

AÑO

Expediente núm.



05

# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

**PATENTE DE** INVENCIÓN.

## MEMORIA DESCRIPTIVA

*que se acompaña a la solicitud de*

una **PATENTE DE** INVENCIÓN por 20 años, en España

*a favor de*

PECHINEY, Compagnie de Produits Chimiques et Electrometallurgiques, entidad francesa, de nacionalidad

domiciliado en PARIS, Francia.

calle de 23, rue Balzac. núm.           

*por:*

• "Procedimiento y aparato para el tratamiento de polvos por los gases".

PATENTE DE INVENCION

B. 647.

237995

237995



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento y aparato para el tratamiento de polvos por los gases".

-----

Solicitantes : PECHINEY, Compagnie de Produits Chimiques et Electrometallurgiques, entidad francesa, domiciliada en 23, rue Balzac, PARIS, Francia.

----

5. El presente invento, que se deriva de las investigaciones efectuadas por el Señor Seraphin LACROIX, está relacionado con un nuevo procedimiento para el tratamiento de los sólidos en polvo por medio de los gases, según el método denominado "de fluidización". Asimismo, en este invento se tratan los aparatos destinados a la realización práctica de este procedimiento.

10. Ya se conoce perfectamente la forma de tratar los sólidos pulverulentos fluidizados por medio de gases. Sin embargo, cuando la operación tiene lugar a

237995  
- 9 OCT  
CENTINOS  
ESPECIAL NOT

temperaturas más o menos elevadas, y especialmente cuando tiene lugar una reacción química, los rendimientos, y en particular el rendimiento térmico, dejan frecuentemente mucho que desear. Por otra parte, la operación

5. requiere en la mayor parte de los casos una potencia bastante elevada en los aparatos mediante los cuales se obtiene la circulación de los gases y de la materia pulverulenta.

10. El presente invento introduce un perfeccionamiento que permite, contrariamente, llevar a cabo este género de operación con rendimientos, tanto másicos como térmicos, considerablemente mejorados. Al mismo tiempo que se garantiza una perfecta continuidad y automaticidad de las operaciones, el invento permite reducir en una
15. proporción bastante importante la potencia necesaria para la circulación de los gases y de la materia pulverulenta. Asimismo, se obtiene un incremento notable de la capacidad de producción de los aparatos.

20. El procedimiento según los detalles derivados del invento consiste, en primer lugar, en efectuar el tratamiento del polvo por uno o varios gases o vapores, en por lo menos tres zonas fluidizadas : una zona de pretratamiento en medio diluído, una zona de reacción en medio denso y una zona de recuperación en medio
25. diluído o denso.

- La zona denominada de reacción en medio denso, también llamada zona de fluidización parcial, puede ser el lugar en que se produce una reacción química, del mismo modo que una transformación física o ambas simultáneamente.
30. La misma observación puede aplicarse a las zonas llamadas



de pretratamiento y de recuperación. **237995**

Según uno de los detalles preferidos del invento, el polvo queda muy poco tiempo en contacto con el gas durante su paso a través de las zonas de pretratamiento y de recuperación. Contrariamente, el tiempo de contacto queda prolongado en la zona de recuperación.

5.

Los valores absolutos de estos tiempos de contacto dependen, naturalmente, del género de operación que se lleva a cabo, y especialmente de la velocidad de reacción, cuando existe una acción química del gas sobre la materia pulverulenta. Dichos tiempos de contacto pueden ser, por ejemplo, de algunos segundos en las zonas de pretratamiento y de recuperación, en tanto que su duración podría <sup>ser</sup> de algunas horas en la zona de

10.

15.

En conformidad con la invención, dos o más gases o vapores distintos pueden ser utilizados para actuar sobre el mismo polvo. Según un detalle particular, dos o más de estos <sup>gases</sup> /o vapores actúan separadamente sobre el polvo. De este modo, por ejemplo, cuando los gases de calentamiento, como por ejemplo gas de combustión, aire caliente u otros, sirven para calentar un polvo que, por otra parte está tratado por medio de otro gas para dar lugar a una reacción química, actuando separadamente dichos gases de calentamiento sobre el polvo en zonas distintas a las cuales el polvo entra en contacto con los gases de reacción.

