceder al paso (d), o pueden realizarse simultáneamente.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (d) precede al paso (e), el paso (e) precede al paso (d), o los pasos (d) y (e) se realizan simultáneamente. De conformidad con algunas modalidades, el paso (d) precede al paso (e). De conformidad con algunas modalidades, el paso (e) precede al paso (d).

Se hace ahora referencia específica al paso (f) del presente proceso, que es opcional cuando el paso (e) se lleva a cabo y comprende la transferencia del metal alcalino condensado en el paso (e) de vuelta al reactor.

En concreto, en el paso (c) el metal alcalino se retira opcionalmente del reactor, con el fin de aislar y recolectar (en el paso opcional (d)) el metal de transición formado o aleación, de conformidad con algunas modalidades. A partir de entonces, para completar el reciclado del metal alcalino, el metal alcalino retirado puede colocarse de nuevo en el reactor, para reacciones posteriores de acuerdo con la presente secuencia de reacción, de conformidad con algunas modalidades. Esto se realiza en el paso (f), el cual transfiere el metal alcalino de vuelta al reactor.

De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino se transfiere al reactor en el paso (f) como material condensado. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino se transfiere al reactor en el paso (f) como un líquido. De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino se transfiere al reactor en el paso (f) como un sólido.

Por lo tanto, de conformidad con algunas modalidades, el proceso comprende además el paso (e) de condensar el metal alcalino evaporado en un recipiente de metal alcalino; y el paso (f) de transferir el metal alcalino condensado al reactor, reciclando así el metal alcalino.

Se debe entender que al realizar el paso (f), se completa un ciclo del presente proceso. Tras la reconstitución del metal alcalino y el aporte adicional de metal de transición, el proceso puede continuar con un ciclo adicional, de conformidad con algunas modalidades.

De conformidad con algunas modalidades, el proceso además comprende repetir los pasos (a) - (d) al menos una secuencia adicional después del paso (f). De conformidad con algunas modalidades, el proceso además comprende repetir los pasos (a) - (c) al menos una secuencia adicional después del paso (f). De conformidad con algunas modalidades, el proceso además comprende repetir los pasos (a) - (d) al menos una secuencia adicional.

De conformidad con algunas modalidades, el proceso comprende: realizar los pasos (a) - (f) al menos un ciclo y realizar los pasos (a) - (c). De conformidad con algunas modalidades, el proceso comprende: realizar los pasos (a) - (f) una pluralidad de ciclos y realizar los pasos (a) - (c).

El término "pluralidad" se refiere a cualquier número entero mayor que 1.

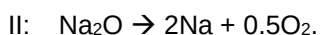
Se hace referencia ahora a las figuras 1-2, que son diagramas de bloques que representan un proceso para la reducción de al menos un óxido de metal de transición en el correspondiente metal de transición o aleación del mismo.

En concreto, la figura 1 es un diagrama de bloque que representa un proceso para la reducción de al menos un óxido de metal de transición en el correspondiente metal de transición o aleación del mismo, el cual comprende los pasos (a), (b) y (c) como se detalla en el presente documento, de conformidad con algunas modalidades. El paso (a) está representado por el bloque 1000, el paso (b) está representado por el bloque 1010 y el paso (c) está representado por el bloque 1020.

De manera similar, la figura 2 es un diagrama de bloque que representa un proceso para la reducción de al menos un óxido de metal de transición en el correspondiente metal de transición o aleación del mismo, el cual comprende los pasos (a), (b), (c), (d), (e) y (f) como se detalla en el presente documento, de conformidad con algunas modalidades. El paso (a) está representado por el bloque 1000, el paso (b) está representado por el bloque 1010, el paso (c) está representado por el bloque 1020, el paso (d) está representado por el bloque 1030, el paso (e) está representado por el bloque 1040 y el paso (f) está representado por el bloque 1050.

