República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 1014153-7 A2

(22) Data do Depósito: 18/06/2010

(43) Data da Publicação Nacional: 24/09/2020

(54) Título: ESTOQUE DE ALIMENTAÇÃO PARA REDUÇÃO EM UMA CÉLULA ELETROLÍTICA, BEM COMO PROCESSO DE REDUÇÃO DE UM MATERIAL PRECURSOR PARA FORMAÇÃO DE UM PRODUTO REDUZIDO

(51) Int. Cl.: C25C 3/00; C25C 3/28; C25C 7/00; C22B 34/12; B01J 19/30.

(30) Prioridade Unionista: 18/06/2009 GB 09 10565.1.

(71) Depositante(es): METALYSIS LIMITED.

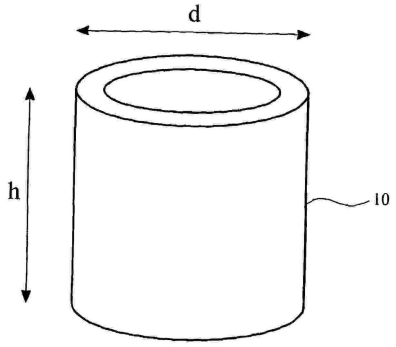
(72) Inventor(es): PETER G. DUDLEY; ALLEN RICHARD WRIGHT.

(86) Pedido PCT: PCT GB2010001199 de 18/06/2010

(87) Publicação PCT: WO 2010/146369 de 23/12/2010

(85) Data da Fase Nacional: 16/12/2011

(57) Resumo: ESTOQUE DE ALIMENTAÇÃO PARA REDUÇÃO EM UMA CÉLULA ELETROLÍTICA, BEM COMO PROCESSO DE REDUÇÃO DE UM MATERIAL PRECURSOR PARA FORMAÇÃO DE UM PRODUTO REDUZIDO. A invenção refere-se a um estoque de alimentação para redução em uma célula eletrolítica, por exemplo, um estoque de alimentação não-metálico que pode ser reduzido a metal em uma escala comercial. O estoque de alimentação compreende uma pluralidade de elementos tridimensionais que são conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem entre 35% e 90% de espaço livre (não incluindo qualquer porosidade microscópica dos elementos). Os elementos também são conformados como elementos que podem ser empacotados randomicamente para minimizar qualquer deposição, ordenamento ou alinhamento do estoque de alimentação, que pode de outro modo impedir ou evitar fluxo de fluido e/ou fluxo de corrente através de estoque de alimentação.



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"ESTOQUE DE ALIMENTAÇÃO PARA REDUÇÃO EM UMA CÉLULA ELETROLÍTICA, BEM COMO PROCESSO DE REDUÇÃO DE UM MATERIAL PRECURSOR PARA FORMAÇÃO DE UM PRODUTO REDUZIDO".**

Esta invenção refere-se a um estoque de alimentação para redução em uma célula eletrolítica, em particular um estoque de alimentação apropriado para redução eletrolítica, por exemplo, para produzir um metal, em contato com um sal fundido.

Antecedentes

Em anos recentes tem havido grande interesse na produção direta de metal através de redução de um estoque de alimentação sólido, por exemplo, um estoque de alimentação de óxido de metal sólido. Uma redução pode ser realizada, por exemplo, para reduzir compostos metálicos ou compostos semimetálicos a metais, semimetais ou compostos parcialmente reduzidos, ou para reduzir misturas de compostos metálicos para formação de ligas ou intermetálicos. De modo a evitar repetição, o termo metal será usado neste documento para abranger todos os tais produtos, tais como produtos de metais, semimetais, ligas intermetálicas e parcialmente reduzidos.

Um tal processo de redução é o processo de eletrodecomposição FFC Cambridge (como descrito em WO 99/64638). No processo FFC um composto sólido, por exemplo, um óxido metal sólido, é disposto em contato com um catodo em uma célula eletrolítica compreendendo um sal derretido ou fundido. Um potencial é aplicado entre o catodo e um anodo da célula de modo que o composto sólido é reduzido. No processo FFC, o potencial que reduz o composto sólido é menor que um potencial de deposição para um cátion do sal fundido. Por exemplo, se o sal fundido é cloreto de cálcio então o potencial de catodo no qual o composto sólido é reduzido é menor que um potencial de deposição para deposição de cálcio a partir do sal.

Outros processos de redução para redução de estoque de alimentação na forma de compostos de metais sólidos conectados – catodicamente foram propostos, como o processo Polar descrito em WO 03/076690. Estoques de alimentação também podem ser reduzidos quimicamente, por

exemplo, através de formação eletrolítica de um metal reativo tal como cálcio ou lítio em um sal fundido.

Convencionais implementações do FFC e outros processos de redução eletrolítica tipicamente envolvem a produção de um estoque de alimentação na forma de uma pré-forma ou precursor fabricado de um pulverizado do composto sólido a ser reduzido, por exemplo, através de fundição de deslizamento. Esta pré-forma é então cuidadosamente acoplada a um catodo para permitir ocorrência de redução. Uma vez um número de pré-formas tenham sido acopladas ao catodo, o catodo pode ser abaixado no sal fundido e as pré-formas podem ser reduzidas. (Um exemplo deste processo de conexão de uma pré-forma a um catodo é ilustrado em WO 03/076690, onde uma pelota de óxido de titânio é suspensa a partir da extremidade de um catado de arame Kanthanal). Pode ser de trabalho intenso a produção de pré-formas e então liga as mesmas ao catodo. Embora esta metodologia funcione bem em uma escala de laboratório, ela não conduz à produção em massa de metal em uma escala industrial. É um objetivo da invenção prover um estoque de alimentação mais apropriado e processo para redução de um estoque de alimentação.

Sumário da Invenção

A invenção provê um estoque de alimentação, o uso de um estoque de alimentação, um processo de redução de um material precursor e um elemento de empacotamento randômico metálico como definidos pelas reivindicações independentes apostas, às quais referência deve ser feita agora. Características preferidas ou vantajosas da invenção são definidas em sub-reivindicações dependentes.

Assim, em um primeiro aspecto a invenção pode prover um estoque de alimentação para redução em uma célula eletrolítica, o estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos tridimensionais ou pré-formas. Cada elemento é formado de um material apropriado para redução, isto é, cada elemento é um componente consumível que é capaz de ser reduzido dentro de uma célula eletrolítica. O corpo de cada elemento pode ser descrito como sendo formado por paredes do material. Cada ele-

mento pode ter uma espessura de parede máxima de menos que 10 mm, com os elementos conformados de modo que um volume do estoque de alimentação, isto é, um volume formado por uma pluralidade dos elementos empacotados juntos, tem entre 35% e 90% de espaço livre. Pode ser conveniente referir-se ao estoque de alimentação como tendo entre 35% e 90% de espaço livre por metro cúbico.

Em algumas modalidades específicas os elementos podem ser conformados como anéis ou porções de anéis. Em tais modalidades é claro que os elementos têm uma espessura de parede, isto é, a espessura de material que constitui o anel. Em outras modalidades os elementos podem ser formados em formas complexas como paraboloides hiperbólicas ou formas de sela. Em tais modalidades o elemento inteiro é efetivamente uma parede simples e a espessura de parede, por isso, é simplesmente a espessura de material. Assim, o termo espessura de parede como usado neste pedido de patente refere-se à espessura do material constituindo o elemento estoque de alimentação.

Preferivelmente cada elemento tridimensional constituindo o estoque de alimentação é conformado para funcionar como um elemento que pode ser randomicamente empacotado, preferivelmente de modo que o estoque de alimentação seja substancialmente resistente a aninhar e/ou orientação. Se um volume dos elementos é empacotado randomicamente então um caminho de fluxo de fluido através de estoque de alimentação, devido ao espaço livre, permanece consistente e previsível. Qualquer orientação dos elementos no estoque de alimentação, incluindo orientação local dentro de regiões do estoque de alimentação, pode resultar no fluxo de fluido através de estoque de alimentação variando de região para região em uma maneira imprevisível. É preferível que um volume do estoque de alimentação não tenha qualquer alinhamento de faixa longa.

Um estoque de acordo com a invenção pode ser vantajosamente usado como um componente consumível, reativo, em reações de redução realizadas em um sal fundido (isto é, o próprio estoque de alimentação reage para formar um produto reduzido tal como um metal). O estoque de alimen-

tação será inundado com um sal fundido líquido e, por isso, um caminho de fluxo de fluido aberto e consistente pode prover um número de vantagens.

Uma baixa resistência para o fluxo de fluido permite leitos profundos de estoque de alimentação serem providos sem significantes efeitos de queda de pressão sobre a profundidade do leito. Uma pequena queda de pressão através da profundidade de um leito de estoque de alimentação significa que qualquer pressão de bombeamento requerida para manter um fluxo de sal fundido dentro de aparelhagem de redução pode ser minimizada. A habilidade para reduzir leitos de maior profundidade pode aumentar a produtividade de qualquer particular processo de redução.

Um requisito de baixa pressão de bombeamento pode economizar custos e espaço que podem ser requeridos para equipamento de bombeamento altamente energizado. Baixa pressão de bombeamento também pode ajudar a prevenir fluidização do estoque de alimentação, que pode ser indesejável em algumas reações de redução. Como um exemplo, um estoque de alimentação formado de elementos esféricos pode requerer uma pressão relativamente alta para manter um fluxo de fluido através de um leito do estoque de alimentação devido à resistência relativamente alta para fluxo de fluido. Aumento de pressão de bombeamento, entretanto, pode resultar na fluidização do estoque de alimentação antes que uma aumentada taxa de fluxo.

Durante qualquer reação de redução são prováveis existirem produtos de reação que se formam e são transferidos para o fluido circundando o estoque de alimentação. Por exemplo, durante redução de um estoque de alimentação de óxido de metal em um sal fundido, vários óxidos podem ser formados no sal fundido. Se estes produtos de reação não são removidos da região circundando o estoque de alimentação então eles podem afetar adversamente o progresso da reação. Um estoque de alimentação que permite um caminho de fluxo de fluido consistente e previsível através de material durante reação pode permitir que tais produtos de reação sejam mais eficientemente removidos.

É preferido que os elementos de estoque de alimentação sejam

fabricados de um material que retenha substancialmente seu formato durante redução. Desta maneira as propriedades de fluxo de fluido do estoque de alimentação são mantidas no produto reduzido. Isto pode prover a vantagem de que o leito de estoque de alimentação reduzido pode ser rápida e limpamente drenado de fluido após término de uma reação de redução. Recuperação econômica de um produto é uma parte importante de qualquer processo industrial. Assim, a habilidade de drenar rapidamente estoque de alimentação reduzido e com mínima formação de poça de fluido dentro de estoque de alimentação reduzido é provável de ser uma grande vantagem, particularmente onde o fluido tem um alto ponto de fusão e é sólido em temperatura ambiente. Ele então tem de ser lavado do produto, antes que simplesmente drenado.

Em alguns processos de redução eletrolítica o caminho de fluxo corrente através de um estoque de alimentação pode ser tão importante para a reação de redução como fluxo de fluido através de estoque de alimentação, ou mesmo mais importante que fluxo de fluido para a reação de redução. Por exemplo, se um leito de estoque de alimentação é formado para uma profundidade predeterminada sobre a superfície de um catodo de uma célula (preferivelmente um catodo orientado horizontalmente), então para ocorrência de uma reação de eletrólise ali precisa haver um fluxo de corrente entre o catodo e um anodo dentro de célula. Se o estoque de alimentação está em contato com a maior parte do catodo (isto é, uma alta proporção da área de superfície do catodo está em contato com estoque de alimentação) então o caminho de fluxo de corrente entre o catodo e o anodo será restrito. Da mesma maneira, se o estoque de alimentação tem uma tendência para orientar ou alinhar então ali podem existir regiões dentro do estoque de alimentação que restringem o fluxo de corrente.

Preferivelmente deve haver uma distribuição homogênea de caminhos de fluxo de corrente através de todas as regiões do estoque de alimentação. Por isso, é preferido que o estoque de alimentação permita um caminho de fluxo de corrente contínuo entre um catodo e um anodo, e que o estoque de alimentação proporcione uma baixa resistência ao fluxo de cor-

rente. Em outras palavras, é preferido que o estoque de alimentação proporcione um baixo aperfeiçoamento da resistividade elétrica através da profundidade (ou largura se aplicável, por exemplo, para estoque de alimentação adjacente a catodo orientado verticalmente) de, ou dentro, um leito do estoque de alimentação. Estes objetivos podem ser endereçados através de aumento de espaço livre de um estoque de alimentação e assegurando que o estoque de alimentação não deposita ou alinha para prover regiões de resistência para fluxo de corrente.

Ainda uma vantagem que pode resultar do uso de um estoque de alimentação formado de elementos empacotados randomicamente é que a área de superfície total de um catodo que está em contato com o estoque de alimentação pode ser menor do que pode resultar do uso de outras formas de estoque de alimentação de empacotamento não randômico. Por exemplo, onde o estoque de alimentação está em direto contato com um catodo, uma camada inicial de elementos em forma de disco do estoque de alimentação pode ser provável de orientar de modo que cada um deles contata o catodo com uma das faces de disco. Isto pode resultar em uma grande área de contato elemento-para-catodo e reduzir a área do catodo disponível para fluxo de corrente. Camadas subsequentes dos elementos com forma de disco também podem ser prováveis de orientar e contatar a camada inicial de elementos de forma de disco com contato face a face. Isto pode resultar em ainda restrição dos caminhos de fluxo de corrente. Os caminhos de fluxo de corrente podem ser completamente restritos através de cobertura de superfície de um catodo com um estoque de alimentação compreendendo tais elementos em forma de disco onde a espessura da camada é somente de uns poucos elementos de profundidade.

Um estoque de alimentação de elementos de empacotamento randômico, por outro lado, pode ser mais provável de contatar o catodo em um maior número de pontos discretos (por exemplo, entre cantos ou bordas de elementos de estoque de alimentação e a superfície de catodo, que é tipicamente planar), pelo que deixando uma maior área de catodo exposta e disponível para fluxo de corrente.

Muitas formas não podem ser consideradas serem formas de empacotamento randômico ou terem propriedades de empacotamento randômico. Por exemplo, se elementos individuais de um estoque de alimentação são tubulares e têm uma razão de comprimento para diâmetro de, por exemplo, 2:1, então uma pluralidade de elementos serão suscetíveis a ordenamento ou alinhamento localizado quando os elementos individuais tenderão a alinhar na mesma orientação. Se um volume de estoque de alimentação contendo uma pluralidade de tais elementos torna-se ordenado ou alinhado desta maneira então o fluxo de fluido em uma direção (na qual os elementos estão longitudinalmente) será aumentado devido aos lúmens dos tubos sendo alinhados, enquanto fluxo de fluido em uma direção perpendicular será impedido. Partículas esféricas também são suscetíveis à deposição em um arranjo ordenado que aumenta sua densidade de empacotamento e restringe fluxo de fluido e/ou corrente.

Ainda como um exemplo, se elementos individuais de um estoque de alimentação são formados de uma forma tal como um tubo cônico truncado então os elementos podem ser suscetíveis a serem aninhados. Aninhamento é um processo no qual uma porção de um elemento pode se projetar no espaço dentro de um outro elemento e é bem conhecido como uma maneira de empilhar múltiplos itens como béchers, cones de trânsito e cadeiras. Aninhamento conduz a algumas regiões de estoque de alimentação tendo uma densidade maior que outras regiões de elementos e também pode conduzir a orientação localizada de elementos dentro de estoque de alimentação.

Assim, exemplos de formas que não são randomicamente empacotáveis incluem tubos alongados, esferas, cubos e cuboides, cones truncados, discos e cilindros alongados. Muitas das formas tridimensionais como de costume não têm propriedades de empacotamento randômico.

Partículas substancialmente quimicamente inertes que têm propriedades de empacotamento randômico são correntemente usadas como empacotamento em colunas industriais de destilação e absorção. Estas partículas de empacotamento randômico da técnica anterior elas próprias não

sofrem reação química e são usadas para facilitar contato gás : líquido em processos industriais.

O material formando as paredes dos elementos é um material precursor que pode ser reduzido em uma célula eletrolítica. Um exemplo preferido pode ser um elemento óxido de metal para redução através de desoxidação para produzir um produto reduzido ou um produto metálico.

Um objetivo de uso de um estoque de alimentação de acordo com a invenção é eliminar a necessidade de cada elemento individual de material precursor ser individualmente montado ou acoplado em uma célula eletrolítica antes de realização de uma redução. O uso de um estoque de alimentação de acordo com a invenção vantajosamente pode permitir que o material seja introduzido em uma célula eletrolítica através do ato de deposição ou vertendo uma camada da desejada profundidade em, ou sobre, uma apropriada porção da célula eletrolítica.

É conhecida a produção de pré-formas tais como grânulos ou pelotas de material precursor para subsequente redução em uma célula eletrolítica. Tais pré-formas podem ser vertidas em uma camada dentro da célula antes de redução. Tais pré-formas são limitadas, entretanto, no tamanho da pré-forma que pode ser reduzido com sucesso em um tempo economicamente viável e devido a problemas que podem ser causados em processamento devido à densidade relativamente alta de uma camada de tais préformas. Por exemplo, como descrito acima pode ser difícil reduzir um leito de grânulos ou pelotas tendo uma profundidade de mais que um elemento em espessura devido a restrições ou resistência nos caminhos de fluxo de corrente e/ou fluido através do estoque de alimentação.

Os elementos formando o estoque de alimentação da presente invenção são conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem um definido espaço livre por m^3. Isto significa que, estando você amassando ou vertendo um volume de estoque de alimentação, por exemplo, um metro cúbico do estoque de alimentação, em um cesto, entre 35% e 90% daquele metro cúbico podem ser espaço livre. Vantajosamente, tal espaço livre pode permitir um fluxo livre de líquido através do estoque de ali-

mentação. O estoque de alimentação tipicamente será imerso em um sal fundido durante uma redução eletrolítica e o fluxo do sal fundido através de elementos depositados ou vertidos pode ser importante para a velocidade e eficiência da redução de estoque de alimentação, por exemplo, auxiliando a remoção de qualquer óxido de metal reativo que seja formado. (Como um exemplo, onde um sal cloreto de cálcio é usado no processo de redução óxido de cálcio pode ser formado como um produto de reação). Além disso, o espaço livre pode prover um caminho de fluxo de corrente através de estoque de alimentação, que pode ser desejável em alguns tipos de processos de eletrorreduçãoi.