20.

25.

Según otro de los detalles del presente invento, ciertos gases de reacción y ciertos gases de calentamiento pueden actuar conjuntamente sobre el polvo en una o varias

30.



- 90

237985

zonas de fluidización comunes.

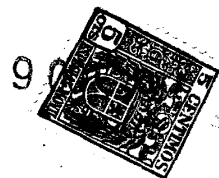
En una forma de realización particular, la zona denominada de pretratamiento en medio diluido comprende el arrastre del polvo aún no tratado por el o los gases

5. procedente de la zona de reacción en medio denso, que dichos gases han atravesado previamente. Recíprocamente, en la tercera zona, llamada de "recuperación", el o los gases nuevos arrastran el polvo que ya <sup>ha</sup> sufrido el contacto con los gases en una o varias de las zonas precedentes.

10. En las aplicaciones del invento, las zonas de pretratamiento, las cuales preceden a la zona de fluidización parcial, y las zonas de recuperación, que suceden a esta última, tienen generalmente por misión hacer más completa la reacción o la transmisión del calor entre el polvo y el gas, o bien lograr ambos objetivos simultáneamente.

20. El nuevo procedimiento tiene una aplicación ventajosa en un gran número de operaciones industriales, entre las cuales, pueden citarse a título de ejemplo, las siguientes : tratamientos de óxidos u otros compuestos metálicos diversos - como por ejemplo  $Al_2O_3$ ,  $CaO$ ,  $MgO$ ,  $CO_3Na_2$ ,  $UO_2$ ,  $TiO_2$ , etc. - por hidrácidos como  $HCl$ ,  $HF$ , etc. hidrogenaciones, tostación de sulfuros, deshidrataciones, secados diversos, etc.

25. El aparato que, según el invento, está destinado a la realización del procedimiento que se acaba de describir, comprende, en combinación, por lo menos tres recintos o tres grupos de recintos provistos de los correspondientes medios de fluidización de una materia
30. pulverulenta por medio de un gas, situados entre la salida



de un recinto y la entrada del siguiente, así como los medios necesarios para hacer circular el polvo y el gas en el interior de dichos recintos.

- El primero de dichos recintos - o el primer grupo destinado al pretratamiento - está compuesto de preferencia por uno o varios cuerpos tubulares que tienen una relación longitud muy elevada. Estos cuerpos están diametro dotados de dispositivos de aspiración o de insuflación que permiten el arrastre integro del polvo por el gas. Los
5. cuerpos tubulares pueden estar dispuestos vertical u
10. horizontalmente, e incluso inclinados. Desde el punto de vista de la comodidad de la construcción estos elementos es preferible tengan una posición vertical o una inclinación hasta 45°.
15. A la salida del o de los cuerpos tubulares se encuentran montados los dispositivos separadores, como por ejemplo, ciclones cuyo circuito de polvo está en comunicación con el recinto siguiente, denominado "de reacción". El o los recintos de reacción, previstos generalmente para
20. guardar el polvo durante un lapso más largo de tiempo, consisten en un cajón o un cuerpo cilíndrico cuya sección horizontal es bastante importante. Estos recintos están provistos de un fondo, o de un tabique horizontal, con las aberturas adecuadas para dar paso al gas; una entrada
25. de gas está prevista por debajo y una salida por encima de dichos fondos perforados. Una o varias entradas y salidas para la materia pulverulenta quedan dispuestas por encima del fondo perforado. Las entradas de polvo pueden estar situadas en niveles cercanos de los de las salidas, e
30. incluso al mismo nivel, pero a distancias respetables, y

- 9 OCT



- 6 -

37995

preferentemente, a distancias equivalentes a la mayor dimensión del cajón o al diámetro del cuerpo cilíndrico.