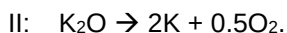
A continuación, se proporcionan modalidades específicas no limitativas de secuencias de reacción específicas, que pueden llevarse a cabo mediante el procedimiento de la presente invención. Se hace referencia además a las figuras 3-9, que son diagramas de bloques, cada uno de los cuales representa un proceso seleccionado para la reducción de al menos un óxido de metal de transición en el correspondiente metal de transición o aleación del mismo (es decir, una secuencia específica de dos reacciones). Cada una de las figuras 3-5 representa un proceso que comprende los pasos (a), (b) y (c) detallados en el presente documento, de conformidad con algunas modalidades, en donde el paso (a) está representado por el bloque 1000, el paso (b) está representado por el bloque 1010 y el paso (c) está representado por el bloque 1020. Cada una de las figuras 6-9 representa un proceso que comprende los pasos (a), (b), (c), (d), (e) y (f) detallados en el presente documento, de conformidad con algunas modalidades, en donde el paso (a) está representado por el bloque 1000, el paso (b) está representado por el bloque 1010, el paso (c) está representado por el bloque 1020, el paso (d) está representado por el bloque 1030, el paso (e) está representado por el bloque 1040 y el paso (f) está representado por el bloque 1050.

De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es Na y el esquema II es:



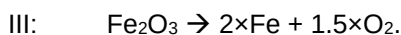
Las figuras 3, 5, 6 y 7 se refieren a secuencias de reacción que emplean sodio como metal alcalino.

De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino es K y el esquema II es:



Las figuras 4, 8 y 9 se refieren a secuencias de reacción que emplean potasio como metal alcalino.

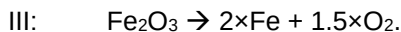
De conformidad con algunas modalidades, M^{T} es Fe; $\text{M}^{\text{T}}_n\text{O}_m$ es Fe_2O_3 , M^{A} es Na y los esquemas de reacción I y III son:



Esta transformación se representa en la figura 3.

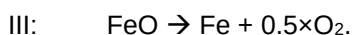
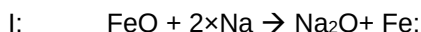
También, el Esquema de reacción II para $M^A = Na$ se proporciona arriba y puede ser apreciado por la persona que tiene habilidad ordinaria en la técnica en cada una de las secuencias de reacción a continuación.

De conformidad con algunas modalidades, M^T es Fe; $M^T_nO_m$ es Fe_2O_3 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:

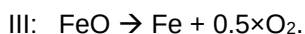


También, el Esquema de reacción II para $M^A = K$ se proporciona arriba y puede ser apreciado por la persona que tiene habilidad ordinaria en la técnica en cada una de las secuencias de reacción a continuación.

De conformidad con algunas modalidades, M^T es Fe; $M^T_nO_m$ es FeO, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:

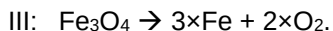
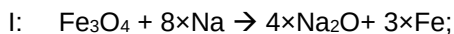


De conformidad con algunas modalidades, M^T es Fe; $M^T_nO_m$ es FeO, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:

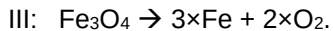
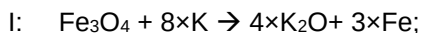


Esta transformación se representa en la figura 4.

De conformidad con algunas modalidades, M^T es Fe; $M^T_nO_m$ es Fe_3O_4 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



De conformidad con algunas modalidades, M^T es Fe; $M^T_nO_m$ es Fe_3O_4 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



De conformidad con algunas modalidades, M^T es Ni; $M^T_nO_m$ es NiO, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:

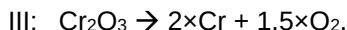
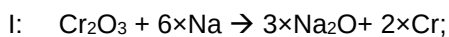


Esta transformación se representa en la figura 5.