Um volume de estoque de alimentação que foi depositado ou vertido sobre uma superfície, por exemplo, sobre uma superfície de catodo, ou em um espaço pode ser chamado um estoque de alimentação depositado.

É notado que qualquer porosidade dentro do material que forma cada elemento (por exemplo, dentro de parede ou paredes de cada elemento) não é considerada formar parte de espaço livre do estoque de alimentação. Por exemplo, considerar dois diferentes estoques de alimentação formados por uma pluralidade de elementos de forma e tamanho idênticos. O espaço livre definido pelos dois estoques de alimentação não varia se a porosidade do material dos elementos é diferente em cada estoque de alimentação. Se as paredes dos elementos de um estoque de alimentação são formadas de um material substancialmente denso e as paredes dos elementos constituindo o outro estoque de alimentação são formadas de um material tendo 50% de porosidade, o espaço livre definido por cada um dos estoques de alimentação ainda é o mesmo. Assim, o espaço livre definido por um volume de um estoque de alimentação é uma função das dimensões macroscópicas dos elementos constituindo aquele estoque de alimentação e não é variável para outros parâmetros como densidade do material constituindo o estoque de alimentação. O espaço livre como definido neste pedido de patente pode ser referido como espaço livre empacotado.

A espessura de parede máxima de elementos no estoque de a-

limentação pode ser maior que 10 mm em algumas circunstâncias, mas é previsto que a taxa de redução de elementos com maiores espessuras de pares pode proceder em uma taxa antieconômica e por isso é vantajoso que a espessura de parede máxima para maioria de aplicações seja de menos que 10 mm.

Da mesma maneira, é possível que elementos sejam conformados de modo que o espaço livre seja maior que 90%. Entretanto, aumento de porcentagem de espaço livre além de 90% correspondentemente diminuirá o volume de material por volume unitário de estoque de alimentação que é disponível para redução. Assim, o espaço livre ótimo do estoque de alimentação é uma escolha entre o desejo de ótimo fluxo de fluido e/ou caminho de fluxo de corrente através de estoque de alimentação e o desejo de reduzir uma massa economicamente viável de material em cada célula particular.

Preferivelmente cada elemento tem uma espessura ou espessura de parede de menos que 15 mm ou menos que 10 mm, por exemplo, entre 0,25 mm e 5 mm, preferivelmente entre 0,5 mm e 3 mm, particularmente preferivelmente entre 1 mm e 2 mm. Como descrito acima, a espessura de parede pode simplesmente ser a espessura do material que forma o elemento. Elementos com tais espessuras de parede podem ser reduzidos eletroliticamente em razoáveis estruturas de tempo, em um processo comercial, quando o caminho de difusão máximo em tais materiais será baixo.

Pode ser vantajoso, particularmente onde espessuras de paredes estão na direção de extremidade superior das faixas definidas, que as paredes que formam cada elemento sejam porosas. Em outras palavras, o corpo de material do qual os elementos são fabricados tem porosidade. Será apreciado por aqueles versados na técnica que as seguintes referências à porosidade referem-se à porosidade aberta. Tal porosidade permite penetração de um líquido, por exemplo, de um sal fundido, no corpo do elemento enquanto poros fechados não permitem. Esta porosidade pode reduzir caminhos de difusão dentro do elemento e pelo que aumentar taxas de redução. É preferível, por isso, que qualquer porosidade seja porosidade aberta co-

nectando com uma superfície do elemento.

Onde um elemento constituindo o estoque de alimentação é poroso, é preferível que a porosidade esteja entre cerca de 10% e 70%, particularmente preferivelmente entre 25% e 45%. Tais faixas de porosidade podem permitir que sal fundido infiltre no corpo dos elementos enquanto os elementos retêm uma adequada resistência mecânica para sofrerem redução sem significante quebra.

Valores preferíveis para porcentagem de espaço livre por volume unitário de estoque de alimentação, preferivelmente estoque de alimentação depositado ou vertido, estão entre 50% e 80%, preferivelmente entre 55% e 75%, e particularmente preferivelmente entre 60% e 70%. É notado, para evitar dúvidas, que qualquer porosidade que esteja presente dentro de corpo de um elemento não é contada como parte do espaço livre por volume unitário do estoque de alimentação.

Pode ser vantajoso que o estoque de alimentação tenha uma grande razão de área de superfície para volume. Preferivelmente a área de superfície do estoque de alimentação está entre 2000 m^2 e 200 m^2 por m^3, preferivelmente entre 1500 m^2 e 400 m^2 por m^3, particularmente preferivelmente entre 1000 m^2 e 600 m^2 por m^3. As áreas de superfície cotadas são as áreas de superfície macroscópica, isto é, variações microscópicas em topologia e superfícies internas resultantes de porosidade de material não são levadas em conta. É provável que na maioria das reações a taxa de redução na superfície de um elemento possa exceder a taxa de redução dentro do volume do elemento. Assim, através de aumento de razão de área de superfície para volume do estoque de alimentação, a taxa total de redução pode ser aumentada.

É preferível que o estoque de alimentação seja um estoque de alimentação para uso em uma célula de eletrorredução, por exemplo, em uma célula de eletrorredução para redução de acordo com o processo FFC para o processo Polar. O estoque de alimentação pode ser usado, por exemplo, em um processo de redução química, por exemplo, um processo de redução térmica de cálcio ou de metal reativo.

Pode ser vantajoso que os elementos compreendendo o estoque de alimentação sejam formados a partir de um material pulverizado. Muitos processos de processamento de pulverizado são conhecidos e podem ser usados para produção de um estoque de alimentação de acordo com a invenção, por exemplo, através de prensagem, moldagem, fusão deslizante, ou extrusão. Elementos produzidos através de processamento de pulverizado podem ser sinterizados durante sua produção para provimento dos mesmos com a requerida resistência mecânica para atuação como um estoque de alimentação e também para controle de níveis de porosidade nos elementos dentro de limites predeterminados.

O estoque de alimentação pode ser formado a partir de um composto entre pelo menos uma espécie metal e uma espécie não metal. Por exemplo, o estoque de alimentação pode ser vantajosamente formado de um óxido de metal ou mistura de óxidos de metais ou de uma mistura de um ou mais óxidos de metais e um ou mais metais. Assim, os elementos constituindo o estoque de alimentação podem ser formados através de processamento de pulverizado de um pulverizado que contém uma mistura de óxidos de metais e pulverizado de metal. Os elementos do estoque de alimentação também podem ser constituídos de uma mistura de minérios ocorrendo naturalmente e/ou, outros componentes, por exemplo, óxidos e sulfetos.

Quase qualquer óxido de metal pode ser capaz de redução usando um processo de eletrólise e por isso pode ser usado para fabricação de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção. Em particular, o estoque de alimentação pode compreender um ou mais óxidos selecionados do grupo consistindo em berílio, boro, magnésio, alumínio, silício, escândio, titânio, vanádio, cromo, manganês, ferro, cobalto, níquel, cobre, zinco, germânio, ítrio, zircônio, nióbio, molibdênio, háfnio, tântalo, tungstênio, e os lantanídeos incluindo lantânio, cério, praseodímio, neodímio, samário, e os actinídeos incluindo actínio, tório, protactínio, urânio, neptúnio e plutônio. O produto de um processo de redução pode compreender qualquer um destes metais, ou uma liga ou intermetálico compreendendo qualquer um

destes materiais.

Uma forma de elemento particularmente preferível para formação de estoque de alimentação é um elemento com forma de tubo ou substancialmente com forma de anel. Tais elementos podem ser fabricados, por exemplo, através de extrusão de uma pasta pulverizada. Os elementos podem não formar um anel contínuo, mas podem ser um anel partido, isto é, os elementos podem ser ou anel ou tubo tendo um perfil com "forma de C" antes que um perfil com "forma de O".

Preferivelmente o diâmetro de qualquer tal anel ou tubo (ambos perfis, "forma de O" e "forma de C") é substancialmente o mesmo como a altura do anel ou tubo. Isto pode permitir que o elemento funcione como um elemento que pode ser empacotado randomicamente e pode permitir que um número de camadas de tais elementos entrelacem, ou empilhem randomicamente juntas mantendo uma previsível porcentagem de espaço livre. Se a razão de aspecto de um elemento com forma de tubo foi tal que o diâmetro do tubo foi muito diferente de sua altura, então os elementos podem ser propensos a alinhamento e a serem aninhados, e isto pode alterar o espaço livre de um volume de tais elementos em diferentes locais ou regiões dentro de um volume do estoque de alimentação.

Idealmente a razão de aspecto (comprimento : diâmetro) de anéis, anéis e tubos divididos deve ser 1:1 mas pode variar levemente, por exemplo, 1:1 +/- 0,5 (em outras palavras uma razão de aspecto de entre 0,5:1 e 1:0,5).

Vantajosamente o diâmetro do anel ou tubo pode estar entre 3 mm e 20 mm, preferivelmente entre 5 mm e 10 mm, preferivelmente cerca de 6 mm ou cerca de 7 mm.

Em um segundo aspecto, a invenção pode prover o uso de elementos que podem ser empacotados randomicamente como um estoque de alimentação para uma reação de redução, onde os elementos têm entre 35% e 90% de espaço livre por volume unitário. Espaço livre é como definido acima em relação ao primeiro aspecto da invenção e não inclui qualquer porosidade dentro do material formando cada elemento.

Em um terceiro aspecto, a invenção pode prover um processo de redução de um material precursor para formar um produto reduzido. O processo pode compreender as etapas de formação de um estoque de alimentação sólido a partir do material precursor, o estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem entre 35% e 90% de espaço livre, disposição de uma camada do estoque de alimentação tendo uma espessura predeterminada em contato com um catodo e um sal fundido dentro de uma célula eletrolítica, e aplicação de um potencial entre um anodo da célula e o catodo suficiente para causar redução do estoque de alimentação.

Preferivelmente o estoque de alimentação nos segundo e terceiro aspectos é qualquer estoque de alimentação como descrito acima.

O processo é de particular benefício onde a redução é realizada em uma célula eletrolítica tendo um arranjo de catodo que permite que o contato com o estoque de alimentação seja mantido por gravidade. Exemplos de tais catodos incluem um catodo tendo uma estrutura semelhante à bandeja ou semelhante a cesto onde o estoque de alimentação pode ser disposto em contato com o catodo através de estoque de alimentação sendo depositado ou vertido no cesto ou sobre a bandeja. Ainda um exemplo de uma estrutura de catodo pode ser onde a célula eletrolítica tem uma superfície de catodo disposta horizontalmente e o estoque de alimentação pode ser disposto em contato com o catodo vertendo ou depositando o estoque de alimentação sobre esta superfície para uma profundidade predeterminada.

Uma vantagem para o uso de um estoque de alimentação de acordo com a invenção em conjunção com uma tal célula eletrolítica pode ser que a complicada e algumas vezes cara operação de ligação de cada elemento ou elementos de um estoque de alimentação a um catodo pode ser eliminada. O estoque de alimentação pode ser disposto na célula eletrolítica simplesmente vertendo ou depositando o mesmo na apropriada porção da célula e, da mesma maneira, o produto reduzido da redução eletrolítica pode ser removido da célula vertendo o mesmo da célula.

Preferivelmente o sal fundido é um sal haleto compreendendo

um metal de grupo 1 ou grupo 2, por exemplo, um sal cloreto de cálcio ou um sal cloreto de lítio. Pode ser particularmente preferível que o sal de metal fundido ainda compreenda um óxido de metal de grupo 1 ou grupo 2. Assim, no exemplo onde o sal fundido é cloreto de cálcio, o sal ainda pode compreender uma porção de óxido de cálcio dissolvido no sal. Da mesma maneira, se é usado um sal cloreto de lítio, o sal ainda pode compreender óxido de lítio dissolvido no sal.

Composições mistas de sais e óxidos também podem ser usadas para os propósitos de redução de estoque de alimentação.

Alguns processos de redução podem somente operar quando o sal fundido ou eletrólito usado no processo compreende uma espécie metálica (um metal reativo) que forma um óxido mais estável que o óxido metálico ou composto sendo reduzido, isto, o óxido ou composto que forma o estoque de alimentação. Tal informação é facilmente disponível na forma de dados termodinâmicos, especificamente dados de energia livre de Gibbs, e podem ser convenientemente determinados a partir de um diagrama Ellingham padrão ou diagrama de predominância ou diagrama de energia livre de Gibbs. Dados termodinâmicos sobre estabilidade de óxido e diagramas de Ellingham são disponíveis para, e entendidos por, eletroquímicos e metalurgistas extrativos (aqueles versados na técnica neste caso podem estar bem cientes de tais dados e informações).

Assim, um eletrólito preferido para um processo de redução pode compreender um sal de cálcio. Cálcio forma um óxido mais estável que a maioria de outros metais e pode por isso atuar para facilitar redução de qualquer óxido de metal que seja menos estável que óxido de cálcio. Em outros casos, sais contendo outros metais reativos podem ser usados. Por exemplo, um processo de redução de acordo com qualquer aspecto da invenção aqui descrita pode ser realizado usando um sal compreendendo lítio, sódio, potássio, rubídio, césio, magnésio, cálcio, estrôncio, bário, ou ítrio. Cloretos ou outros sais podem ser usados, incluindo mistura de cloretos ou outros sais.

O processo adicionalmente pode compreender uma etapa de

escoamento de sal fundido sobre e/ou através de estoque de alimentação. O movimento contínuo de sal fundido sobre a superfície do estoque de alimentação durante uma reação de eletrólise pode aumentar eficiência da reação. O espaço livre dentro de estoque de alimentação pode permitir vantajosamente a passagem de um fluxo de sal fundido através de estoque de alimentação relativamente não inibido. Isto pode, vantajosamente, evitar que quaisquer porções de sal fundido sejam estagnadas dentro de regiões do estoque de alimentação e interrompam o desenvolvimento de metal reativo / óxido de cálcio. O espaço livre também pode prover múltiplos caminhos de fluxo de corrente através do estoque de alimentação. Empacotamento randômico do estoque de alimentação pode resultar em uma distribuição homogênea de espaço livre através de um volume de estoque de alimentação e, por isso, pode significar que corrente pode fluir uniformemente por todo estoque de alimentação. Isto é particularmente importante em um processo comercial, para assegurar que as mesmas condições de reação podem ser previsível e consistentemente aplicadas a todas as regiões do estoque de alimentação.

Em um quarto aspecto, a invenção pode prover um elemento de empacotamento randômico metálico. Elementos de empacotamento randômico são comumente usados em processamento químico, por exemplo, para empacotamento de colunas de destilação. A invenção pode prover vantajosamente um processo de produção de um elemento de empacotamento randômico metálico através de redução de um elemento não metálico na forma de um elemento de empacotamento randômico. Durante a redução do elemento não metálico, o elemento pode reter sua forma e assim formar um produto que é um elemento de empacotamento randômico metálico. Partículas ou elementos de empacotamento randômico para uso como empacotamento de coluna (por exemplo, em colunas de destilação) devem ser inertes. Também é preferível que o material tenha baixa densidade, de modo a reduzir a massa de uma coluna enchida com os elementos. Muitos metais e ligas podem satisfazer estes critérios. Por exemplo, titânio e ligas de titânio podem ser particularmente apropriados para uso como um material de empa-

cotamento de coluna mas não são correntemente usados para o propósito devido ao custo. A invenção pode, assim, prover um meio de produção eficiente de tais elementos de empacotamento randômico.

A formação de um elemento de empacotamento randômico metálico através de processamento de pulverizado de um óxido de metal ou pulverizado cerâmico seguido por redução eletrolítica pode permitir a formação de elementos de empacotamento randômicos tendo formas que são difíceis de serem formadas através de outros meios, ou formadas a partir de metais e/ou de composições de metais não anteriormente usadas ou mesmo consideradas para uso como elementos de empacotamento.

Modalidades Específicas da Invenção

Modalidades específicas da invenção serão agora descritas com referência às figuras onde:

A figura 1 é uma ilustração em perspectiva de um primeiro elemento tridimensional para constituição de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção.

A figura 1A é uma ilustração de um estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos tridimensionais como mostrado na figura 1.

A figura 1B é uma ilustração mostrando o estoque de alimentação de figura 1A após redução para metal.

A figura 2 é uma vista plana do elemento de figura 1.

A figura 3 é uma vista plana de um segundo elemento para constituição de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção.

A figura 4 é um diagrama esquemático de uma célula de eletrólise para redução de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção.

A figura 5 é um diagrama esquemático de uma célula de eletrólise bipolar para redução de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção.

A figura 6 ilustra uma porção da célula bipolar de figura 5.

A figura 7a ilustra uma vista em perspectiva de um terceiro elemento apropriado para fabricação de um estoque de alimentação de acordo com a invenção.

A figura 7B ilustra uma vista lateral do elemento de figura 7a.

A figura 7c ilustra uma vista frontal do elemento de figura 7a.

A figura 7d ilustra uma vista plana do elemento de figura 7a.

A figura 8a ilustra uma vista em perspectiva de um quarto elemento apropriado para fabricação de um estoque de alimentação de acordo com a invenção.

A figura 8b ilustra uma vista lateral do elemento de figura 8a.

A figura 8c ilustra uma vista frontal do elemento de figura 8a.

A figura 8d ilustra uma vista plana do elemento de figura 8a.

Uma modalidade específica de um estoque de alimentação e processo de redução de estoque de alimentação será agora descrita no contexto de um estoque de alimentação para produção de titânio metálico através de eletrodesoxidação de dióxido de titânio (TiO_2).

A figura 1 ilustra um elemento de dióxido de titânio simples 10 formando parte de um estoque de alimentação. O elemento está na forma de um anel tendo uma altura, ou comprimento, (marcado como h na figura 1) que é cerca de 6 mm +/- 0,5 mm e um diâmetro externo (d) que é cerca de 6 mm +/- 1,0 mm. A espessura de parede do elemento (t) é cerca de 1 mm +/- 0,5 mm. Assim, o elemento está na forma de um anel tendo substancialmente a mesma altura (comprimento) e diâmetro. O peso de cada elemento quando fabricado de TiO_2 é cerca de 0,2 g.