O bien, puede procederse inversamente, quedando las entradas a niveles muy diferentes de los niveles de las salidas,

5. por ejemplo, en las cercanías de la placa perforada, mientras que las salidas se habrán de encontrar muy por encima de esta última, en la parte superior de la capa fluidizada.

10. El recinto de reacción según el presente invento puede tener una sección horizontal mayor que su sección vertical, siendo entonces poco más o menos horizontal el trayecto de la materia pulverulenta. O bien, es más alta que ancha, y, en tal caso, dicho trayecto es poco más o menos vertical.

15. De la existencia de por lo menos una zona de fluidización (recuperación), que sucede a la fluidización principal, viene a derivarse que el o los gases que llegan a esta última pueden encontrarse más o menos cargados de polvo de la materia tratada. Con objeto de garantizar, en buenas condiciones, el paso de estos gases a través de la capa de polvo fluidizado, se da, según el presente invento, un diámetro comprendido de preferencia entre 0,1 y 3 mm a los orificios situados en el fondo perforado. Por otra parte, la distancia entre dos orificios adyacentes queda mantenida

20. entre una a veinte veces el diámetro del orificio. El propio espesor del fondo perforado se eleva, de preferencia, a una dimensión comprendida entre 0,1 y 10 mm. De este modo, para un fondo de 1 mm de espesor, los orificios habrán de tener, de preferencia, de 0,7 a 1,5 mm de diámetro
25. y se encuentran separados unos de otros de 7 a 15 mm.
- 30.



El recinto o grupo de recintos de recuperación, puede, según los casos, ser del mismo tipo que los recintos de pretratamiento o de reacción. Su circuito de gas esta unido a este último.

5. Con objeto de ilustrar el invento, se describe a continuación, a título de ejemplo no limitativo, una forma de ejecución particular, aplicada a la fabricación de fluoruro de aluminio anhidro, por la acción del HF gaseoso sobre la alúmina en estado pulverulento.

10. La figura 1 proporciona una representación esquemática de los recintos de pretratamiento.

La figura 2 representa, esquemáticamente, los recintos de reacción y de recuperación.

15. En la figura 1, puede verse la tolva 1, alimentada por un filtro giratorio, y, a continuación, el distribuidor 2 desde el cual la alúmina cae en el transportador de tornillo sin fin 3. Este último introduce el hidrato de alúmina en la parte inferior de la tubería 4, que en este caso constituye uno de los recintos de pretratamiento y

20. desempeña simultáneamente el papel de deshidratador y de reactor secundario. Efectivamente, esta tubería 4 está recorrida de abajo a arriba por una corriente de gases calientes pobres en HF, que llegan por el conducto 8, desde los separadores 16-16' (fig. 2) situados por encima del recinto de reacción 13. Estos gases arrastran la alúmina hacia la parte superior de 4, deshidratándola parcialmente al mismo tiempo, mientras que el HF presente reacciona para formar las primeras porciones de  $AlF_3$ .

25. El medio fluidizado en estado diluido, en el deshidratador 4, llega a los separadores 5-5'-5", desde

30.

237995

- 9 OCT



los cuales el polvo desciende hacia la junta de polvo 6, mientras que los gases desprovistos de su HF quedan dirigidos hacia una instalación clásica de depuración, no representada.

5. Por el conducto 7, la alúmina, parcialmente deshidratada y fluorada, desemboca en la parte inferior de la tubería 10, que constituye el segundo recinto de pretratamiento, quedando arrastrada por la corriente de aire caliente procedente del generador 9. También aquí vemos un sistema fluidizado en estado diluído, que recorre de abajo arriba el recinto 10. Este último desempeña únicamente el papel de deshidratador.

15. Después de la separación intervenida en el sistema 11-11', el gas se dirige hacia una chimenea, mientras que el polvo queda conducido, por 12, hacia la parte inferior del tercer recinto de pretratamiento, que no es otro sino la tubería 15. Esta última está sobrepuesta al recinto de reacción 13, por lo cual queda recorrida por los gases empobrecidos en HF, que arrastran el polvo hacia arriba, deshidratándole y fluorándole a la vez.