De conformidad con algunas modalidades, M^T es Ni; $M^T_nO_m$ es NiO, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:

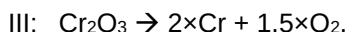
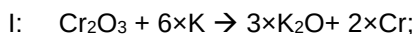


De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cr; $M^T_nO_m$ es Cr_2O_3 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



5 Esta transformación se muestra en la figura 6.

De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cr; $M^T_nO_m$ es Cr_2O_3 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



10 De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cr; $M^T_nO_m$ es CrO, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



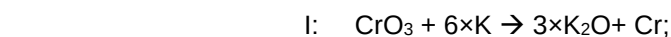
15 De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cr; $M^T_nO_m$ es CrO, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



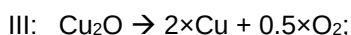
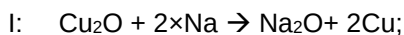
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cr; $M^T_nO_m$ es CrO_3 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



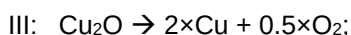
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cr; $M^T_nO_m$ es CrO_3 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cr; $M^T_nO_m$ es Cu_2O , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:

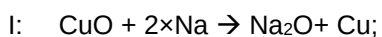


30 De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cr; $M^T_nO_m$ es Cu_2O , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



Esta transformación se muestra en la figura 7.

35 De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cu; $M^T_nO_m$ es CuO, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:

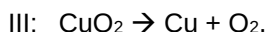




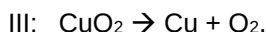
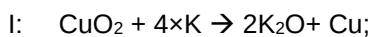
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cu; $M^T_n O_m$ es CuO, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



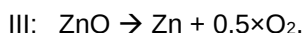
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cu; $M^T_n O_m$ es CuO₂, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



De conformidad con algunas modalidades, M^T es Cu; $M^T_n O_m$ es CuO₂, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



De conformidad con algunas modalidades, M^T es Zn; $M^T_n O_m$ es ZnO, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



Esta transformación se muestra en la figura 8.

De conformidad con algunas modalidades, M^T es Zn; $M^T_n O_m$ es ZnO, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



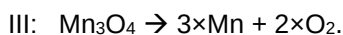
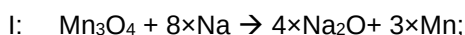
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_n O_m$ es MnO, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



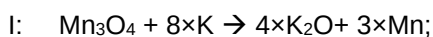
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_n O_m$ es MnO, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:

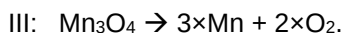


De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_n O_m$ es Mn₃O₄, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:

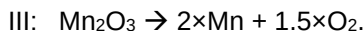
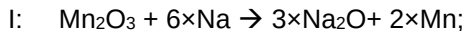


De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_n O_m$ es Mn₃O₄, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:

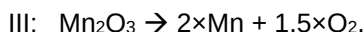
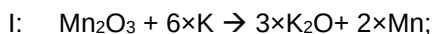




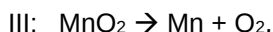
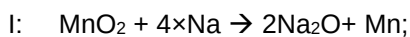
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_nO_m$ es Mn_2O_3 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



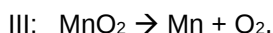
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_nO_m$ es Mn_2O_3 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



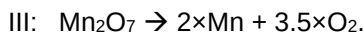
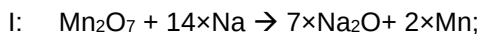
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_nO_m$ es MnO_2 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



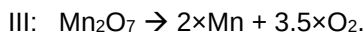
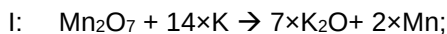
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_nO_m$ es MnO_2 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



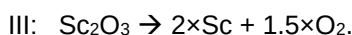
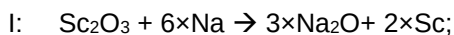
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_nO_m$ es Mn_2O_7 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



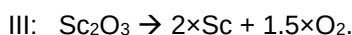
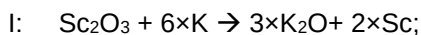
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Mn; $M^T_nO_m$ es Mn_2O_7 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



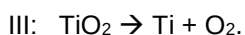
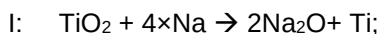
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Sc; $M^T_nO_m$ es Sc_2O_3 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



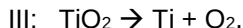
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Sc; $M^T_nO_m$ es Sc_2O_3 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



De conformidad con algunas modalidades, M^T es Ti; $M^T_nO_m$ es TiO_2 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:

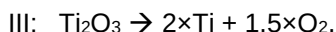
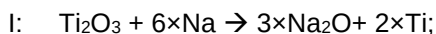