Um estoque de alimentação de acordo com a invenção é constituído por uma pluralidade de tais anéis 10 (ver figura 1A), e a razão de aspecto dos anéis de aproximadamente 1:1 proporciona ao estoque de alimentação a propriedade de empacotamento randômico, isto é, um volume do estoque de alimentação não tem qualquer faixa longa de alinhamento.

O estoque de alimentação é fabricado por extrusão de uma pasta de dióxido de titânio. A pasta é formada através de mistura de pulverizado de dióxido de titânio tendo um tamanho de partícula médio (D_{50}) de 1 micro-

metro e um ligante. A pasta é extrudada e fatiada para formação de uma pluralidade de pré-formas de elementos e estas pré-formas são então sinterizadas em aproximadamente 1050 +/- 50°C por um período de cerca de 4 horas para remover o ligante e consolidar as pré-formas. Os elementos resultantes consistem em dióxido de titânio substancialmente puro tendo uma porosidade de cerca de 40%. Ou seja, o material constituindo o corpo, ou paredes, de cada elemento tem uma porosidade de cerca de 40%.

Um volume de um metro cúbico dos elementos tem uma área de superfície de aproximadamente 1000 m^2 (ou seja a área de superfície do elemento não incluindo qualquer porosidade que as paredes do elemento possam ter; isto é, a superfície topológica macroscópica). Quando seus elementos constituintes são empacotados randomicamente, a densidade de número dos elementos no estoque de alimentação é cerca de 3 000 000 por m^3, o estoque de alimentação tem um espaço livre (também chamado volume ou vazio livre) de cerca de 75% (isto é, o volume livre é cerca de 0,75 m^3 por m^3 de estoque de alimentação). Espaço livre do estoque de alimentação não inclui qualquer porosidade dentro do material constituindo o corpo de cada elemento, como descrito acima. Neste caso específico os elementos do estoque de alimentação são anéis e o espaço livre é uma função da altura, diâmetro externo e espessura de parede dos anéis.

Muitas formas diferentes de elemento podem ser usadas para provimento de um estoque de alimentação tendo o desejado espaço livre por m^3.

A figura 3 ilustra uma vista plana de um elemento alternativo 100 que está na forma de um anel dividido. As dimensões de espessura de parede e diâmetro, altura / comprimento de anel dividido, e por isso a razão de aspecto, são as mesmas como para o anel ilustrado nas figuras 1 e 2, a diferença sendo que o anel, em vista plana, está na forma da letra "C".

As figuras 7a a 7d ilustram ainda uma forma de elemento alternativa 120 para fabricação de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção. Este elemento está na forma de um pseudossemicírculo. Esta forma complexa pode ser definida por um primeiro diâmetro (d_1)

um segundo, ou externo, diâmetro (d_2) e uma espessura de parede (t_1). A altura (h_1) é metade do segundo diâmetro (d_2). Como um exemplo específico, para um estoque de alimentação formado a partir de elementos tendo um primeiro diâmetro (d_1) de 12 mm, um segundo diâmetro (d_2) de 20 mm e uma espessura de parede (t_1) de 2 mm, a área de superfície específica é cerca de 650 m^2 por m^3, a densidade de número de elementos é cerca de 610 000 por m^3, e o espaço livre do estoque de alimentação é cerca de 68% (isto é, o vazio é cerca de 0,68 m^3 por m^3 de estoque de alimentação).

As figuras 8a a 8d ilustram ainda uma forma alternativa de elemento 130 para constituição de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção. O elemento 130 está na forma de uma sela. A espessura de parede (t_3) da forma de sela é efetivamente a espessura – através do material formando a sela. Comprimento (l), largura (w) e altura (h_2) da sela preferivelmente têm uma razão de aproximadamente 1:1:1.

Onde uma sela como ilustrada em figuras 8a a 8d tem uma largura, comprimento e profundidade de cerca de 19 mm, a área de superfície de um estoque de alimentação formado pelos elementos pode ser aproximadamente 225 m^2 por m^3, a densidade de número de partículas pode ser cerca de 84 000 por m^3, e o espaço livre de um volume do estoque de alimentação pode ser cerca de 58% (isto é, o volume livre ou vazio é cerca de 0,58 m^3 por m^3 de estoque de alimentação).

Embora a específica modalidade descrita acima refira-se a um estoque de alimentação constituído por uma pluralidade de elementos de dióxido de titânio, é notado que o estoque de alimentação pode ser fabricado de uma pluralidade de elementos de qualquer composição que seja reduzível em uma célula eletrolítica. Por exemplo, o estoque de alimentação pode ser fabricado de outros óxidos como óxido de tântalo ou óxido de nióbio, ou de misturas de óxidos, ou de uma mistura de óxidos e metais, ou outros compostos capazes de serem reduzidos, por exemplo, sulfetos. Também pode ser possível, por exemplo, produzir elementos de estoque de alimentação diretamente de minérios ocorrendo naturalmente.

Onde é desejado produzir titânio, o estoque de alimentação po-

de ser um titanato, por exemplo, um titanato de cálcio, e similarmente onde é desejado produzir metal tântalo, então o estoque de alimentação pode ser um tantalato, por exemplo, um tantalato de cálcio.

A figura 4 é uma ilustração esquemática de uma célula eletrolítica para redução de um estoque de alimentação de acordo com a invenção. A célula ilustrada na figura 4 é usada para reduzir o estoque de alimentação de dióxido de titânio descrito acima a titânio usando o processo de eletrodecomposição Cambridge FFC.

A célula 400 compreende um banho de sal 410 contendo cloreto de cálcio fundido 420 ($CaCl_2$ tendo teor de CaO de até 11% em peso). Um anodo de carbono 430 é imerso no sal fundido e conectado a um suprimento de energia 440. Uma estrutura de catodo semelhante a cesto 450 também está acoplada ao suprimento de energia. O catodo semelhante a cesto 450 forma um cesto para recepção de estoque de alimentação.

Um volume de estoque de alimentação é vertido na estrutura de catodo semelhante a cesto 450 e por isso posto em contato com a estrutura de catodo em um número de pontos (entre bordas e cantos do estoque de alimentação e a superfície do catodo). Uma vez o catodo semelhante a cesto tenha sido carregado com um volume do estoque de alimentação 460, o cesto e estoque de alimentação podem ser abaixados no sal fundido de modo que o estoque de alimentação, ou pelo menos uma porção do estoque de alimentação, está em contato com ambos, a estrutura de catodo e o sal fundido.

De modo a reduzir o estoque de alimentação, é aplicada uma voltagem entre o anodo e o catodo suficiente para remover oxigênio do estoque de alimentação. A voltagem é mantida de modo que oxigênio é removido do estoque de alimentação mas cálcio não é depositado sobre o catodo em forma metálica.

Pode ser vantajoso controlar a voltagem de célula através de referência a um eletrodo de referência disposto na célula. Uso de um eletrodo de referência não é essencial, entretanto.

O estoque de alimentação de acordo com a invenção pode ser

particularmente vantajoso quando usado em conjunção com uma célula eletrolítica tendo um elemento catodo disposto substancialmente horizontalmente, por exemplo, um elemento catodo em uma célula bipolar. Uma descrição de uma tal célula é como se segue, com referência às figuras 5 e 6.

A figura 5 é um diagrama esquemático de uma célula bipolar apropriada para realizar uma eletrorredução tipo FFC sobre um estoque de alimentação como descrito acima. A aparelhagem 500 compreende um invólucro substancialmente cilíndrico 520 tendo uma base circular de 150 cm de diâmetro e uma altura de 300 cm. O invólucro tem paredes fabricadas de aço inoxidável definindo uma cavidade ou espaço interno, e uma entrada 530 e uma saída 540 para permitir que sal fundido escoe para dentro e para fora do invólucro. As paredes de invólucro podem ser fabricadas de qualquer material apropriado. Tais materiais podem incluir aços carbono, aços inoxidáveis, e ligas de níquel. A entrada de sal fundido 530 é definida através de uma porção inferior da parede de invólucro e a saída de sal fundido 540 é definida através de uma porção superior da parede de invólucro. Assim, em uso, sal fundido flui no invólucro em um ponto inferior e flui ascendentemente através de invólucro eventualmente passando para fora do invólucro através da saída.

As paredes internas do invólucro são revestidas com alumina para assegurar que as superfícies internas do invólucro são eletricamente isolantes.

Um anodo 550 está disposto dentro de uma porção superior do invólucro. O anodo é um disco de carbono tendo um diâmetro de 100 cm e uma espessura de 5 cm. O anodo está acoplado a um suprimento de eletricidade via um acoplamento elétrico 550 que se estende através de parede do invólucro.

Um catodo 550 está disposto em uma porção inferior do invólucro. O catodo é uma placa circular de uma liga de metal inerte, por exemplo, tântalo, molibdênio, ou tungstênio tendo um diâmetro de 100 cm. A escolha de material de catodo pode ser influenciada pelo tipo de estoque de alimentação sendo reduzido. O produto reduzido preferivelmente não reage com ou

adere substancialmente ao material de catodo sob condições de operação de célula. O catodo 550 está conectado a um suprimento elétrico através de um acoplamento elétrico 565 que se estende através de uma porção inferior da parede de invólucro. A circunferência do catodo é ligada por um anel estendendo-se ascendentemente formando uma superfície superior semelhante à bandeja para o catodo.

A superfície superior do catodo 560 suporta um número de membros de separação eletricamente isolantes 570 que atuam para suportar um elemento bipolar 580 diretamente acima de catodo. Os membros de separação são colunas de óxido de ítrio ou óxido de alumínio tendo uma altura de 10 cm. É importante que os membros de separação sejam eletricamente isolantes e substancialmente inertes nas condições de operação da aparelhagem. Eles também têm de ser capazes de suportar o peso de uma pilha de células compreendendo uma pluralidade de elementos bipolares. Os membros de separação são espaçados uniformemente ao redor de circunferência do catodo e suportam o elemento bipolar 580 imediatamente acima de catodo.

Cada elemento bipolar 580 é formado de uma estrutura compósita tendo uma porção superior catódica 590 e uma porção inferior anódica 5100. Em cada caso a porção anódica é um disco de carbono de 100 cm de diâmetro e 3 cm de espessura e a porção superior catódica 590 é uma placa metálica circular tendo diâmetro de 100 cm e um anel ou flange periférico estendendo-se ascendentemente de modo que a porção superior da porção catódica 590 forma uma bandeja.

A aparelhagem compreende um empilhamento de dez tais elementos bipolares 580, cada elemento bipolar suportado verticalmente acima do último por meio de membros de separação eletricamente isolantes 570. (Para clareza somente 4 elementos bipolares são mostrados na ilustração esquemática de figura 5). A aparelhagem pode compreender tantos elementos bipolares quanto requeridos posicionados dentro de invólucro e verticalmente espaçados um do outro entre o anodo e o catodo. Cada elemento bipolar é eletricamente isolado dos outros. O elemento bipolar mais alto 581

não suporta qualquer um dos membros de separação eletricamente isolantes e está posicionado verticalmente abaixo de anodo terminal 550.

A superfície superior do catodo terminal 560 e as superfícies superiores de cada um dos elementos bipolares atuam como um suporte para o estoque de alimentação 5110. O estoque de alimentação 5110 é formado de uma pluralidade de anéis de dióxido de titânio, como descrito acima e como ilustrado em figuras 1 e 2. O estoque de alimentação é livremente vertido, ou depositado, sobre a superfície superior de cada suporte catódico para uma profundidade de 4 cm. O anel ou flange estendendo-se ascendentemente que liga a superfície superior de cada elemento catódico atua para reter o estoque de alimentação sobre a superfície superior de cada elemento para a requerida profundidade. Quando depositado sobre as superfícies catódicas, o estoque de alimentação tem um arranjo substancialmente randômico de seus elementos constituintes, e assim apresenta um espaço livre relativamente consistente independente de qual elemento catodo o estoque de alimentação está em contato.

Um processo de redução de estoque de alimentação (isto é, o estoque de alimentação descrito acima em relação às figuras 1 e 2) usando uma célula bipolar será agora descrito.

Existe um número de maneiras de carregar a aparelhagem com o estoque de alimentação, e o seguinte é somente um exemplo. O invólucro é aberto, por exemplo, através de remoção de uma tampa ou abertura no invólucro que acessa a porção interna do invólucro. Um volume de estoque de alimentação é vertido, ou depositado, sobre o catodo terminal disposto em uma porção inferior do invólucro, de modo que a superfície do catodo terminal seja coberta com estoque de alimentação para uma profundidade de 4 cm. Como o estoque de alimentação tem altura / comprimento e diâmetro que são ambos 6 mm +/- 0,5 mm, o estoque de alimentação é cerca de 7 a 8 camadas de espessura em uma profundidade de 4 cm. O estoque de alimentação é evitado de rolar da superfície do catodo pelo anel ligando a superfície do catodo.

Um elemento bipolar é então suportado acima de catodo pelos

membros de separação eletricamente isolantes 570 que descansam sobre a superfície superior do catodo 560. Um volume de estoque de alimentação é então depositado sobre a superfície do elemento bipolar até a superfície superior do elemento bipolar 580 ser coberta com estoque de alimentação para uma profundidade de 4 cm. Como descrito em relação ao catodo 560, o estoque de alimentação é mantido sobre a superfície superior do elemento bipolar através de um anel estendendo-se ascendentemente ligando a superfície superior, catódica, 590 do elemento bipolar 580.

Este processo é novamente repetido para cada elemento bipolar constituindo o empilhamento de células bipolares. Cada novo elemento bipolar é suportado em separação vertical do elemento bipolar inferior por meio de membros de separação eletricamente isolantes, e estoque de alimentação é aplicado à superfície do elemento bipolar. Quando todos os elementos bipolares foram dispostos (por exemplo, dez elementos bipolares espaçados verticalmente constituindo um empilhamento de células bipolares), o anodo terminal 550 é disposto acima de elemento bipolar terminal mais alto 581, e o invólucro é selado, por exemplo, recolocando a tampa ou fechando a abertura de acesso.

A figura 6 ilustra os componentes de uma célula unitária do empilhamento de células bipolares. A célula unitária consiste em membros de separação eletricamente isolantes de óxido de ítrio 570. Estes membros de separação são de 10 cm de comprimento. A porção inferior, anódica, do elemento bipolar 5100 é um disco ou placa de carbono de 3 cm de espessura tendo um diâmetro de 100 cm, e é suportado em cima dos membros de separação. Em cima de porção anodo de carbono 5100 está a porção superior ou catódica do elemento bipolar 590 que está na forma de uma bandeja de titânio tendo um diâmetro de 100 cm. A área de superfície da bandeja é aproximadamente de 0,78 m^2 e o estoque de alimentação de dióxido de titânio 5110 é suportado sobre esta superfície.

Um apropriado sal fundido para realização de redução eletrolítica de muitos diferentes materiais de estoque de alimentação pode compreender cloreto de cálcio. No específico exemplo de uma redução de dióxido

de titânio, um sal preferido é cloreto de cálcio contendo entre cerca de 0,3 a 0,6% de óxido de cálcio dissolvido.

O sal é aquecido para um estado fundido em um cadinho ou reservatório separado (não mostrado) que é acoplado ao invólucro por meio de um circuito de sal fundido. O circuito compreende tubulação fabricada de grafite, carbono vítreo ou uma apropriada liga de metal resistente à corrosão através da qual o sal fundido pode ser feito fluir, por exemplo, por meio de uma bomba.

É indesejável bombear sal fundido na temperatura de trabalho (por exemplo, entre 700°C e 1100°C) diretamente no invólucro enquanto o invólucro está em temperatura ambiente. Por isso, o invólucro é primeiro aquecido. Gás inerte quente é passado através do invólucro por meio de entradas e saídas de gás quente (não mostradas) e o fluxo de gás quente através de invólucro aquece a porção interna do invólucro e os elementos contidos na porção interna do invólucro. Este processo também tem o efeito de purgar a célula de indesejáveis oxigênio e nitrogênio atmosféricos. Quando a porção interna do invólucro e elementos ali contidos atingiram uma temperatura suficiente, por exemplo, uma temperatura igual a, ou próxima da, temperatura do sal fundido, válvulas no circuito de fluxo de sal fundido são abertas, e sal fundido é deixado fluir no invólucro através de entrada 530. Devido à porção interna do invólucro ter sido aquecida não há substancial congelamento do sal fundido quando ele entra no invólucro, e o nível de sal fundido se eleva, cobrindo sucessivos elementos bipolares e o estoque de alimentação suportado sobre os mesmos. Quando o sal fundido atinge a porção superior do invólucro, ele flui fora da saída e de volta para o reservatório de sal fundido.

Em um processo exemplar de uso da aparelhagem, um potencial é aplicado entre o catodo terminal e o anodo terminal, de modo que as superfícies superiores do catodo terminal e cada um dos elementos bipolares tornam-se catódicas. O potencial em cada superfície catódica é suficiente para causar redução do estoque de alimentação suportado por cada superfície catódica, preferivelmente sem causar deposição de cálcio a partir de sal

fundido baseado em cloreto de cálcio. Por exemplo, para formar um potencial catódico de cerca de 2,5 volts sobre a superfície de cada um dos elementos bipolares, se existem dez tais elementos, é requerido que um potencial de entre aproximadamente 25 e 50 volts seja aplicado entre o catodo terminal e anodo terminal.

Em um processo de eletrodecomposição FFC para a redução de um estoque de alimentação de óxido em um sal cloreto de cálcio, oxigênio é removido do estoque de alimentação sem deposição de cálcio a partir de sal fundido. O mecanismo para redução FFC em uma célula bipolar pode ser como se segue.

Corrente é passada entre o catodo terminal e anodo terminal primariamente através de meios de transferência iônica através de fusão. Por exemplo, íons O^{2-} são removidos do estoque de alimentação suportado sobre o catodo terminal através de eletrodesoxidação e são transportados para a porção catódica 5100, do elemento bipolar imediatamente acima de catodo terminal. A reação dos íons oxigênio com o anodo de carbono resulta na evolução de uma mistura de monóxido de carbono gasoso, dióxido de carbono e oxigênio.

Elétrons transportados através da fusão pelo íon O^{2-} são transferidos para a porção de carbono do elemento e na porção de titânio catódica do elemento onde eles são disponíveis para a reação de eletrodecomposição do dióxido de titânio suportado sobre a porção superior do elemento bipolar. A reação de eletrodecomposição causa a remoção de oxigênio do dióxido de titânio na forma de um íon O^{2-}, e este íon é então transportado para o elemento anodo seguinte imediatamente acima no empilhamento.