20. El gas queda separado de la materia pulverulenta en 21-21', punto desde el cual la alúmina desciende, por 17, hacia el interior del recinto de fluidización principal 13, en la propia capa de fluidización. En este punto tiene lugar la parte esencial de la reacción entre HF y la alúmina.

25. El reactor 13 está provisto de una placa de metal Monel 14 perforada de orificios de 1 mm de diámetro, distantes unos de otros de 15 mm. Los gases, que contienen el HF destinado a la reacción, llegan por el conducto 22 y
- 30.



atraviesan la placa 14 de abajo hacia arriba fluidizando el polvo de alúmina.

5. El fluoruro de aluminio, producido por la reacción, sale del reactor por la salida 18 para llegar hasta la parte inferior del recinto de recuperación 20. Dicho recinto es una tubería que recibe en 19 los gases frescos procedentes de un generador de HF. Dichos gases arrastran el polvo caliente de fluoruro, cuyas calorías disponibles quedan así recuperadas. Los gases recalentados, 10. separados en 21-21', pasan por 22 hacia el reactor 13, como se indica anteriormente, mientras que el fluoruro en polvo pasa por 23 hacia un silo de almacenamiento.

15. La circulación de los gases se obtiene por aspiración, por medio de ventiladores no representados en el diseño. De ello se deriva que el conjunto de la instalación está sometido a una ligera depresión, con lo cual se evitan las pérdidas de materias.

20. El acero inoxidable se juzga que constituye un material perfectamente conveniente para la construcción de las principales partes del aparato .

Para una producción de 20 toneladas de fluoruro de aluminio anhídrido de 92 %  $AlF_3$  cada 24 horas, se ha hecho uso de un aparato, cuyas características principales eran las siguientes :

- 9 OCT.



- 10 -

237995

		diámetro	altura
	Tubería 4	.... 0,40 m	6,5 m
	" 10	.... 0,35	12,0
	" 15	.... 0,45	3,5
5.	Reactor 13 (parte cilíndrica)	..... 3,5	1,0
	Recuperador 20	..... 0,4	7,0

10. Ciertas fabricaciones llevadas a cabo en las distintas condiciones indicadas a continuación, han dado perfectos resultados, con rendimientos que han sobrepasado de 95% :

	Temperatura	Porcentaje de los gases en gr HF por m <sup>3</sup> de gas inerte medido a 20°
En la parte inferior del recuperador 20 .....	150°-180°C	160 a 260
En la parte superior de 20, o sea en 22, en la entrada del reactor 13 .....	220°-300°C	155 a 240
En la parte inferior de la tubería 15, es decir, en la salida del reactor 13 ....	500°-600°C	20 a 30
En la parte superior de 15.	350°-450°C	15 a 25
En la parte superior de 4..	200°-300°C	15 a 25
En la parte inferior de 10 .	500°-700°C	
En la parte superior de 10 .	300°-350°C	

25. Las duraciones de contacto del gas con el sólido ascienden, en general, de 1 a 3 segundos en los recintos 4, 10, 15, 13 y 20; en cuanto a las duraciones de contacto del sólido (polvo) con los gases en los recintos 4, 10, 15 y 20 se elevan de 1 a 3 segundos, contra 4 a 6 horas en el reactor 13.

30.



237995

A título de ejemplo, damos a continuación la composición granulométrica de un polvo de fluoruro de aluminio, obtenida por el procedimiento del invento:

	- hasta 100 micrones	.....	99,5 %
5.	- " 80 "	.....	92, %
	- " 65 "	.....	70 %
	- " 35 "	.....	18 %
	- " 25 "	.....	7 %
	- " 10 "	.....	5 %
10.	- " 5 "	.....	0 %

El polvo presentaba densidades aparentes de 1,6 a 1,85 después de apisonado máximo.