De conformidad con algunas modalidades, M^T es Ti; $M^T_nO_m$ es TiO_2 , M_A es K y los esquemas de reacción I y III son:

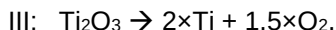
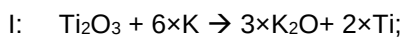


5 Esta transformación se muestra en la figura 9.

De conformidad con algunas modalidades, M^T es Ti; $M^T_nO_m$ es Ti_2O_3 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



10 De conformidad con algunas modalidades, M^T es Ti; $M^T_nO_m$ es Ti_2O_3 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



15 De conformidad con algunas modalidades, M^T es V; $M^T_nO_m$ es VO, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:

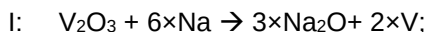


De conformidad con algunas modalidades, M^T es V; $M^T_nO_m$ es VO, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:

20 $I: VO + 2 \times K \rightarrow K_2O + V;$

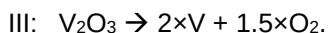
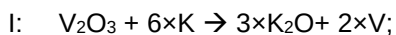


De conformidad con algunas modalidades, M^T es V; $M^T_nO_m$ es V_2O_3 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:

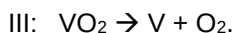


25 $III: V_2O_3 \rightarrow 2 \times V + 1.5 \times O_2.$

De conformidad con algunas modalidades, M^T es V; $M^T_nO_m$ es V_2O_3 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:

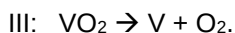


30 De conformidad con algunas modalidades, M^T es V; $M^T_nO_m$ es VO_2 , M_A es Na y los esquemas de reacción I y III son:

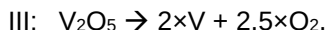
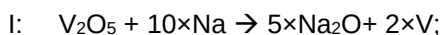


De conformidad con algunas modalidades, M^T es V; $M^T_nO_m$ es VO_2 , M_A es K y los esquemas de reacción I y III son:

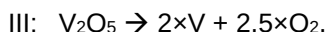
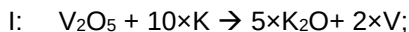
35 $I: VO_2 + 4 \times K \rightarrow 2K_2O + V;$



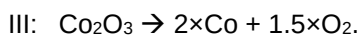
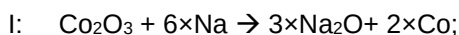
De conformidad con algunas modalidades, M^T es V; $M^T_{nO_m}$ es V_2O_5 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



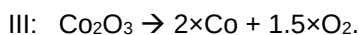
5 De conformidad con algunas modalidades, M^T es V; $M^T_{nO_m}$ es V_2O_5 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



10 De conformidad con algunas modalidades, M^T es Co; $M^T_{nO_m}$ es Co_2O_3 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



De conformidad con algunas modalidades, M^T es Co; $M^T_{nO_m}$ es Co_2O_3 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



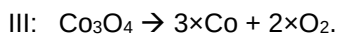
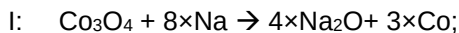
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Co; $M^T_{nO_m}$ es CoO, M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



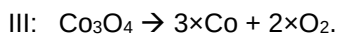
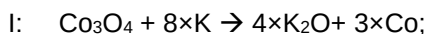
De conformidad con algunas modalidades, M^T es Co; $M^T_{nO_m}$ es CoO, M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



25 De conformidad con algunas modalidades, M^T es Co; $M^T_{nO_m}$ es Co_3O_4 , M^A es Na y los esquemas de reacción I y III son:



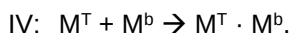
30 De conformidad con algunas modalidades, M^T es Co; $M^T_{nO_m}$ es Co_3O_4 , M^A es K y los esquemas de reacción I y III son:



Se hace ahora referencia específica a modalidades del presente proceso, dirigidas a la formación de una aleación de metales de transición.