A figura 1A ilustra um estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos de empacotamento randômicos anulares 10 formados de dióxido de titânio (cada elemento sendo como descrito acima com referência à figura 1). A título de exemplo, em uma particular redução eletrolítica, este estoque de alimentação foi depositado sobre um catodo planar em uma célula de eletrólise e reduzido usando o processo FFC como aqui descrito. O resultante estoque de alimentação reduzido é ilustrado na

figura 1B. O estoque de alimentação reduzido compreende uma pluralidade de elemento titânio 1010, cada um tendo substancialmente a mesma forma como os elementos de estoque de alimentação dos quais eles foram produzidos.

O estoque de alimentação reduzido ilustrado na figura 1B ainda pode ser processado, por exemplo, por trituração de elementos de titânio em um pulverizado, ou através de fusão de elementos de titânio para formar um lingote. Os elementos do estoque de alimentação reduzido podem ser apropriados, entretanto, para uso como elementos de empacotamento de coluna na indústria química sem ainda qualquer outro processamento significante que não lavagem de qualquer sal residual.

Redução do estoque de alimentação pode ser realizada usando processos outros que não o processo FFC. Por exemplo, eletrodecomposição pode ser realizada usando o processo de maior voltagem como descrito em WO 03076690.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"ESTOQUE DE ALIMENTAÇÃO".**

Esta invenção refere-se a um estoque de alimentação para redução em uma célula eletrolítica, em particular um estoque de alimentação apropriado para redução eletrolítica, por exemplo, para produzir um metal, em contato com um sal fundido.

Antecedentes

Em anos recentes tem havido grande interesse na produção direta de metal através de redução de um estoque de alimentação sólido, por exemplo, um estoque de alimentação de óxido de metal sólido. Uma redução pode ser realizada, por exemplo, para reduzir compostos metálicos ou compostos semi-metálicos a metais, semi-metais ou compostos parcialmente reduzidos, ou para reduzir misturas de compostos metálicos para formação de ligas ou inter-metálicos. De modo a evitar repetição, o termo metal será usado neste documento para abranger todos tais produtos, tais como produtos de metais, semi – metais, ligas, inter – metálicos e parcialmente reduzidos.

Um tal processo de redução é o processo de eletrodecomposição FFC Cambridge (como descrito em WO 99/64638). No processo FFC um composto sólido, por exemplo, um oxide metal sólido, é disposto em contato com um catodo em uma célula eletrolítica compreendendo um sal derretido ou fundido. Um potencial é aplicado entre o catodo e um anodo da célula de modo que o composto sólido é reduzido. No processo FFC, o potencial que reduz o composto sólido é menor que um potencial de deposição para um cátion do sal fundido. Por exemplo, se o sal fundido é cloreto de cálcio então o potencial de catodo no qual o composto sólido é reduzido é menor que um potencial de deposição para deposição de cálcio a partir do sal.

Outros processos de redução para redução de estoque de alimentação na forma de compostos de metais sólidos conectados – catodicamente foram propostos, como o processo Polar descrito em WO 03/076690. Estoques de alimentação também podem ser reduzidos quimicamente, por exemplo, através de formação eletrolítica de um metal reativo tal como cálcio

ou lítio em um sal fundido.

Convencionais implementações do FFC e outros processos de redução eletrolítica tipicamente envolvem a produção de um estoque de alimentação na forma de uma pré-forma ou precursor fabricado de um pulverizado do composto sólido a ser reduzido, por exemplo, através de fundição de deslizamento. Esta pré-forma é então cuidadosamente acoplada a um catodo para permitir ocorrência de redução. Uma vez um número de pré-formas tenham sido acopladas ao catodo, o catodo pode ser abaixado no sal fundido e as pré-formas podem ser reduzidas. (Um exemplo deste processo de conexão de uma pré-forma a um catodo é ilustrado em WO 03/076690, onde uma pelota de óxido de titânio é suspensa a partir de extremidade de um catado de arame Kanthanal). Pode ser de trabalho intenso a produção de pré-formas e então liga-las ao catodo. Embora esta metodologia funcione bem em uma escala de laboratório, ela não conduz à produção em massa de metal em uma escala industrial. É um objeto da invenção prover um estoque de alimentação mais apropriado e processo para redução de um estoque de alimentação.

Resumo da Invenção

A invenção provê um estoque de alimentação, o uso de um estoque de alimentação, um processo de redução de um material precursor e um elemento de empacotamento randômico metálico como definidos pelas reivindicações independentes apostas, às quais referência deve ser feita agora. Características preferidas ou vantajosas da invenção são definidas em sub-reivindicações dependentes.

Assim, em um primeiro aspecto a invenção pode prover um estoque de alimentação para redução em uma célula eletrolítica, o estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos tridimensionais ou pré-formas. Cada elemento é formado de um material apropriado para redução, isto é, cada elemento é um componente consumível que é capaz de ser reduzido dentro de uma célula eletrolítica. O corpo de cada elemento pode ser descrito como sendo formado por paredes do material. Cada elemento pode ter uma espessura de parede máxima de menos que 10 mm,

com os elementos conformados de modo que um volume do estoque de alimentação, isto é, um volume formado por uma pluralidade dos elementos empacotados juntos, tem entre 35% e 90% de espaço livre. Pode ser conveniente referir-se ao estoque de alimentação como tendo entre 35% e 90% de espaço livre por metro cúbico.

Em algumas realizações específicas os elementos podem ser conformados como anéis ou porções de anéis. Em tais realizações é claro que os elementos têm uma espessura de parede, isto é, a espessura de material que constitui o anel. Em outras realizações os elementos podem ser formados em formas complexas como parabolóides hiperbólicas ou formas de sela. Em tais realizações o elemento inteiro é efetivamente uma parede simples e a espessura de parede, por isso, é simplesmente a espessura de material. Assim, o termo espessura de parede como usado neste pedido de patente refere-se à espessura do material constituindo o elemento estoque de alimentação.

Preferivelmente cada elemento tridimensional constituindo o estoque de alimentação é conformado para funcionar como um elemento que pode ser randomicamente empacotado, preferivelmente de modo que o estoque de alimentação seja substancialmente resistente a aninhar e/ou orientação. Se um volume dos elementos é empacotado randomicamente então um caminho de fluxo de fluido através de estoque de alimentação, devido ao espaço livre, permanece consistente e previsível. Qualquer orientação dos elementos no estoque de alimentação, incluindo orientação local dentro de regiões do estoque de alimentação, pode resultar no fluxo de fluido através de estoque de alimentação variando de região para região em uma maneira imprevisível. É preferível que um volume do estoque de alimentação não tenha qualquer alinhamento de faixa longa.

Um estoque de acordo com a invenção pode ser vantajosamente usado como um componente consumível, reativo, em reações de redução realizadas em um sal fundido (isto é, o próprio estoque de alimentação reage para formar um produto reduzido tal como um metal). O estoque de alimentação será inundado com um sal fundido líquido e, por isso, um caminho de

fluxo de fluido aberto e consistente pode prover um numero de vantagens.

Uma baixa resistência para o fluxo de fluido permite leitos profundos de estoque de alimentação serem providos sem significantes efeitos de queda de pressão sobre a profundidade do leito. Uma pequena queda de pressão através de profundidade de um leito de estoque de alimentação significa que qualquer pressão de bombeamento requerida para manter um fluxo de sal fundido dentro de aparelhagem de redução pode ser minimizada. A habilidade para reduzir leitos de maior profundidade pode aumentar a produtividade de qualquer particular processo de redução.

Um requisito de baixa pressão de bombeamento pode economizar custos e espaço que podem ser requeridos para equipamento de bombeamento altamente energizado. Baixa pressão de bombeamento também pode ajudar a prevenir fluidização do estoque de alimentação, que pode ser indesejável em algumas reações de redução. Como um exemplo, um estoque de alimentação formado de elementos esféricos pode requerer uma pressão relativamente alta para manter um fluxo de fluido através de um leito do estoque de alimentação devido à resistência relativamente alta para fluxo de fluido. Aumento de pressão de bombeamento, entretanto, pode resultar na fluidização do estoque de alimentação antes que uma aumentada taxa de fluxo.

Durante qualquer reação de redução são prováveis existirem produtos de reação que se formam e são transferidos para o fluido circundando o estoque de alimentação. Por exemplo, durante redução de um estoque de alimentação de óxido de metal em um sal fundido, vários óxidos podem ser formados no sal fundido. Se estes produtos de reação não são removidos da região circundando o estoque de alimentação então eles podem afetar adversamente o progresso da reação. Um estoque de alimentação que permite um caminho de fluxo de fluido consistente e previsível através de material durante reação pode permitir que tais produtos de reação sejam mais eficientemente removidos.

É preferido que os elementos de estoque de alimentação sejam fabricados de um material que retenha substancialmente seu formato duran-

te redução. Desta maneira as propriedades de fluxo de fluido do estoque de alimentação são mantidas no produto reduzido. Isto pode prover a vantagem de que o leito de estoque de alimentação reduzido pode ser rápida e limpamente drenado de fluido após término de uma reação de redução. Recuperação econômica de um produto é uma parte importante de qualquer processo industrial. Assim, a habilidade de drenar rapidamente estoque de alimentação reduzido e com mínima formação de poça de fluido dentro de estoque de alimentação reduzido é provável de ser uma grande vantagem, particularmente onde o fluido tem um alto ponto de fusão e é sólido em temperatura ambiente. Ele então tem de ser lavado do produto, antes que simplesmente drenado.

Em alguns processos de redução eletrolítica o caminho de fluxo corrente através de um estoque de alimentação pode ser tão importante para a reação de redução como fluxo de fluido através de estoque de alimentação, ou mesmo mais importante que fluxo de fluido para a reação de redução. Por exemplo, se um leito de estoque de alimentação é formado para uma profundidade predeterminada sobre a superfície de um catodo de uma célula (preferivelmente um catodo orientado horizontalmente), então para ocorrência de uma reação de eletrólise ali precisa haver um fluxo de corrente entre o catodo e um anodo dentro de célula. Se o estoque de alimentação está em contato com a maior parte do catodo (isto é, uma alta proporção da área de superfície do catodo está em contato com estoque de alimentação) então o caminho de fluxo de corrente entre o catodo e o anodo será restrito. Da mesma maneira, se o estoque de alimentação tem uma tendência para orientar ou alinhar então ali podem existir regiões dentro do estoque de alimentação que restringem o fluxo de corrente.

Preferivelmente deve haver uma distribuição homogênea de caminhos de fluxo de corrente através de todas as regiões do estoque de alimentação. Por isso, é preferido que o estoque de alimentação permita um caminho de fluxo de corrente contínuo entre um catodo e um anodo, e que o estoque de alimentação proporcione uma baixa resistência ao fluxo de corrente. Em outras palavras, é preferido que o estoque de alimentação propor-

cione um baixo aperfeiçoamento da resistividade elétrica através da profundidade (ou largura se aplicável, por exemplo, para estoque de alimentação adjacente a catodo orientado verticalmente) de, ou dentro, um leito do estoque de alimentação. Estes objetivos podem ser endereçados através de aumento de espaço livre de um estoque de alimentação e assegurando que o estoque de alimentação não deposita ou alinha para prover regiões de resistência para fluxo de corrente.

Ainda uma vantagem que pode resultar do uso de um estoque de alimentação formado de elementos empacotados randomicamente é que a área de superfície total de um catodo que está em contato com o estoque de alimentação pode ser menor do que pode resultar do uso de outras formas de estoque de alimentação de empacotamento não-randômico. Por exemplo, onde o estoque de alimentação está em direto contato com um catodo, uma camada inicial de elementos em forma de disco do estoque de alimentação pode ser provável de orientar de modo que cada um deles contata o catodo com uma das faces de disco. Isto pode resultar em uma grande área de contato elemento-para-catodo e reduzir a área do catodo disponível para fluxo de corrente. Camadas subseqüentes dos elementos com forma de disco também podem ser prováveis de orientar e contatar a camada inicial de elementos de forma de disco com contato face a face. Isto pode resultar em ainda restrição dos caminhos de fluxo de corrente. Os caminhos de fluxo de corrente podem ser completamente restritos através de cobertura de superfície de um catodo com um estoque de alimentação compreendendo tais elementos em forma de disco onde a espessura da camada é somente de uns poucos elementos de profundidade.

Um estoque de alimentação de elementos de empacotamento randômico, por outro lado, pode ser mais provável de contatar o catodo em um maior número de pontos discretos (por exemplo, entre cantos ou bordas de elementos de estoque de alimentação e a superfície de catodo, que é tipicamente planar), pelo que deixando uma maior área de catodo exposta e disponível para fluxo de corrente.

Muitas formas não podem ser consideradas serem formas de

empacotamento randômico ou terem propriedades de empacotamento randômico. Por exemplo, se elementos individuais de um estoque de alimentação são tubulares e têm uma razão de comprimento para diâmetro de, por exemplo, 2:1, então uma pluralidade de elementos serão suscetíveis a ordenamento ou alinhamento localizado quando os elementos individuais tenderão a alinhar na mesma orientação. Se um volume de estoque de alimentação contendo uma pluralidade de tais elementos torna-se ordenado ou alinhado desta maneira então o fluxo de fluido em uma direção (na qual os elementos estão longitudinalmente) será aumentado devido aos lumens dos tubos sendo alinhados, enquanto fluxo de fluido em uma direção perpendicular será impedido. Partículas esféricas também são suscetíveis a deposição em um arranjo ordenado que aumenta sua densidade de empacotamento e restringe fluxo de fluido e/ou corrente.

Ainda como um exemplo, se elementos individuais de um estoque de alimentação são formados de uma forma tal como um tubo cônico truncado então os elementos podem ser suscetíveis a serem aninhados. Aninhamento é um processo no qual uma porção de um elemento pode se projetar no espaço dentro de um outro elemento e é bem conhecido como uma maneira de empilhar múltiplos itens como bechers, cones de trânsito e cadeiras. Aninhamento conduz a algumas regiões de estoque de alimentação tendo uma densidade maior que outras regiões de elementos e também pode conduzir a orientação localizada de elementos dentro de estoque de alimentação.

Assim, exemplos de formas que não são randomicamente empacotáveis incluem tubos alongados, esferas, cubos e cubóides, cones truncados, discos e cilindros alongados. Muitas das formas tridimensionais que nós estamos acostumados não têm propriedades de empacotamento randômico.

Partículas substancialmente quimicamente inertes que têm propriedades de empacotamento randômico são correntemente usadas como empacotamento em colunas industriais de destilação e absorção. Estas partículas de empacotamento randômico da técnica anterior elas próprias não

sofrem reação química e são usadas para facilitar contato gás : líquido em processos industriais.

O material formando as paredes dos elementos é um material precursor que pode ser reduzido em uma célula eletrolítica. Um exemplo preferido pode ser um elemento óxido de metal para redução através de desoxidação para produzir um produto reduzido ou um produto metálico.

Um objetivo de uso de um estoque de alimentação de acordo com a invenção é eliminar a necessidade de cada elemento individual de material precursor ser individualmente montado ou acoplado em uma célula eletrolítica antes de realização de uma redução. O uso de um estoque de alimentação de acordo com a invenção vantajosamente pode permitir que o material seja introduzido em uma célula eletrolítica através do ato de deposição ou vertendo uma camada da desejada profundidade em, ou sobre, uma apropriada porção da célula eletrolítica.

É conhecida a produção de pré-formas tais como grânulos ou pelotas de material precursor para subseqüente redução em uma célula eletrolítica. Tais pré-formas podem ser vertidas em uma camada dentro de célula antes de redução. Tais pré-formas são limitadas, entretanto, no tamanho da pré-forma que pode ser reduzido com sucesso em um tempo economicamente viável e devido a problemas que podem ser causados em processamento devido à densidade relativamente alta de uma camada de tais pré-formas. Por exemplo, como descrito acima pode ser difícil reduzir um leito de grânulos ou pelotas tendo uma profundidade de mais que um elemento em espessura devido a restrições ou resistência nos caminhos de fluxo de corrente e/ou fluido através de estoque de alimentação.

Os elementos formando o estoque de alimentação da presente invenção são conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem um definido espaço livre por m^3. Isto significa que, estando você amassando ou vertendo um volume de estoque de alimentação , por exemplo, um metro cúbico do estoque de alimentação, em um cesto, entre 35% e 90% daquele metro cúbico podem ser espaço livre. Vantajosamente, tal espaço livre pode permitir um fluxo livre de líquido através do estoque de ali-

mentação. O estoque de alimentação tipicamente será imerso em um sal fundido durante uma redução eletrolítica e o fluxo do sal fundido através de elementos depositados ou vertidos pode ser importante para a velocidade e eficiência da redução de estoque de alimentação, por exemplo, auxiliando a remoção de qualquer óxido de metal reativo que seja formado. (Como um exemplo, onde um sal cloreto de cálcio é usado no processo de redução óxido de cálcio pode ser formado como um produto de reação). Além disso, o espaço livre pode prover um caminho de fluxo de corrente através de estoque de alimentação, que pode ser desejável em alguns tipos de processos de eletro – redução.

Um volume de estoque de alimentação que foi depositado ou vertido sobre uma superfície, por exemplo, sobre uma superfície de catodo, ou em um espaço pode ser chamado um estoque de alimentação depositado.

É notado que qualquer porosidade dentro do material que forma cada elemento (por exemplo, dentro de parede ou paredes de cada elemento) não é considerada formar parte de espaço livre do estoque de alimentação. Por exemplo, considerar dois diferentes estoques de alimentação formados por uma pluralidade de elementos de forma e tamanho idênticos. O espaço livre definido pelos dois estoques de alimentação não varia se a porosidade do material dos elementos é diferente em cada estoque de alimentação. Se as paredes dos elementos de um estoque de alimentação são formadas de um material substancialmente denso e as paredes dos elementos constituindo o outro estoque de alimentação são formadas de um material tendo 50% de porosidade, o espaço livre definido por cada um dos estoques de alimentação ainda é o mesmo. Assim, o espaço livre definido por um volume de um estoque de alimentação é uma função das dimensões macroscópicas dos elementos constituindo aquele estoque de alimentação e não é variável para outros parâmetros como densidade do material constituindo o estoque de alimentação. O espaço livre como definido neste pedido de patente pode ser referido como espaço livre empacotado.

A espessura de parede máxima de elementos no estoque de alimentação pode ser maior que 10 mm em algumas circunstâncias, mas é

previsto que a taxa de redução de elementos com maiores espessuras de pares pode proceder em uma taxa antieconômica e por isso é vantajoso que a espessura de parede máxima para maioria de aplicações seja de menos que 10 mm.

Da mesma maneira, é possível que elementos sejam conformados de modo que o espaço livre seja maior que 90%. Entretanto, aumento de porcentagem de espaço livre além de 90% correspondentemente diminuirá o volume de material por volume unitário de estoque de alimentação que é disponível para redução. Assim, o espaço livre ótimo do estoque de alimentação é uma escolha entre o desejo de ótimo fluxo de fluido e/ou caminho de fluxo de corrente através de estoque de alimentação e o desejo de reduzir uma massa economicamente viável de material em cada células particular.

Preferivelmente cada elemento tem uma espessura ou espessura de parede de menos que 15 mm ou menos que 10 mm, por exemplo, entre 0,25 mm e 5 mm, preferivelmente entre 0,5 mm e 3 mm, particularmente preferivelmente entre 1 mm e 2 mm. Como descrito acima, a espessura de parede pode simplesmente ser a espessura do material que forma o elemento. Elementos com tais espessuras de parede podem ser reduzidos eletroliticamente em razoáveis estruturas de tempo, em um processo comercial, quando o caminho de difusão máximo em tais materiais será baixo.

Pode ser vantajoso, particularmente onde espessuras de paredes estão na direção de extremidade superior das faixas definidas, que as paredes que formam cada elemento sejam porosas. Em outras palavras, o corpo de material do qual os elementos são fabricados tem porosidade. Será apreciado por aqueles versados na técnica que as seguintes referências a porosidade referem-se a porosidade aberta. Tal porosidade permite penetração de um líquido, por exemplo, de um sal fundido, no corpo do elemento enquanto poros fechados não permitem. Esta porosidade pode reduzir caminhos de difusão dentro do elemento e pelo que aumentar taxas de redução. É preferível, por isso, que qualquer porosidade seja porosidade aberta conectando com uma superfície do elemento.

Onde um elemento constituindo o estoque de alimentação é poroso, é preferível que a porosidade esteja entre cerca de 10% e 70%, particularmente preferivelmente entre 25% e 45%. Tais faixas de porosidade podem permitir que sal fundido infiltre no corpo dos elementos enquanto os elementos retêm uma adequada resistência mecânica para sofrerem redução sem significante quebra.

Valores preferíveis para porcentagem de espaço livre por volume unitário de estoque de alimentação, preferivelmente estoque de alimentação depositado ou vertido, estão entre 50% e 80%, preferivelmente entre 55% e 75%, e particularmente preferivelmente entre 60% e 70%. É notado, para evitar dúvidas, que qualquer porosidade que esteja presente dentro de corpo de um elemento não é contada como parte do espaço livre por volume unitário do estoque de alimentação.

Pode ser vantajoso que o estoque de alimentação tenha uma grande razão de área de superfície para volume. Preferivelmente a área de superfície do estoque de alimentação está entre 2000 m^2 e 200 m^2 por m^3, preferivelmente entre 1500 m^2 e 400 m^2 por m^3, particularmente preferivelmente entre 1000 m^2 e 600 m^2 por m^3. As áreas de superfície cotadas são as áreas de superfície macroscópica, isto é, variações microscópicas em topologia e superfícies internas resultantes de porosidade de material não são levadas em conta. É provável que na maioria das reações a taxa de redução na superfície de um elemento possa exceder a taxa de redução dentro do volume do elemento. Assim, através de aumento de razão de área de superfície para volume do estoque de alimentação, a taxa total de redução pode ser aumentada.

É preferível que o estoque de alimentação seja um estoque de alimentação para uso em uma célula de eletro – redução, por exemplo, em uma célula de eletro – redução para redução de acordo com o processo FFC para o processo Polar. O estoque de alimentação pode ser usado, por exemplo, em um processo de redução química, por exemplo, um processo de redução térmica de cálcio ou de metal reativo.

Pode ser vantajoso que os elementos compreendendo o estoque

de alimentação sejam formados a partir de um material pulverizado. Muitos processos de processamento de pulverizado são conhecidos e podem ser usados para produção de um estoque de alimentação de acordo com a invenção, por exemplo, através de prensagem, moldagem, fusão deslizante, ou extrusão. Elementos produzidos através de processamento de pulverizado podem ser sinterizados durante sua produção para provimento dos mesmos com a requerida resistência mecânica para atuação como um estoque de alimentação e também para controle de níveis de porosidade nos elementos dentro de limites predeterminados.

O estoque de alimentação pode ser formado a partir de um composto entre pelo menos uma espécie metal e uma espécie não-metal. Por exemplo, o estoque de alimentação pode ser vantajosamente formado de um óxido de metal ou mistura de óxidos de metais ou de uma mistura de um ou mais óxidos de metais e um ou mais metais. Assim, os elementos constituindo o estoque de alimentação podem ser formados através de processamento de pulverizado de um pulverizado eu contem uma mistura de óxidos de metais e pulverizado de metal. Os elementos do estoque de alimentação também podem ser constituídos de uma mistura de minérios ocorrendo naturalmente e/ou, outros componentes, por exemplo, óxidos e sulfetos.

Quase qualquer óxido de metal pode ser capaz de redução usando um processo de eletrólise e por isso pode ser usado para fabricação de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção. Em particular, o estoque de alimentação pode compreender um ou mais óxidos selecionados do grupo consistindo em berílio, boro, magnésio, alumínio, silício, escândio, titânio, vanádio, cromo, manganês, ferro, cobalto, níquel, cobre, zinco, germânio, ítrio, zircônio, nióbio, molibdênio, háfnio, tântalo, tungstênio, e os lantanídeos incluindo lantânio, cério, praseodímio, neodímio, samário, e os actinídeos incluindo actínio, tório, protactínio, urânio, neptúnio e plutônio. O produto de um processo de redução pode compreender qualquer um destes metais, ou uma liga ou inter-metálico compreendendo qualquer um destes materiais.

Uma forma de elemento particularmente preferível para formação de estoque de alimentação é um elemento com forma de tubo ou substancialmente com forma de anel. Tais elementos podem ser fabricados, por exemplo, através de extrusão de uma pasta pulverizada. Os elementos podem não formar um anel contínuo, mas podem ser um anel partido, isto é, os elementos podem ser ou anel ou tubo tendo um perfil com "forma de C" antes que um perfil com "forma de O".

Preferivelmente o diâmetro de qualquer tl anel ou tubo (ambos perfis, "forma de O" e "forma de C") é substancialmente o mesmo como a altura do anel ou tubo. Isto pode permitir que o elemento funcione como um elemento que pode ser empacotado randomicamente e pode permitir que um número de camadas de tais elementos entrelacem, ou empilhem randomicamente juntas mantendo um previsível porcentagem de espaço livre. Se a razão de aspecto de um elemento com forma de tubo foi tal que o diâmetro do tubo foi muito diferente de sua altura, então os elementos podem ser propensos a alinhamento e a serem aninhados, e isto pode alterar o espaço livre de um volume de tais elementos em diferentes locais ou regiões dentro de um volume do estoque de alimentação.

Idealmente a razão de aspecto (comprimento : diâmetro) de anéis, anéis e tubos divididos deve ser 1:1 mas pode variar levemente, por exemplo, 1:1 +/- 0,5 (em outras palavras uma razão de aspecto de entre 0,5:1 e 1:0,5).

Vantajosamente o diâmetro do anel ou tubo pode estar entre 3 mm e 20 mm, preferivelmente entre 5 mm e 10 mm, preferivelmente cerca de 6 mm ou cerca de 7 mm.

Em um segundo aspecto, a invenção pode prover o uso de elementos que podem ser empacotados randomicamente como um estoque de alimentação para uma reação de redução, onde os elementos têm entre 35% e 90% de espaço livre por volume unitário. Espaço livre é como definido acima em relação ao primeiro aspecto da invenção e não inclui qualquer porosidade dentro do material formando cada elemento.

Em um terceiro aspecto, a invenção pode prover um processo

de redução de um material precursor para formar um produto reduzido. O processo pode compreender as etapas de formação de um estoque de alimentação sólido a partir do material precursor, o estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem entre 35% e 90% de espaço livre, disposição de uma camada do estoque de alimentação tendo uma espessura predeterminada em contato com um catodo e um sal fundido dentro de uma célula eletrolítica, e aplicação de um potencial entre um anodo da célula e o catodo suficiente para causar redução do estoque de alimentação.

Preferivelmente o estoque de alimentação no segundo e terceiro aspectos é qualquer estoque de alimentação como descrito acima.

O processo é de particular benefício onde a redução é realizada em uma célula eletrolítica tendo um arranjo de catodo que permite que o contato com o estoque de alimentação seja mantido por gravidade. Exemplos de tais catodos incluem um catodo tendo uma estrutura semelhante a bandeja ou semelhante a cesto onde o estoque de alimentação pode ser disposto em contato com o catodo através de estoque de alimentação sendo depositado ou vertido no cesto ou sobre a bandeja. Ainda um exemplo de uma estrutura de catodo pode ser onde a célula eletrolítica tem uma superfície de catodo disposta horizontalmente e o estoque de alimentação pode ser disposto em contato com o catodo vertendo ou depositando o estoque de alimentação sobre esta superfície para uma profundidade predeterminada.

Uma vantagem para o uso de um estoque de alimentação de acordo com a invenção em conjunção com uma tal célula eletrolítica pode ser que a complicada e algumas vezes cara operação de ligação de cada elemento ou elementos de um estoque de alimentação a um catodo pode ser eliminada. O estoque de alimentação pode ser disposto na célula eletrolítica simplesmente vertendo ou depositando o mesmo na apropriada porção da célula e, da mesma maneira, o produto reduzido da redução eletrolítica pode ser removido da célula vertendo o mesmo da célula.

Preferivelmente o sal fundido é um sal haleto compreendendo um metal de grupo 1 ou grupo 2, por exemplo, um sal cloreto de cálcio ou

um sal cloreto de lítio. Pode ser particularmente preferível que o sal de metal fundido ainda compreenda um óxido de metal de grupo 1 ou grupo 2. Assim, no exemplo onde o sal fundido é cloreto de cálcio, o sal ainda pode compreender uma porção de óxido de cálcio dissolvido no sal. Da mesma maneira, se é usado um sal cloreto de lítio, o sal ainda pode compreender óxido de lítio dissolvido no sal.

Composições mistas de sais e óxidos também podem ser usadas para os propósitos de redução de estoque de alimentação.

Alguns processos de redução podem somente operar quando o sal fundido ou eletrólito usado no processo compreende uma espécie metálica (um metal reativo) que forma um óxido mais estável que o óxido metálico ou composto sendo reduzido, isto, o óxido ou composto que forma o estoque de alimentação. Tal informação é facilmente disponível na forma de dados termodinâmicos, especificamente dados de energia livre de Gibbs, e podem ser convenientemente determinados a partir de um diagrama Ellingham padrão ou diagrama de predominância ou diagrama de energia livre de Gibbs. Dados termodinâmicos sobre estabilidade de óxido e diagramas de Ellingham são disponíveis para, e entendidos por, eletroquímicos e metalurgistas extrativos (aqueles versados na técnica neste caso podem estar bem cientes de tais dados e informações).

Assim, um eletrólito preferido para um processo de redução pode compreender um sal de cálcio. Cálcio forma um óxido mais estável que maioria de outros metais e pode por isso atuar para facilitar redução de qualquer óxido de metal que seja menos estável que óxido de cálcio. Em outros casos, sais contendo outros metais reativos podem ser usados. Por exemplo, um processo de redução de acordo com qualquer aspecto da invenção aqui descrita pode ser realizado usando um sal compreendendo lítio, sódio, potássio, rubídio, césio, magnésio, cálcio, estrôncio, bário, ou ítrio. Cloretos ou outros sais podem ser usados, incluindo mistura de cloretos ou outros sais.

O processo adicional mente pode compreender uma etapa de escoamento de sal fundido sobre e/ou através de estoque de alimentação. O

movimento contínuo de sal fundido sobre a superfície do estoque de alimentação durante uma reação de eletrólise pode aumentar eficiência da reação. O espaço livre dentro de estoque de alimentação pode permitir vantajosamente a passagem de um fluxo de sal fundido através de estoque de alimentação relativamente não-inibido. Isto pode, vantajosamente, evitar que quaisquer porções de sal fundido sejam estagnadas dentro de regiões do estoque de alimentação e interrompam o desenvolvimento de metal reativo / óxido de cálcio. O espaço livre também pode prover múltiplos caminhos de fluxo de corrente através do estoque de alimentação. Empacotamento randômico do estoque de alimentação pode resultar em uma distribuição homogênea de espaço livre através de um volume de estoque de alimentação e, por isso, pode significar que corrente pode fluir uniformemente por todo estoque de alimentação. Isto é particularmente importante em um processo comercial, para assegurar que as mesmas condições de reação podem ser previsível e consistentemente aplicadas a todas as regiões do estoque de alimentação.

Em um quarto aspecto, a invenção pode prover um elemento de empacotamento randômico metálico. Elementos de empacotamento randômico são comumente usados em processamento químico, por exemplo, para empacotamento de colunas de destilação. A invenção pode prover vantajosamente um processo de produção de um elemento de empacotamento randômico metálico através de redução de um elemento não-metálico na forma de um elemento de empacotamento randômico. Durante a redução do elemento não-metálico, o elemento pode reter sua forma e assim formar um produto que é um elemento de empacotamento randômico metálico. Partículas ou elementos de empacotamento randômico para uso como empacotamento de coluna (por exemplo, em colunas de destilação) devem ser inertes. Também é preferível que o material tenha baixa densidade, de modo a reduzir a massa de uma coluna enchida com os elementos. Muitos metais e ligas podem satisfazer estes critérios. Por exemplo, titânio e ligas de titânio podem ser particularmente apropriados para uso como um material de empacotamento de coluna mas não são correntemente usados para o propósito

devido ao custo. A invenção pode, assim, prover um meio de produção eficiente de tais elementos de empacotamento randômico.

A formação de um elemento de empacotamento randômico metálico através de processamento de pulverizado de um óxido de metal ou pulverizado cerâmico seguido por redução eletrolítica pode permitir a formação de elementos de empacotamento randômicos tendo formas que são difíceis de serem formadas através de outros meios, ou formadas a partir de metais e/ou de composições de metais não anteriormente usadas ou mesmo consideradas para uso como elementos de empacotamento.

Realizações Específicas da Invenção

Realizações específicas da invenção serão agora descritas com referência às Figuras onde:

A Figura 1 é uma ilustração em perspectiva de um primeiro elemento tridimensional para constituição de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção.

A Figura 1A é uma ilustração de um estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos tridimensionais como mostrado na Figura 1.

A Figura 1B é uma ilustração mostrando o estoque de alimentação de Figura 1A após redução para metal.

A Figura 2 é uma vista plana do elemento de Figura 1.

A Figura 3 é uma vista plana de um segundo elemento para constituição de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção.

A Figura 4 é um diagrama esquemático de uma célula de eletrólise para redução de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção.

A Figura 5 é um diagrama esquemático de uma célula de eletrólise bipolar para redução de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção.

A Figura 6 ilustra uma porção da célula bipolar de Figura 5.

A Figura 7a ilustra uma vista em perspectiva de um terceiro ele-

mento apropriado para fabricação de um estoque de alimentação de acordo com a invenção.

A Figura 7B ilustra uma vista lateral do elemento de Figura 7a.

A Figura 7c ilustra uma vista frontal do elemento de Figura 7a.

A Figura 7d ilustra uma vista plana do elemento de Figura 7a.

A Figura 8a ilustra uma vista em perspectiva de um quarto elemento apropriado para fabricação de um estoque de alimentação de acordo com a invenção.

A Figura 8b ilustra uma vista lateral do elemento de Figura 8a.

A Figura 8c ilustra uma vista frontal do elemento de Figura 8a.

A Figura 8d ilustra uma vista plana do elemento de Figura 8a.

Uma realização específica de um estoque de alimentação e processo de redução de estoque de alimentação será agora descrito no contexto de um estoque de alimentação para produção de titânio metálico através de eletro desoxidação de dióxido de titânio (TiO_2).

A Figura 1 ilustra um elemento de dióxido de titânio simples 10 formando parte de um estoque de alimentação. O elemento está na forma de um anel tendo uma altura, ou comprimento, (marcado como h na Figura 1) que é cerca de 6 mm +/- 0,5 mm e um diâmetro externo (d) que é cerca de 6 mm +/- 1,0 mm. A espessura de parede do elemento (t) é cerca de 1 mm +/- 0,5 mm. Assim, o elemento está na forma de um anel tendo substancialmente a mesma altura (comprimento) e diâmetro. O peso de cada elemento quando fabricado de TiO_2 é cerca de 0,2 g.

Um estoque de alimentação de acordo com a invenção é constituído por uma pluralidade de tais anéis 10 (ver Figura 1A), e a razão de aspecto dos anéis de aproximadamente 1:1 proporciona ao estoque de alimentação a propriedade de empacotamento randômico, isto é, um volume do estoque de alimentação não tem qualquer faixa longa de alinhamento.

O estoque de alimentação é fabricado por extrusão de uma pasta de dióxido de titânio. A pasta é formada através de mistura de pulverizado de dióxido de titânio tendo um tamanho de partícula médio (D_{50}) de 1 micrometro e um ligante. A pasta é extrudada e fatiada para formação de uma

pluralidade de pré-formas de elementos e estas pré-formas são então sinterizadas em aproximadamente 1050 +/- 50°C por um período de cerca de 4 horas para remover o ligante e consolidar as pré-formas. Os elementos resultantes consistem em dióxido de titânio substancialmente puro tendo uma porosidade de cerca de 40%. Ou seja, o material constituindo o corpo, ou paredes, de cada elemento tem uma porosidade de cerca de 40%.