35 De con algunas modalidades, el proceso es para la preparación de un metal alcalino, en donde el paso (a) o el paso (b) además comprenden proporcionar un segundo metal, M^b en el reactor, en donde el segundo metal es aleable con M^T ; el paso (b) comprende combinar el segundo

metal con el metal alcalino y el óxido de metal de transición para inducir la secuencia de dos reacciones de los esquemas de reacción I y II, e inducir además la reacción del esquema IV:

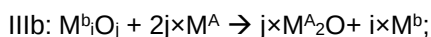
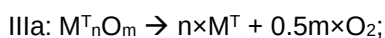
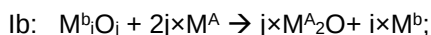
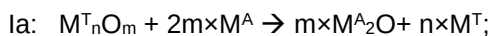


De conformidad con algunas modalidades, el segundo metal, M^b , no es un metal alcalino. De conformidad con algunas modalidades, el segundo metal, M^b , no es un metal de transición, M^{Tb} .

El término “aleable” se refiere a la capacidad de dos elementos de metal de formar una aleación. Por lo tanto, el término “metal aleable”, como se utiliza en el presente documento se refiere a cualquier metal, que es capaz de formar una aleación con el metal de transición formado en el proceso de la presente invención. De conformidad con algunas modalidades, el metal aleable forma una aleación con el metal de transición que se forma en las condiciones del proceso de la presente invención (es decir, las condiciones del paso (b)).

Además, el metal aleable puede proporcionarse como óxido de metal y reducirse en las condiciones de reacción del presente proceso (es decir, reducirse por el metal alcalino), de conformidad con algunas modalidades.

De conformidad con algunas modalidades, el proceso es para la preparación de un metal alcalino, en donde el paso (a) además comprende proporcionar un segundo óxido de metal con la fórmula M^bO_j , en donde cada i y j es 1, 2, 3, 4, 5, 6 o 7; y el paso (b) comprende combinar los dos óxidos de metal con el metal alcalino, en donde los esquemas de reacción I y III son:



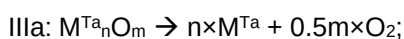
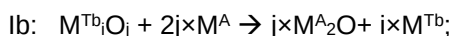
y en donde el paso (b) induce además la reacción IV de formación de la aleación:

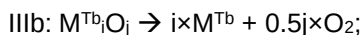


Se debe entender que la reacción del Esquema I se divide en Ia e Ib, mientras que el Esquema de reacción III se divide en IIIa y IIIb.

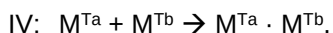
De conformidad con algunas modalidades, el segundo metal, M^b , es un metal de transición, M^{Tb} .

Por lo tanto, de conformidad con algunas modalidades, el paso (a) comprende proporcionar al menos dos óxidos de metal de transición con fórmulas $M^{Ta}_nO_m$, y $M^{Tb}_iO_j$, en donde cada i y j es 1, 2, 3, 4, 5, 6 o 7, en donde cada M^{Ta} , M^{Tb} es un metal de transición seleccionado del grupo que consiste de: Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu y Zn; y el paso (b) comprende combinar los óxidos de metal de transición con el metal alcalino, en donde la reacción de los esquemas I y III son:





y en donde el paso (b) induce además la reacción IV de formación de la aleación:



De conformidad con algunas modalidades, el metal alcalino de transición formado por cualquiera de los procesos de la presente invención es seleccionado del grupo que consiste de: Latón (CuZn), Constantan (CuNi), Cunife (CuNiFe o CuNiFeCo), Cuproníquel (CuNiFe o CuNiMn), Manganina (CuMnNi), Maillechort (CuNi o CuNiZn), Elinvar (NiFeCr), Fernico (FeNiCo), Ferromanganeso (FeMn), Ferroníquel (FeNi), Ferrotitanio (FeTi), Ferrovanadio (FeV), Invar (FeNi), Kovar (FeNiCo), Cromel (NiCr) y Nitinol (NiTi).

Las figuras 10-11, son diagramas de bloques, que representan cada uno un proceso para la reducción de dos óxidos de metales de transición dentro del correspondiente metal alcalino de transición del mismo (aleación CuZn en la figura 10 y aleación FeNi en la figura 11).

Se hace ahora referencia a un sistema de reacción, configurado para llevar a cabo el proceso de la presente invención, de conformidad con algunas modalidades.