Um volume de um metro cúbico dos elementos tem uma área de superfície de aproximadamente 1000 m^2 (ou seja a área de superfície do elemento não incluindo qualquer porosidade que as paredes do elemento possa ter; isto é, a superfície topológica macroscópica). Quando seus elementos constituintes são empacotados randomicamente, a densidade de número dos elementos no estoque de alimentação é cerca de 3 000 000 por m^3, o estoque de alimentação tem um espaço livre (também chamado volume ou vazio livre) de cerca de 75% (isto é, o volume livre é cerca de 0,75 m^3 por m^3 de estoque de alimentação). Espaço livre do estoque de alimentação não inclui qualquer porosidade dentro do material constituindo o corpo de cada elemento, como descrito acima. Neste caso específico os elementos do estoque de alimentação são anéis e o espaço livre é uma função da altura, diâmetro externo e espessura de parede dos anéis.

Muitas formas diferentes de elemento podem ser usadas para provimento de um estoque de alimentação tendo o desejado espaço livre por m^3.

A Figura 3 ilustra uma vista plana de um elemento alternativo 100 que está na forma de um anel dividido. As dimensões de espessura de parede e diâmetro, altura / comprimento de anel dividido, e por isso a razão de aspecto, são as mesmas como para o anel ilustrado nas Figuras 1 e 2, a diferença sendo que o anel, em vista plana, está na forma da letra "C".

As Figuras 7a a 7d ilustram ainda uma forma de elemento alternativa 120 para fabricação de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção. Este elemento está na forma de um pseudo semicírculo. Esta forma complexa pode ser definida por um primeiro diâmetro (d_1) um segundo, ou externo, diâmetro (d_2) e uma espessura de parede (t_1). A

altura (h_1) é metade do segundo diâmetro (d_2). Como um exemplo específico, para um estoque de alimentação formado a partir de elementos tendo um primeiro diâmetro (d_1) de 12 mm, um segundo diâmetro (d_2) de 20 mm e uma espessura de parede (t_1) de 2 mm, a área de superfície específica é cerca de 650 m^2 por m^3, a densidade de número de elementos é cerca de 610 000 por m^3, e o espaço livre do estoque de alimentação é cerca de 68% (isto é, o vazio é cerca de 0,68 m^3 por m^3 de estoque de alimentação).

As Figuras 8a a 8d ilustram ainda uma forma alternativa de elemento 130 para constituição de um estoque de alimentação de acordo com um aspecto da invenção. O elemento 130 está na forma de uma sela. A espessura de parede (t_3) da forma de sela é efetivamente a espessura – através do material formando a sela. Comprimento (l), largura (w) e altura (h_2) da sela preferivelmente têm uma razão de aproximadamente 1:1:1.

Onde uma sela como ilustrada em Figuras 8a a 8d tem uma largura, comprimento e profundidade de cerca de 19 mm, a área de superfície de um estoque de alimentação formado pelos elementos pode ser aproximadamente 225 m^2 por m^3, a densidade de número de partículas pode ser cerca de 84 000 por m^3, e o espaço livre de um volume do estoque de alimentação pode ser cerca de 58% (isto é, o volume livre ou vazio é cerca de 0,58 m^3 por m^3 de estoque de alimentação).

Embora a específica realização descrita acima refira-se a um estoque de alimentação constituído por uma pluralidade de elementos de dióxido de titânio, é notado que o estoque de alimentação pode ser fabricado de uma pluralidade de elementos de qualquer composição que seja reduzível em uma célula eletrolítica. Por exemplo, o estoque de alimentação pode ser fabricado de outros óxidos como óxido de tântalo ou óxido de nióbio, ou de misturas de óxidos, ou de uma mistura de óxidos e metais, ou outros compostos capazes de serem reduzidos, por exemplo, sulfetos. Também pode ser possível, por exemplo, produzir elementos de estoque de alimentação diretamente de minérios ocorrendo naturalmente.

Onde é desejado produzir titânio, o estoque de alimentação pode ser um titanato, por exemplo, um titanato de cálcio, e similarmente onde é

desejado produzir metal tântalo, então o estoque de alimentação pode ser um tantalato, por exemplo, um tantalato de cálcio.

A Figura 4 é uma ilustração esquemática de uma célula eletrolítica para redução de um estoque de alimentação de acordo com a invenção. A célula ilustrada na Figura 4 é usada para reduzir o estoque de alimentação de dióxido de titânio descrito acima a titânio usando o processo de eletrodecomposição Cambridge FFC.

A célula 400 compreende um banho de sal 410 contendo cloreto de cálcio fundido 420 ($CaCl_2$ tendo teor de Cão de até 11% em peso). Um anodo de carbono 430 é imerso no sal fundido e conectado a um suprimento de energia 440. Uma estrutura de catodo semelhante a cesto 450 também está acoplada ao suprimento de energia. O catodo semelhante a cesto 450 forma um cesto para recepção de estoque de alimentação.

Um volume de estoque de alimentação é vertido na estrutura de catodo semelhante a cesto 450 e por isso posto em contato com a estrutura de catodo em um número de pontos (entre bordas e cantos do estoque de alimentação e a superfície do catodo). Uma vez o catodo semelhante a cesto tenha sido carregado com um volume do estoque de alimentação 460, o cesto e estoque de alimentação podem ser abaixados no sal fundido de modo que o estoque de alimentação, ou pelo menos uma porção do estoque de alimentação, está em contato com ambos, a estrutura de catodo e o sal fundido.

De modo a reduzir o estoque de alimentação, é aplicada uma voltagem entre o anodo e o catodo suficiente para remover oxigênio do estoque de alimentação. A voltagem é mantida de modo que oxigênio é removido do estoque de alimentação mas cálcio não é depositado sobre o catodo em forma metálica.

Pode ser vantajoso controlar a voltagem de célula através de referência a um eletrodo referência disposto na célula. Uso de um eletrodo de referência não é essencial, entretanto.

O estoque de alimentação de acordo com a invenção pode ser particularmente vantajoso quando usado em conjunção com uma célula ele-

trolítica tendo um elemento catodo disposto substancialmente horizontalmente, por exemplo, um elemento catodo em uma célula bipolar. Uma descrição de uma tal célula é como se segue, com referência a Figuras 5 e 6.

A Figura 5 é um diagrama esquemático de uma célula bipolar apropriada para realizar uma eletro-redução tipo FFC sobre um estoque de alimentação como descrito acima. A aparelhagem 500 compreende um invólucro substancialmente cilíndrico 520 tendo uma base circular de 150 cm de diâmetro e uma altura de 300 cm. O invólucro tem parede fabricadas de aço inoxidável definindo uma cavidade ou espaço interno, e uma entrada 530 e uma saída 540 para permitir que sal fundido escoe para dentro e para fora do invólucro. As paredes de invólucro podem ser fabricadas de qualquer material apropriado. Tais materiais podem incluir aços carbono, aços inoxidáveis, e ligas de níquel. A entrada de sal fundido 530 é definida através de uma porção inferior da parede de invólucro e a saída de sal fundido 540 é definida através de uma porção superior da parede de invólucro. Assim, em uso, sal fundido flui no invólucro em um ponto inferior e flui ascendentemente através de invólucro eventualmente passando para fora do invólucro através da saída.

As paredes internas do invólucro são revestidas com alumina para assegurar que as superfícies internas do invólucro são eletricamente isolantes.

Um anodo 550 está disposto dentro de uma porção superior do invólucro. O anodo é um disco de carbono tendo um diâmetro de 100 cm e uma espessura de 5 cm. O anodo está acoplado a uma suprimento de eletricidade via um acoplamento elétrico 550 que se estende através de parede do invólucro.

Um catodo 550 está disposto em uma porção inferior do invólucro. O catodo é uma placa circular de uma liga de metal inerte, por exemplo, tântalo, molibdênio, ou tungstênio tendo um diâmetro de 100 cm. A escolha de material de catodo pode ser influenciada pelo tipo de estoque de alimentação sendo reduzido. O produto reduzido preferivelmente não reage com ou adere substancialmente ao material de catodo sob condições de operação

de célula. O catodo 550 está conectado a um suprimento elétrico através de um acoplamento elétrico 565 que se estende através de uma porção inferior da parede de invólucro. . A circunferência do catodo é ligada por um anel estendendo-se ascendentemente formando uma superfície superior semelhante a bandeja para o catodo.

A superfície superior do catodo 560 suporta um número de membros de separação eletricamente isolantes 570 que atuam para suportar um elemento bipolar 580 diretamente acima de catodo. Os membros de separação são colunas de óxido de ítrio ou óxido de alumínio tendo uma altura de 10 cm. É importante que os membros de separação sejam eletricamente isolantes e substancialmente inertes nas condições de operação da aparelhagem. Eles também têm de ser capazes de suportar o peso de uma pilha de células compreendendo uma pluralidade de elementos bipolares. Os membros de separação são espaçados uniformemente ao redor de circunferência do catodo e suportam o elemento bipolar 580 imediatamente acima de catodo.

Cada elemento bipolar 580 é formado de uma estrutura compósito tendo uma porção superior catódica 590 e uma porção inferior anódica 5100. Em cada caso a porção anódica é um disco de carbono de 100 cm de diâmetro e 3 cm de espessura e a porção superior catódica 590 é uma placa metálica circular tendo diâmetro de 100 cm e um anel ou flange periférico estendendo-se ascendentemente de modo que a porção superior da porção catódica 590 forma uma bandeja.

A aparelhagem compreende um empilhamento de dez tais elementos bipolares 580, cada elemento bipolar suportado verticalmente acima do último por meio de membros de separação eletricamente isolantes 570. (Para clareza somente 4 elementos bipolares são mostrados na ilustração esquemática de Figura 5). A aparelhagem pode compreender tantos elementos bipolares quanto requeridos posicionados dentro de invólucro e verticalmente espaçados um do outro entre o anodo e o catodo. Cada elemento bipolar é eletricamente isolado dos outros. O elemento bipolar mais alto 581 não suporta qualquer um dos membros de separação eletricamente isolan-

tes e está posicionado verticalmente abaixo de anodo terminal 550.

A superfície superior do catodo terminal 560 e as superfícies superiores de cada um dos elementos bipolares atuam como um suporte para o estoque de alimentação 5110. O estoque de alimentação 5110 é formado de uma pluralidade de anéis de dióxido de titânio, como descrito acima e como ilustrado em Figuras 1 e 2. O estoque de alimentação é livremente vertido, ou depositado, sobre a superfície superior de cada suporte catódico para uma profundidade de 4 cm. O anel ou flange estendendo-se ascendentemente que liga a superfície superior de cada elemento catódico atua para reter o estoque de alimentação sobre a superfície superior de cada elemento para a requerida profundidade. Quando depositado sobre as superfícies catódicas, o estoque de alimentação tem um arranjo substancialmente randômico de seus elementos constituintes, e assim apresenta um espaço livre relativamente consistente independente de qual elemento catodo o estoque de alimentação está em contato.

Um processo de redução de estoque de alimentação (isto é, o estoque de alimentação descrito acima em relação a Figuras 1 e 2) usando uma célula bipolar será agora descrito.

Existe um número de maneiras de carregar a aparelhagem com o estoque de alimentação, e o seguinte é somente um exemplo. O invólucro é aberto, por exemplo, através de remoção de uma tampa ou abertura no invólucro que acessa a porção interna do invólucro. Um volume de estoque de alimentação é vertido, ou depositado, sobre o catodo terminal disposto em uma porção inferior do invólucro, de modo que a superfície do catodo terminal seja coberta com estoque de alimentação para uma profundidade de 4 cm. Como o estoque de alimentação tem altura / comprimento e diâmetro que são ambos 6 mm +/- 0,5 mm, o estoque de alimentação é cerca de 7 a 8 camadas de espessura em uma profundidade de 4 cm. O estoque de alimentação é evitado de rolar da superfície do catodo pelo anel ligando a superfície do catodo.

Um elemento bipolar é então suportado acima de catodo pelos membros de separação eletricamente isolantes 570 que descansam sobre a

superfície superior do catodo 560. Um volume de estoque de alimentação é então depositado sobre a superfície do elemento bipolar até a superfície superior do elemento bipolar 580 ser coberta com estoque de alimentação para uma profundidade de 4 cm. Como descrito em relação ao catodo 560, o estoque de alimentação é mantido sobre a superfície superior do elemento bipolar através de um anel estendendo-se ascendentemente ligando a superfície superior, catódica, 590 do elemento bipolar 580.

Este processo é novamente repetido para cada elemento bipolar constituindo o empilhamento de células bipolares. Cada novo elemento bipolar é suportado em separação vertical do elemento bipolar inferior por meio de membros de separação eletricamente isolantes, e estoque de alimentação é aplicado à superfície do elemento bipolar. Quando todos os elementos bipolares foram dispostos (por exemplo, dez elementos bipolares espaçados verticalmente constituindo um empilhamento de células bipolares), o anodo terminal 550 é disposto acima de elemento bipolar terminal mais alto 581, e o invólucro é selado, por exemplo, recolocando a tampa ou fechando a abertura de acesso.

A Figura 6 ilustra os componentes de uma célula unitária do empilhamento de células bipolares. A célula unitária consiste em membros de separação eletricamente isolantes de óxido de ítrio 570. Estes membros de separação são de 10 cm de comprimento. A porção inferior, anódica, do elemento bipolar 5100 é um disco ou placa de carbono de 3 cm de espessura tendo um diâmetro de 100 cm, e é suportado em cima dos membros de separação. Em cima de porção anodo de carbono 5100 está a porção superior ou catódica do elemento bipolar 590 que está na forma de uma bandeja de titânio tendo um diâmetro de 100 cm. A área de superfície da bandeja é aproximadamente de 0,78 m^2 e o estoque de alimentação de dióxido de titânio 5110 é suportado sobre esta superfície.

Um apropriado sal fundido para realização de redução eletrolítica de muitos diferentes materiais de estoque de alimentação pode compreender cloreto de cálcio. No específico exemplo de uma redução de dióxido de titânio, um sal preferido é cloreto de cálcio contendo entre cerca de 0,3 a

0,6% de óxido de cálcio dissolvido.

O sal é aquecido para um estado fundido em um cadinho ou reservatório separado (não mostrado) que é acoplado ao invólucro por meio de um circuito de sal fundido. O circuito compreende tubulação fabricada de grafite, carbono vítreo ou uma apropriada liga de metal resistente a corrosão através da qual o sal fundido pode ser feito fluir, por exemplo, por meio de uma bomba.

É indesejável bombear sal fundido na temperatura de trabalho (por exemplo, entre 700°C e 1100°C) diretamente no invólucro enquanto o invólucro está em temperatura ambiente. Por isso, o invólucro é primeiro aquecido. Gás inerte quente é passado através do invólucro por meio de entradas e saídas de gás quente (não mostradas) e o fluxo de gás quente através de invólucro aquece a porção interna do invólucro e os elementos contidos na porção interna do invólucro. Este processo também tem o efeito de purgar a célula de indesejáveis oxigênio e nitrogênio atmosféricos. Quando a porção interna do invólucro e elementos ali contidos atingiram uma temperatura suficiente, por exemplo, uma temperatura igual a, ou próxima da, temperatura do sal fundido, válvulas no circuito de fluxo de sal fundido são abertas, e sal fundido é deixado fluir no invólucro através de entrada 530. Devido a porção interna do invólucro ter sido aquecida não há substancial congelamento do sal fundido quando ele entra no invólucro, e o nível de sal fundido se eleva, cobrindo sucessivos elementos bipolares e o estoque de alimentação suportado sobre os mesmos. Quando o sal fundido atinge a porção superior do invólucro, ele flui fora da saída e de volta para o reservatório de sal fundido.

Em um processo exemplar de uso da aparelhagem, um potencial é aplicado entre o catodo terminal e o anodo terminal, de modo que as superfícies superiores do catodo terminal e cada um dos elementos bipolares tornam-se catódicas. O potencial em cada superfície catódica é suficiente para causar redução do estoque de alimentação suportado por cada superfície catódica, preferivelmente sem causar deposição de cálcio a partir de sal fundido baseado em cloreto de cálcio. Por exemplo, para formar um potenci-

al catódico de cerca de 2,5 volts sobre a superfície de cada um dos elementos bipolares, se existem dez tais elementos, é requerido que um potencial de entre aproximadamente 25 e 50 volts seja aplicado entre o catodo terminal e anodo terminal.

Em um processo de eletro – decomposição FFC para a redução de um estoque de alimentação de óxido em um sal cloreto de cálcio, oxigênio é removido do estoque de alimentação sem deposição de cálcio a partir de sal fundido. O mecanismo para redução FFC em uma célula bipolar pode ser como se segue.

Corrente é passada entre o catodo terminal e anodo terminal primariamente através de meios de transferência iônica através de fusão. Por exemplo, íons O^{2-} são removidos do estoque de alimentação suportado sobre o catodo terminal através de eletro – desoxidação e são transportados para a porção catódica 5100, do elemento bipolar imediatamente acima de catodo terminal. A reação dos íons oxigênio com o anodo de carbono resulta na evolução de uma mistura de monóxido de carbono gasoso, dióxido de carbono e oxigênio.

Elétrons transportados através da fusão pelo íon O^{2-} são transferidos para a porção carbono do elemento e na porção de titânio catódica do elemento onde eles são disponíveis para a reação de eletrodecomposição do dióxido de titânio suportado sobre a porção superior do elemento bipolar. A reação de eletrodecomposição causa a remoção de oxigênio do dióxido de titânio na forma de um íon O^{2-}, e este íon é então transportado para o elemento anodo seguinte imediatamente acima no empilhamento.

A Figura 1A ilustra um estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos de empacotamento randômicos anulares 10 formados de dióxido de titânio (cada elemento sendo como descrito acima com referência a Figura 1). A título de exemplo, em uma particular redução eletrolítica, este estoque de alimentação foi depositado sobre um catodo planar em uma célula de eletrólise e reduzido usando o processo FFC como aqui descrito. O resultante estoque de alimentação reduzido é ilustrado na Figura 1B. O estoque de alimentação reduzido compreende uma pluralidade

de elemento titânio 1010, cada um tendo substancialmente a mesma forma como os elementos de estoque de alimentação dos quais eles foram produzidos.

O estoque de alimentação reduzido ilustrado na Figura 1B ainda pode ser processado, por exemplo, por trituração de elementos de titânio em um pulverizado, ou através de fusão de elementos de titânio para formar um lingote. Os elementos do estoque de alimentação reduzido podem ser apropriados, entretanto, para uso como elementos de empacotamento de coluna na indústria química sem ainda qualquer outro processamento significante que não lavagem de qualquer sal residual.

Redução do estoque de alimentação pode ser realizada usando processos outros que não o processo FFC. Por exemplo, eletro – decomposição pode ser realizada usando o processo de maior voltagem como descrito em WO 03076690.

REIVINDICAÇÕES

1. Estoque de alimentação para redução em uma célula eletrolítica, caracterizado pelo fato de que compreende uma pluralidade de elementos tridimensionais, os elementos conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem entre 35% e 90% de espaço livre e cada elemento é conformado como um elemento que pode ser randomicamente empacotado.

2. Estoque de alimentação de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que cada elemento tem uma espessura de parede máxima de menos que 10 mm.

3. Estoque de alimentação de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que é substancialmente resistente a aninhamento e/ou orientação.

4. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que cada elemento tem uma espessura de parede de entre 0,5 mm e 5 mm, preferivelmente entre 0,5 mm e 3 mm, preferivelmente entre 0,7 mm e 2 mm.

5. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que as paredes que formam cada elemento são porosas, preferivelmente tendo uma porosidade de entre 10% e 60%, particularmente preferivelmente entre 20% e 50%.

6. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que o espaço livre é entre 50% e 80%, preferivelmente entre 55% e 75%, particularmente preferivelmente entre 60% e 70%.

7. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que a área de superfície de um volume do estoque de alimentação é entre 2000 e 200 m^2/m^3, preferivelmente entre 1500 e 400 m^2/m^3 particularmente preferivelmente entre cerca de 1000 e 600 m^2/m^3.

8. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma dasreivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de ser para uso em uma célula de

eletrodecomposição, por exemplo, em uma célula para eletro-desoxidação do estoque de alimentação.

9. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que os elementos são formados de pulverizado através de um método de processamento de pulverizado, por exemplo, prensagem ou fundição deslizante ou extrusão.

10. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de ser formado de um óxido metálico, ou de uma mistura de óxidos metálicos, ou de um minério ocorrendo naturalmente, ou de uma mistura de um ou mais óxidos metálicos e um ou mais metais.

11. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que os elementos são substancialmente de forma de anel, forma de anel dividido, forma de tubo ou forma de sela.

12. Estoque de alimentação de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que compreende elementos que são de forma de anel ou forma de tubo onde o diâmetro do anel ou tubo é substancialmente o mesmo como a altura do anel ou tubo.

13. Estoque de alimentação de acordo com a reivindicação 11 ou 12, caracterizado pelo fato de que compreende elementos que são de forma de anel ou forma de tubo onde o diâmetro do anel ou tubo está entr4e 3 mm e 20 mm, preferivelmente entre 5 mm e 10 mm, por exemplo, cerca de 6 mm ou 7 mm.

14. Estoque de alimentação de acordo com qualquer um das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que um caminho de fluxo de fluido e/ou caminho de fluxo de corrente substancialmente consistente é definido por todo um volume do estoque de alimentação.

15. Estoque de alimentação de acordo com qualquer um das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato de que a razão de comprimento ou altura para largura ou diâmetro está entre 0,5:1 e 1:0,5, preferivelmente onde esta razão é substancialmente 1:1.

16. Processo de redução de um material precursor para formação de um produto reduzido, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

formação de um estoque de alimentação sólido a partir de material precursor, o estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos tridimensionais que podem ser empacotados randomicamente conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem entre 35% e 90% de espaço livre,

disposição de uma camada do estoque de alimentação tendo uma espessura predeterminada em contato com um catodo e sal fundido em uma célula eletrolítica, a célula também compreendendo um anodo,

aplicação de um potencial entre o anodo e o catodo suficiente para causar redução do estoque de alimentação.

17. Processo de acordo com a reivindicação 16, caracterizado pelo fato de que o estoque de alimentação é um estoque de alimentação como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 19.

18. Processo de acordo com a reivindicação 16 ou 17, caracterizado pelo fato de que o catodo tem uma estrutura semelhante a cesto ou semelhante a bandeja e o estoque de alimentação é disposto no cesto sendo vertido ou depositado.

19. Processo de acordo com a reivindicação 16 ou 17, caracterizado pelo fato de que o catodo tem uma superfície disposta horizontalmente e o estoque de alimentação é disposto em contato com o catodo sendo vertido ou depositado sobre esta superfície.

20. Processo de acordo com qualquer um das reivindicações 16 a 19, caracterizado pelo fato de que o sal fundido é um sal haleto compreendendo um metal de grupo 1 ou grupo 2.

21. Processo de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de que o sal fundido ainda compreende óxido de metal do grupo 1 ou grupo 2.

22. Processo de acordo com a reivindicação 20 ou 21, caracterizado pelo fato de que o potencial aplicado não é suficiente para causar de-

posição de um sal de metal do grupo 1 ou grupo 2 no catodo.

23. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 16 a 22, caracterizado pelo fato de que compreende ainda a etapa de escoamento de sal fundido sobre o estoque de alimentação.

REIVINDICAÇÕES

1. Estoque de alimentação para redução em uma célula eletrolítica compreendendo uma pluralidade de elementos tridimensionais, os elementos conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem entre 35% e 90% de espaço livre e cada elemento é conformado como um elemento que pode ser randomicamente empacotado.

2. Estoque de alimentação de acordo com a reivindicação 1 onde cada elemento tem uma espessura de parede máxima de menos que 10 mm.

3. Estoque de alimentação de acordo com a reivindicação 1 ou 2 onde o estoque de alimentação é substancialmente resistente a aninhamento e/ou orientação.

4. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma reivindicação precedente onde cada elemento tem uma espessura de parede de entre 0,5 mm e 5 mm, preferivelmente entre 0,5 mm e 3 mm, preferivelmente entre 0,7 mm e 2 mm.

5. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma reivindicação anterior onde as paredes que formam cada elemento são porosas, preferivelmente tendo uma porosidade de entre 10% e 60%, particularmente preferivelmente entre 20% e 50%.

6. Estoque de alimentação de acordo com qualquer um reivindicação anterior onde o espaço livre é entre 50% e 80%, preferivelmente entre 55% e 75%, particularmente preferivelmente entre 60% e 70%.

7. Estoque de alimentação de acordo com qualquer um reivindicação anterior onde a área de superfície de um volume do estoque de alimentação é entre 2000 e 200 m^2/m^3, preferivelmente entre 1500 e 400 m^2/m^3 particularmente preferivelmente entre cerca de 1000 e 600 m^2/m^3.

8. Estoque de alimentação de acordo com qualquer um reivindicação anterior para uso em uma célula de eletrodecomposição, por exemplo, em uma célula para eletro-desoxidação do estoque de alimentação.

9. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores onde os elementos são formados de pulverizado a-

através de um método de processamento de pulverizado, por exemplo, prensagem ou fundição deslizante ou extrusão.

10. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, formado a partir de um composto entre pelo menos uma espécie metal e uma espécie não-metal.

11. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, formado de um óxido metálico, ou de uma mistura de óxidos metálicos, ou de um minério ocorrendo naturalmente, ou de uma mistura de um ou mais óxidos metálicos e um ou mais metais.

12. Estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores onde os elementos são substancialmente de forma de anel, forma de anel dividido, forma de tubo ou forma de sela.

13. Estoque de alimentação de acordo com a reivindicação 11 compreendendo elementos que são de forma de anel ou forma de tubo onde o diâmetro do anel ou tubo é substancialmente o mesmo como a altura do anel ou tubo.

14. Estoque de alimentação de acordo com a reivindicação 11 ou 12 compreendendo elementos que são de forma de anel ou forma de tubo onde o diâmetro do anel ou tubo está entr4e 3 mm e 20 mm, preferivelmente entre 5 mm e 10 mm, por exemplo, cerca de 6 mm ou 7 mm.

15. Estoque de alimentação de acordo com qualquer reivindicação anterior onde um caminho de fluxo de fluido e/ou caminho de fluxo de corrente substancialmente consistente é definido por todo um volume do estoque de alimentação.

16. Estoque de alimentação de acordo com qualquer reivindicação anterior onde a razão de comprimento ou altura para largura ou diâmetro está entre 0,5:1 e 1:0,5, preferivelmente onde esta razão é substancialmente 1:1.

17. Estoque de alimentação de acordo com qualquer reivindicação anterior onde um volume de estoque de alimentação não exibe qualquer ordem de faixa longa.

18. Estoque de alimentação depositado tendo entre 35% e 90%

de espaço livre.

19. Estoque de alimentação depositado de acordo com a reivindicação 18 compreendendo um volume de estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 17 depositado em contato com um catodo de uma célula eletrolítica.

20. Uso de um estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 19 como um estoque de alimentação em uma reação de redução eletrolítica.

21. Uso de um estoque de alimentação de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 19 como um estoque de alimentação em uma célula bipolar.

22. Uso de elementos de empacotamento randômico como estoque de alimentação reativo para uma reação de redução, preferivelmente onde, os elementos provêm um estoque de alimentação tendo entre 35% e 90% de espaço livre por volume unitário.

23. Processo de redução de um material precursor para formação de um produto reduzido compreendendo as etapas de:

formação de um estoque de alimentação sólido a partir de material precursor, o estoque de alimentação compreendendo uma pluralidade de elementos tridimensionais que podem ser empacotados randomicamente conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem entre 35% e 90% de espaço livre,

disposição de uma camada do estoque de alimentação tendo uma espessura predeterminada em contato com um catodo e sal fundido em uma célula eletrolítica, a célula também compreendendo um anodo,

aplicação de um potencial entre o anodo e o catodo suficiente para causar redução do estoque de alimentação.

24. Processo de acordo com a reivindicação 23 onde o estoque de alimentação é um estoque de alimentação como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 19.

25. Processo de acordo com a reivindicação 23 ou 24 onde o catodo tem uma estrutura semelhante a cesto ou semelhante a bandeja e o

estoque de alimentação é disposto no cesto sendo vertido ou depositado.

26. Processo de acordo com a reivindicação 23 ou 24, onde o catodo tem uma superfície disposta horizontalmente e o estoque de alimentação é disposto em contato com o catodo sendo vertido ou depositado sobre esta superfície.

27. Processo de acordo com qualquer reivindicação de processo anterior onde o sal fundido é um sal haleto compreendendo um metal de grupo 1 ou grupo 2.

28. Processo de acordo com a reivindicação 27 onde o sal fundido ainda compreende óxido de metal do grupo 1 ou grupo 2.

29. Processo de acordo com a reivindicação 27 ou 28 onde o potencial aplicado não é suficiente para causar deposição de um sal de metal do grupo 1 ou grupo 2 no catodo.

30. Processo de acordo com qualquer reivindicação de processo anterior ainda compreendendo a etapa de escoamento de sal fundido sobre o estoque de alimentação.

31. Elemento de empacotamento randômico metálico formado através de redução eletrolítica de um elemento precursor tridimensional tendo uma forma de empacotamento randômico.

32. Elemento de empacotamento randômico metálico formado através de redução de um estoque de alimentação como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 19.

33. Elemento de empacotamento randômico metálico substancialmente como aqui descrito e com referência aos desenhos.

34. Processo de fabricação de um elemento de empacotamento randômico metálico compreendendo as etapas de formação de um estoque de alimentação de um óxido metálico, o estoque de alimentação sendo formado de uma pluralidade de elementos tendo uma forma de empacotamento randômico, colocação de estoque de alimentação dentro de uma aparelhagem de redução, e reduzindo o estoque de alimentação a metal, os elementos do estoque de alimentação retendo substancialmente sua forma durante redução.

35. Processo de fabricação de um elemento de empacotamento randômico metálico substancialmente como aqui descrito e com referência aos desenhos.