De conformidad con algunas modalidades, el presente proceso además comprende un sistema de reducción de un óxido de metal de transición que comprende:

un reactor, que comprende:

una cubierta que define una cámara de reacción, y

una entrada de óxido de metal de transición, una entrada de metal alcalino, una salida de metal alcalino y una salida de metal de transición aislado o aleación, donde cada una de dichas entradas y salidas están en comunicación fluida con la cámara de reacción;

un recipiente de metal alcalino que comprende una entrada de metal alcalino y una salida de metal alcalino;

un recipiente aislado de metal de transición o aleación que comprende una entrada de metal de transición;

un condensador, configurado para condensar el metal alcalino evaporado, el condensador comprende un extremo proximal conectado a la salida de metal alcalino del reactor, y un extremo distal conectado a la entrada de metal alcalino del recipiente de metal alcalino;

un tubo de transferencia de metal alcalino que comprende un extremo proximal conectado a la entrada de metal alcalino del reactor, y un extremo distal conectado a la salida de metal alcalino del recipiente de metal alcalino;

un tubo de transferencia de metal de transición que comprende un extremo proximal conectado a la salida de metal de transición del reactor, un extremo distal conectado a la entrada de metal de transición del recipiente aislado de metal de transición o aleación.

De conformidad con algunas modalidades, el reactor además comprende una entrada de gas inerte y una salida de gas, donde cada una se encuentra en comunicación fluida con la cámara de reacción, y la entrada de gas inerte se encuentra en fluida comunicación con una fuente de gas inerte. De conformidad con algunas modalidades, la entrada de gas inerte está conectada a una fuente de gas inerte a través de un tubo de gas. De conformidad con algunas modalidades, el tubo de gas tiene una válvula, configurada para regular el flujo de gas inerte de la fuente de gas inerte a la cámara de reacción.

De conformidad con algunas modalidades, el presente proceso comprende:

- (a) suministrar el al menos un óxido de metal de transición a la cámara de reacción a través de la entrada de óxido de metal de transición;
- (b) combinar el óxido de metal de transición con un metal alcalino dentro de la cámara de reacción, para inducir la secuencia de dos reacciones;
- (c) evaporar el metal alcalino a través de la salida de metal alcalino del reactor para aislar metal de transición o una aleación del mismo en la cámara de reacción;
- (d) transferir el metal de transición aislado o aleación del mismo al recipiente de metal de transición aislado o aleación del mismo a través del tubo de transferencia de metal de transición;
- (e) condensar el metal alcalino evaporado mediante el condensador en el recipiente de metal alcalino; y
- (f) transferir el metal alcalino condensado desde el recipiente de metal alcalino al reactor a través del tubo de transferencia de metal alcalino;

en donde el paso (e) puede ir antes que el paso (d).

De conformidad con algunas modalidades, el paso (b) además comprende la inserción de un gas inerte dentro de la cámara de reacción a través de la entrada de gas inerte, manteniendo así un entorno de reacción protegido del aire.

De conformidad con algunas modalidades, el paso (b), el paso (c) o ambos además comprenden evacuar el gas oxígeno formado a través de la salida de gas del reactor.

De conformidad con algunas modalidades, el condensador además comprende una válvula unidireccional, colocada entre su extremo proximal y distal, en donde la válvula está configurada para regular el flujo de metal alcalino evaporado del reactor al recipiente de metal alcalino. De conformidad con algunas modalidades, el paso (f) además comprende regular el flujo de metal alcalino condensado del recipiente de metal alcalino al reactor utilizando la válvula.

De conformidad con algunas modalidades, el tubo de transferencia de metal de transición además comprende una válvula unidireccional, colocada entre su extremo proximal y distal, en donde la válvula está configurada para regular el flujo de metal de transición aislado o aleación metálica desde el reactor hasta el recipiente de metal de transición aislado o de aleación. De conformidad con algunas modalidades, el paso (c) o el paso (d) además comprenden regular el flujo

del metal de transición aislado o aleación metálica del reactor al recipiente de metal de transición aislado o aleación utilizando una válvula.