36. Estoque de alimentação substancialmente como aqui descrito e com referência aos desenhos.

37. Processo de redução de um estoque de alimentação substancialmente como aqui descrito e com referência aos desenhos.

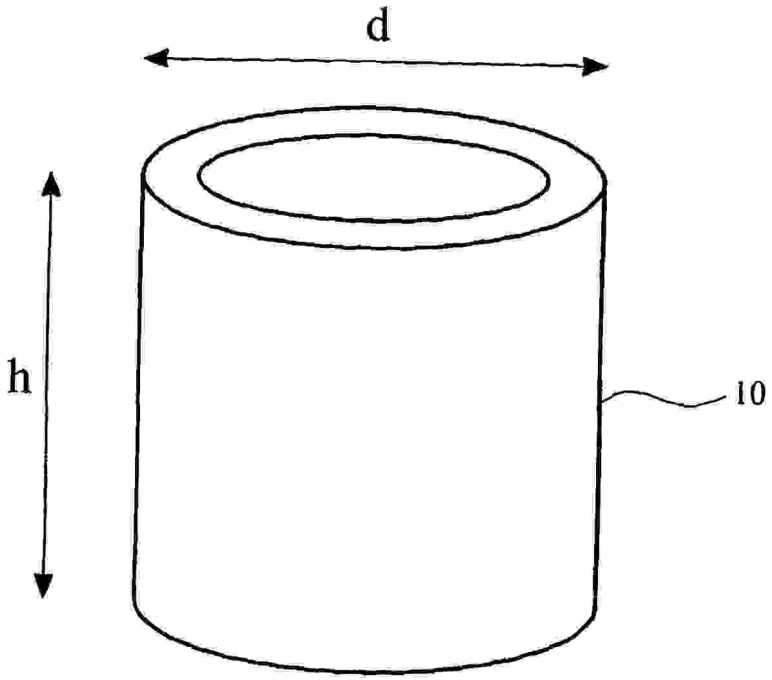


FIG. 1

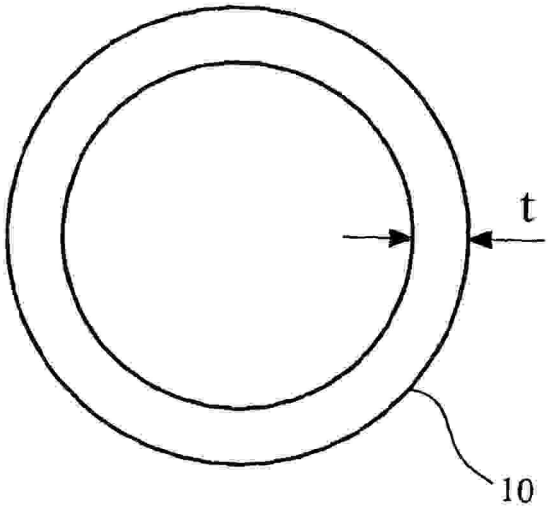


FIG. 2

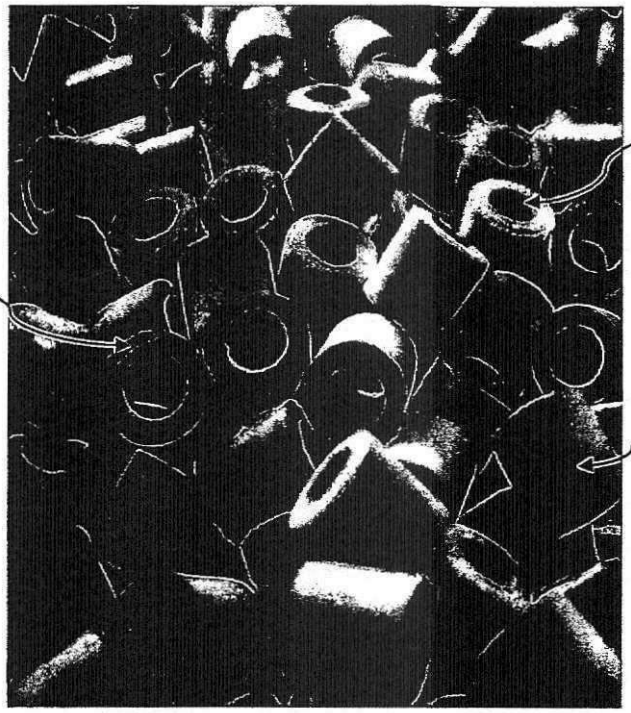


FIG. 1A

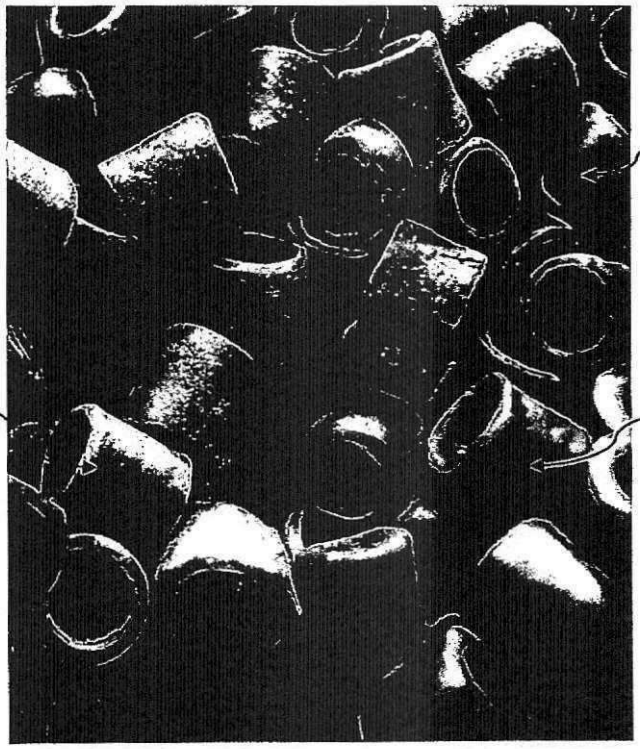


FIG. 1B

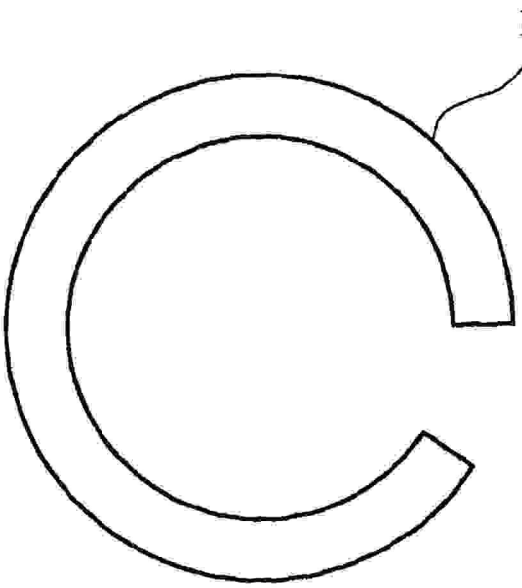
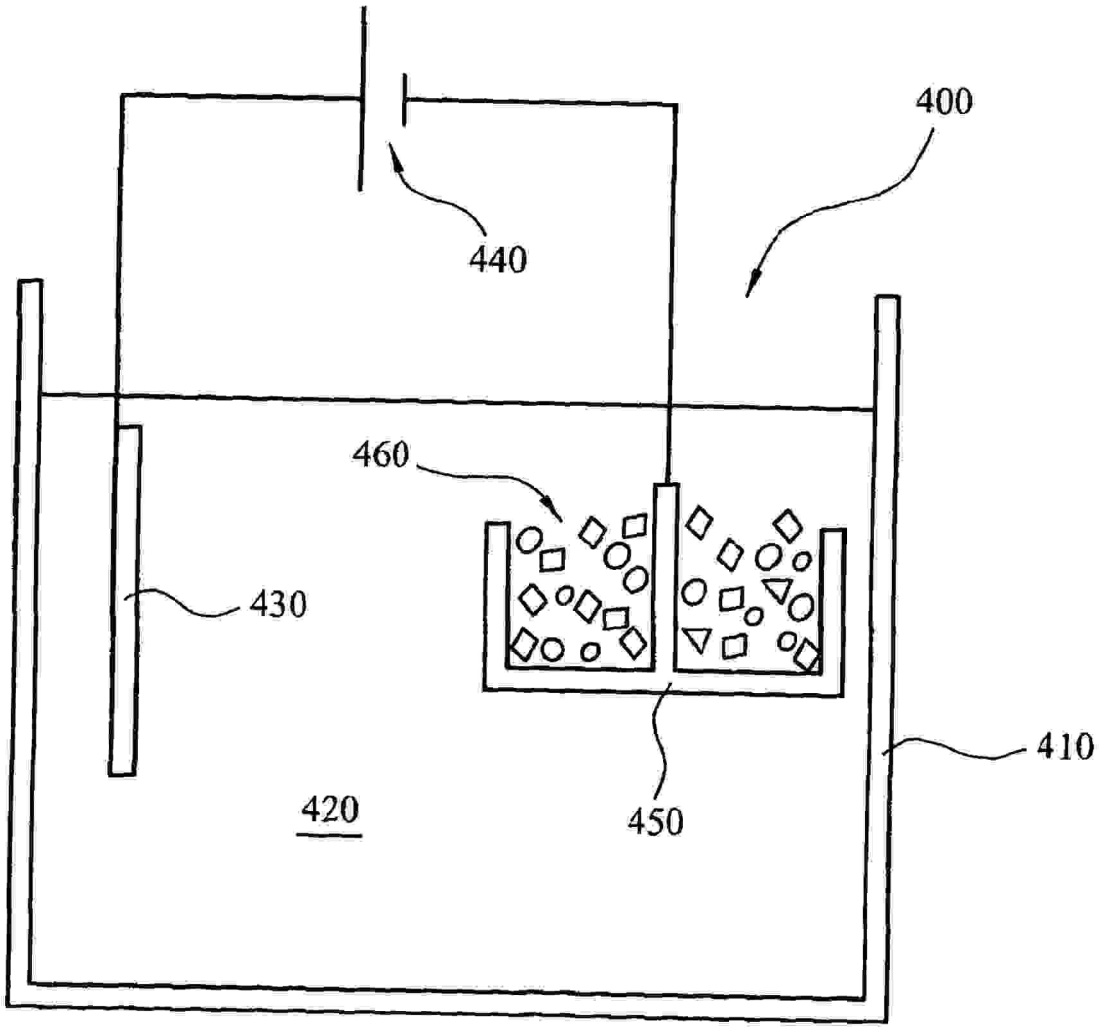


FIG. 3



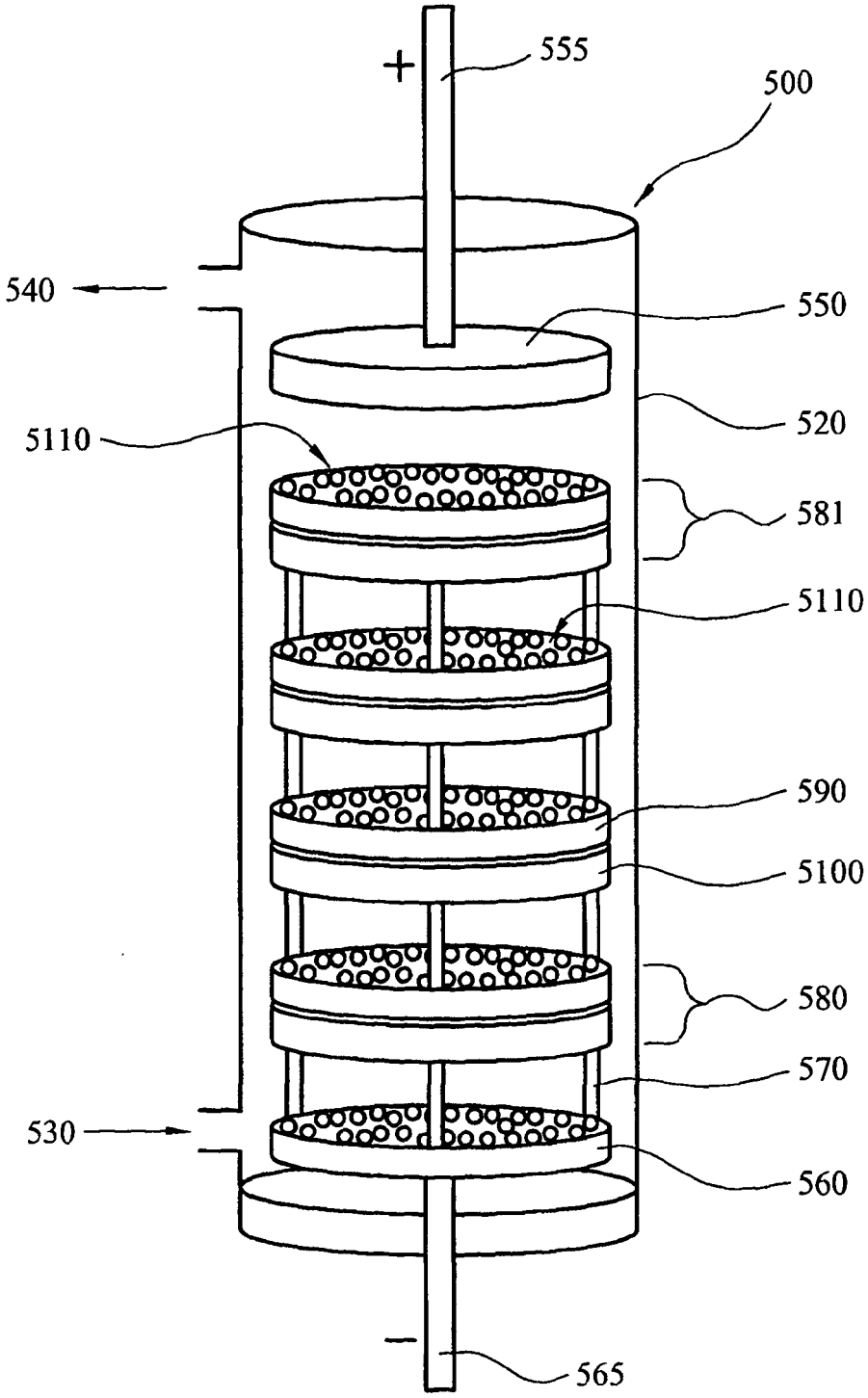


FIG. 5

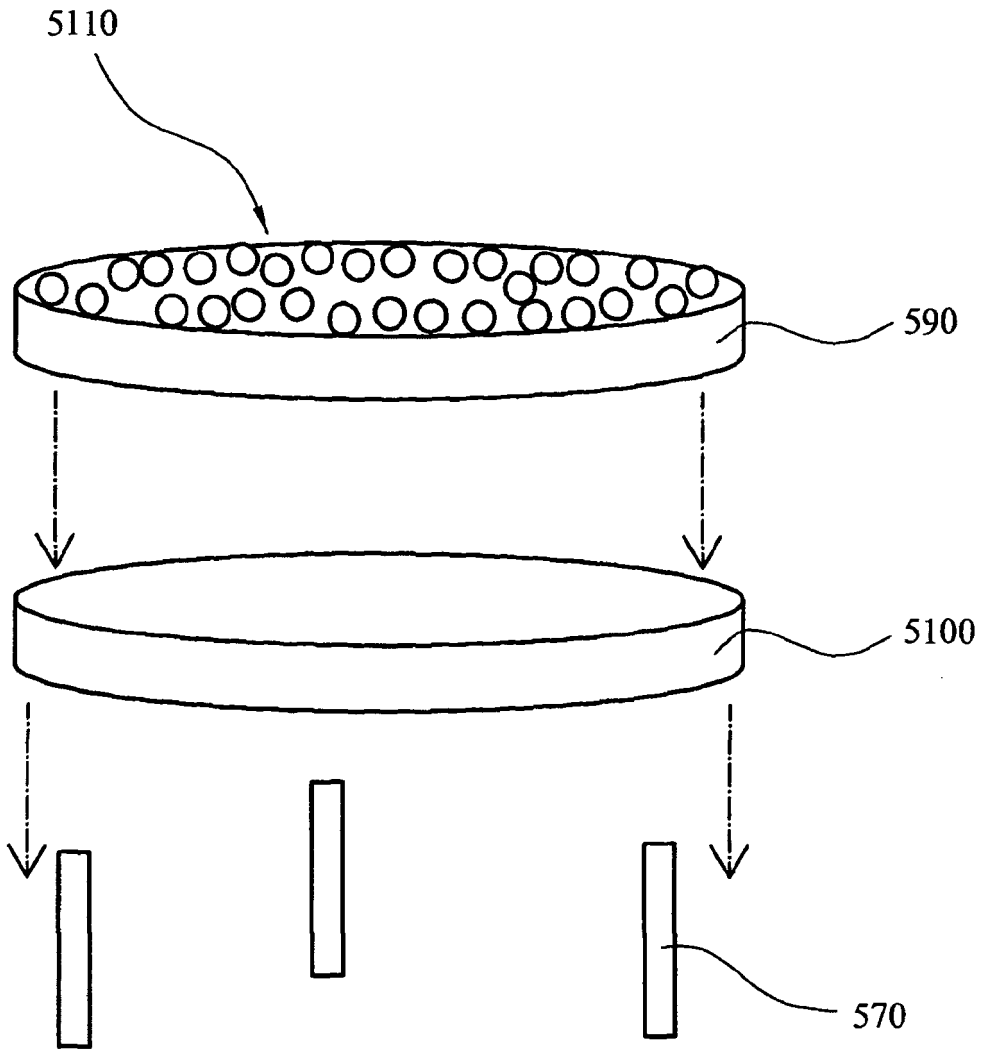


FIG. 6

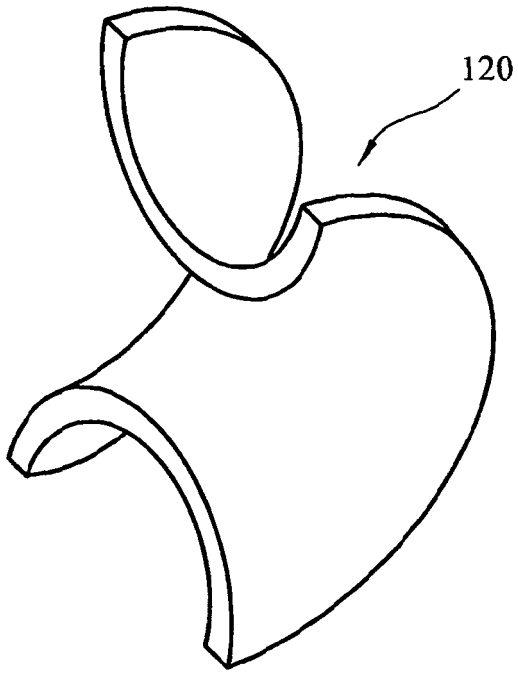


FIG. 7A

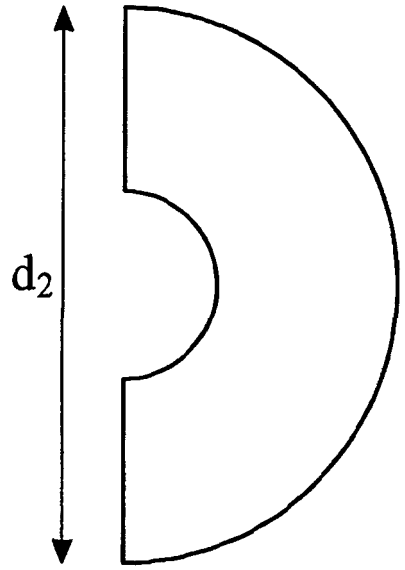


FIG. 7B

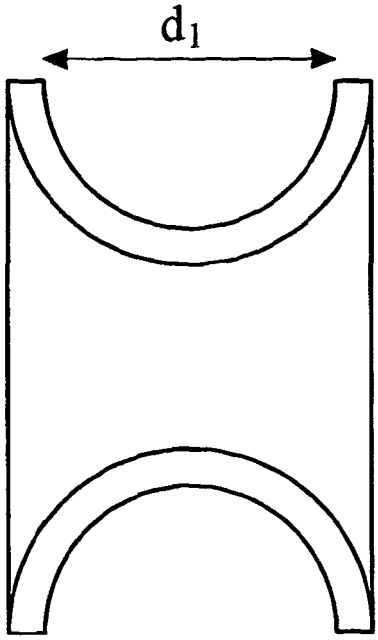


FIG. 7C

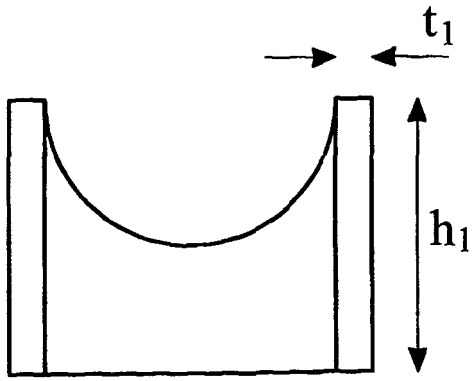


FIG. 7D

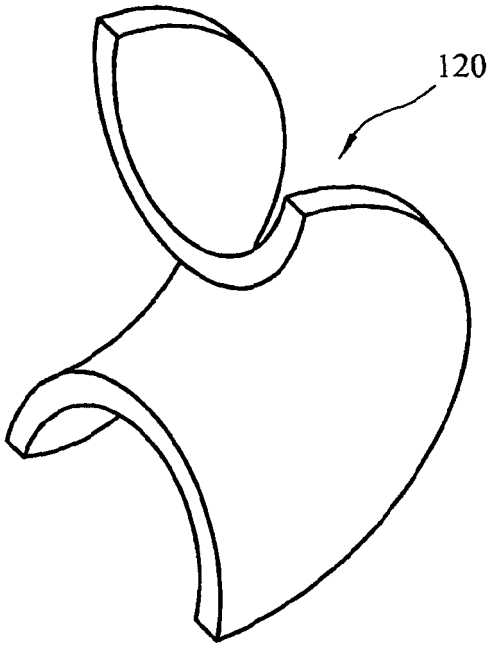


FIG. 8A

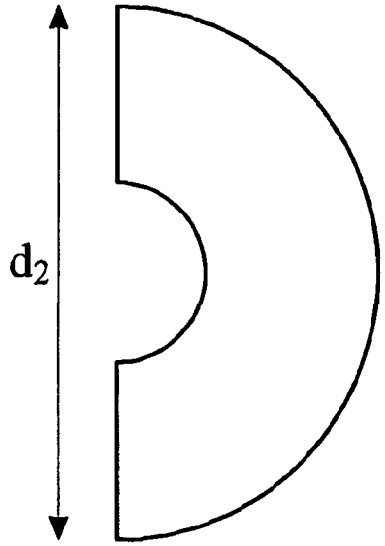


FIG. 8B

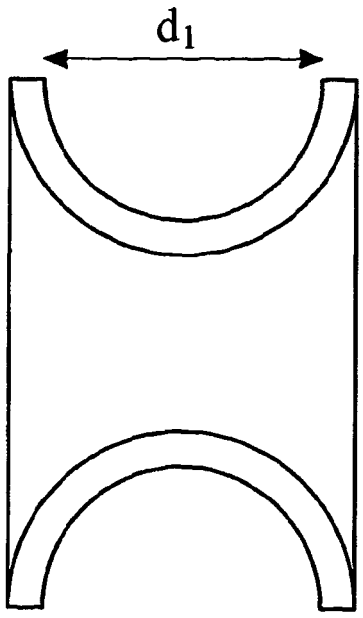


FIG. 8C

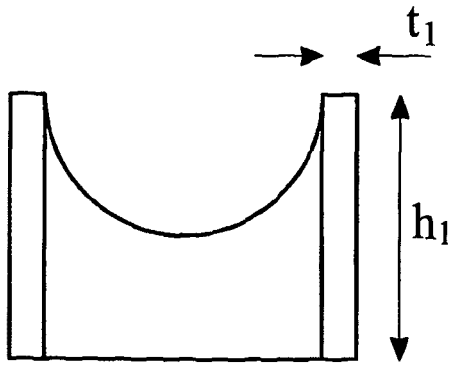


FIG. 8D

RESUMO

Patente de Invenção: **"ESTOQUE DE ALIMENTAÇÃO PARA REDUÇÃO EM UMA CÉLULA ELETROLÍTICA, BEM COMO PROCESSO DE REDUÇÃO DE UM MATERIAL PRECURSOR PARA FORMAÇÃO DE UM PRODUTO REDUZIDO".**

A invenção refere-se a um estoque de alimentação para redução em uma célula eletrolítica, por exemplo, um estoque de alimentação não-metálico que pode ser reduzido a metal em uma escala comercial. O estoque de alimentação compreende uma pluralidade de elementos tridimensionais que são conformados de modo que um volume do estoque de alimentação tem entre 35% e 90% de espaço livre (não incluindo qualquer porosidade microscópica dos elementos). Os elementos também são conformados como elementos que podem ser empacotados randomicamente para minimizar qualquer deposição, ordenamento ou alinhamento do estoque de alimentação, que pode de outro modo impedir ou evitar fluxo de fluido e/ou fluxo de corrente através de estoque de alimentação.