EJEMPLOS

5 Procedimiento general - Sistema

Reacción entre varios óxidos metálicos con sodio puro a 900°C, para la reducción del óxido metálico a metal puro. Se probaron los siguientes óxidos de metal: Cu₂O, NiO, Cr₂O₃ y Fe₂O₃.

Componentes del sistema:

- 10 1. Reactor - SS304 265 mL hecho a medida.
2. Crisol de SiC 37 mL.
3. Primer sistema de inducción por calentamiento (6kw Chino), Bobina de inducción (5 vueltas).
4. Segundo sistema de inducción (3kw Chino), Bobina de inducción (3 vueltas).
- 15 5. El sistema se enfrió con un enfriador de agua.
6. Tubo SS304 430 mL (reactor de eliminación de sodio) y brida (NW50).
7. Conectores Parker para insertos de argón.
8. Termopar tipo K (3 - uno fuera de la conexión de ½", uno en el reactor, uno en el crisol).
- 20 9. Controlador de flujo de argón de la empresa "AALBORG".
10. Tres válvulas de encendido y apagado de 1¼" y una válvula de vacío.
11. Fuelle trampa con lana de ss para proteger la bomba de vacío.
12. Bombas de vacío.
13. Soportes.
- 25 14. Lana aislante térmica.

La estructura material del reactor de reacción es SS304 con un volumen de 265 mL se conectó a través de un tubo de ½" SS316 al reactor de eliminación de sodio con estructura material de SS304 con volumen de 430 mL con crisol hecho de SiC se colocó dentro del reactor de reacción.

- 30 Para proteger los sistemas de inducción y el O'ring (Arosello) Vitón en la brida KF se utiliza una protección de bloque de alúmina en el lugar crítico.

Procedimiento experimental general

- 35 En el reactor de reacción se colocó un crisol con 3 gr de óxido de metal y 3 gr de sodio puro, un termopar colocado dentro del reactor para controlar el primer sistema de inducción, el segundo termopar colocado dentro del crisol para medir la reacción se conectó al registrador de datos.

El primer sistema de inducción calienta la parte inferior del reactor de reacción donde se colocó el crisol, a 900°C, con un índice de calentamiento de 15°C min y un flujo de argón de 40 mL/min durante los experimentos.

Al comienzo de la reacción, la válvula de vacío y una segunda salida de válvula de argón se cierran y el flujo de la salida de argón es a través una primera salida de válvula de argón. Cuando la temperatura llegó a 700°C, la primera salida de válvula de argón se cerró y se abrió la segunda válvula. Además, cuando el primer sistema de inducción alcanzó los 700°C, el segundo sistema de inducción se encendió para alcanzar hasta 200 °C. Después de 70 minutos desde el comienzo de la reacción, se inició el vacío utilizando lentamente la bomba hasta llegar al vacío por 30 min a 900°C. Después de 30 minutos, el argón se insertó a un flujo de 40 mL/min. Cuando la presión en el sistema alcanzó 14.6 psi, la primera salida de argón se abrió y los sistemas de inducción se cerraron.

Ejemplo 1: Reducción de Fe₂O₃ en Fe

La Reducción de Fe₂O₃ en hierro utilizando sodio como el agente reductor se llevó a cabo como se detalla anteriormente en el Procedimiento experimental general. El pico de reacción se midió de 480°C a 720°C. Otros parámetros de reacción se resumen en la Tabla 1:

Tabla 1: Reducción de Fe₂O₃ en parámetros de Fe

	Peso [gramos]
Crisol SiC 37 mL	84.66
Fe ₂ O ₃	3.04
Na	3.02
Total	90.7
Peso total después de la reacción	88.08
Fe después de la reacción	2.62

La figura 12A es una gráfica que representa la temperatura medida (°C) dentro del reactor frente al tiempo (min) durante la reacción del Ejemplo 1. La figura 12B es un patrón de DRX de los productos de reacción de la reacción del Ejemplo 1. En concreto, en el Ejemplo 1, la fase principal es hierro metálico.

Ejemplo 2: Reducción de Cu₂O en Cu

La Reducción de Cu₂O en cobre utilizando sodio como el agente reductor se llevó a cabo como se detalla anteriormente en el Procedimiento experimental general. El pico de reacción se midió de 417°C a 505°C, a los 31.33 minutos del comienzo de la reacción. Otros parámetros de reacción se resumen en la Tabla 2:

Tabla 2: Reducción de Cu₂O en parámetros de Cu

	Peso [gramos]
Crisol SiC 37 mL	85.40
Cu ₂ O	3
Na	3
Total	91.16
Peso total después de la reacción	88.70
Fe después de la reacción	2.4698 (99.33% puro)

La figura 13A es una gráfica que representa la temperatura medida (°C) dentro del reactor frente al tiempo (min) durante la reacción del Ejemplo 2. La figura 13B es un patrón de DRX de los productos de reacción de la reacción del Ejemplo 2. En concreto, en el Ejemplo 1, la fase principal es cobre metálico con pequeñas trazas de Cu₂O.

Ejemplo 3: Reducción de NiO en Ni

La Reducción de NiO en níquel utilizando sodio como el agente reductor se llevó a cabo como se detalla anteriormente en el Procedimiento experimental general. El pico de reacción se midió de 407°C a 595°C, a los 32 minutos del comienzo de la reacción. Otros parámetros de reacción se resumen en la Tabla 3:

Tabla 3: Reducción de NiO en parámetros de Ni

	Peso [gramos]
Crisol SiC 37 mL	85.04
NiO	3.02
Na	3.04
Total	91.08
Peso total después de la reacción	89.02
Fe después de la reacción	2.0690(95.4% puro)

La figura 14A es una gráfica que representa la temperatura medida (°C) dentro del reactor frente al tiempo (min) durante la reacción del Ejemplo 3. La figura 14B es un patrón de DRX de los productos de reacción de la reacción del Ejemplo 3. En concreto, las medidas de la muestra y que se muestran en la figura 14B sólo incluían níquel metálico.

Ejemplo 4: Reducción de Cr_2O_3 en Cr

La Reducción de Cr_2O_3 en cromo utilizando sodio como el agente reductor se llevó a cabo como se detalla anteriormente en el Procedimiento experimental general. El pico de reacción se midió de 509°C a 730°C, a los 38 minutos del comienzo de la reacción. Otros parámetros de reacción se resumen en la Tabla 4:

Tabla 4: Reducción de Cr_2O_3 en parámetros de Cr

	Peso [gramos]
Crisol SiC 37 mL	84.68
Cr_2O_3	3.04
Na	3.04
Total	90.74
Peso total después de la reacción	88.62
Fe después de la reacción	3.90

La figura 15A es una gráfica que representa la temperatura medida (°C) dentro del reactor frente al tiempo (min) durante la reacción del Ejemplo 4. La figura 15B es un patrón de DRX de los productos de reacción de la reacción del Ejemplo 4. En concreto, en esta muestra hay NaCrO_2 (87%) y Carburo de nitruro de cromo (13%).

Conclusiones

El producto de la reacción del óxido de níquel y cobre con el sodio es un metal de alta calidad según los resultados de la DRX. En la muestra de cobre la fase principal es cobre metálico con trazas de Cu_2O , y en la muestra de níquel sólo hay níquel metálico.

Al aplicar vacío de 45 torr con flujo de argón de 40 mL/min a 900 °C durante 30 minutos, la mayor parte del sodio se elimina de la mezcla de reacción. El potasio, el cual es más volátil, puede proporcionar resultados similares, si no es que mejores.

Aunque la invención se describe en relación con modalidades específicas de la misma, es evidente que pueden existir numerosas alternativas, modificaciones y variaciones evidentes para los expertos en la materia. Se debe entender que la invención no se limita necesariamente en su aplicación a los detalles de construcción y a la disposición de los componentes y/o métodos aquí expuestos. Se pueden practicar distintas modalidades, y una modalidad se puede realizar de diferentes formas. Por consiguiente, la invención abarca todas las alternativas, modificaciones y variaciones que entran dentro del ámbito de las reivindicaciones adjuntas.