N O T A

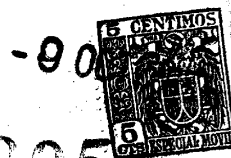
15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. Tambien se hace constar que el invento corresponde a una

20. solicitud de patente presentada en Francia con fecha 11 de Octubre de 1956, nº 723.550, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita

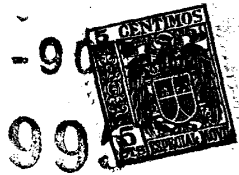
25. Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento y aparato para el tratamiento de polvos por los gases"; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- Procedimiento para el tratamiento de polvos por los gases, caracterizándose porque se hace pasar el

30. polvo a través de, por lo menos, tres zonas de fluidización :



- una zona de pretratamiento en medio diluido con arrastre íntegro del polvo por el gas, otra zona denominada de "reacción" o de "fluidización principal" en medio denso, y, finalmente, una tercera zona denominada de "recuperación"
5. en medio diluido o denso, pudiendo presentar dicho procedimiento, uno o varios de los detalles siguientes ;
    - a) el tiempo de contacto del polvo con el gas es corto en las zonas de pretratamiento y de recuperación, mientras que en la zona de reacción dicho tiempo es prolongado;
  10. el tiempo de contacto del polvo con el gas en las zonas de pretratamiento y de recuperación es del orden de algunos segundos, mientras que en la zona de reacción es del orden de algunas horas;
  15. c) el gas queda en contacto con el polvo durante algunos segundos únicamente en cada una de las zonas; d) dos o más gases o vapores diferentes actúan separadamente sobre el polvo en una o varias de las zonas; e) se puede hacer actuar sobre el polvo, por separado y en zonas distintas, un gas de calentamiento y un gas de reacción; f) se hace actuar conjuntamente un gas de calentamiento y un gas de reacción en una o varias de
  20. dichas zonas de fluidización; g) uno o varios polvos separados del gas a la salida de una zona de fluidización pasan a la zona de fluidización siguiente; h) en la zona de pretratamiento, el polvo sufre un precalentamiento,
  25. y una deshidratación, y una reacción química; i) en la zona de fluidización principal, el polvo queda sometido a una reacción química; j) en la zona de recuperación, el calor del polvo que ha sufrido la reacción es utilizado para calentar un gas; k) el procedimiento se aplica para
  30. el tratamiento de compuestos metálicos, como óxidos u



otros, por medio de hidrácidos como HF, HCl, para la tostación de sulfuros, para las hidrogenaciones, así como para efectuar operaciones de secado o deshidrataciones.

2º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,

5. aplicable a la fabricación de fluoruro de aluminio anhidro, a partir de alumina hidratada y gases que contienen ácido fluorhídrico caracterizándose por las etapas siguientes: paso, en una tubería, de la alúmina arrastrada por gases calientes, pobres en HF; separación del polvo; paso en otra
10. tubería, en la cual la materia pulverulenta queda arrastrada por los gases de calentamiento; nueva separación; introducción del polvo en una tubería recorrida por los gases pobres en HF que salen del recinto de reacción, y arrastre por dichos gases; nueva separación; introducción
15. del polvo en una capa de fluidización a 400-600º en medio denso, recorrido por gases que contienen aproximadamente 150 a 260 g de HF por m<sup>3</sup> de gas inerte, medido a 20º C; introducción del polvo de fluoruro de aluminio formado, caliente, en la parte inferior de una tubería en la cual el
20. polvo que arrastrado por la corriente de gas que contiene HF nuevo; separación de estos gases y envío de los mismos a la parte inferior de la capa de fluidización.

3º.- Un aparato para la realización del procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizándose porque

25. comprende, en combinación, por lo menos tres recintos o tres grupos de recintos, provistos de medios adecuados de fluidización de un polvo por un gas, de medios para la separación del polvo del gas, situados entre la salida de un recinto y la entrada del siguiente, así como los medios
30. adecuados para hacer circular el polvo y el gas en dichos



237995

- recintos, pudiendo dicho aparato, presentar uno o varios de los detalles siguientes; a) los recintos del primer grupo, denominados de pretratamiento, están constituidos por cuerpos tubulares con una relación longitud elevada, diámetro y provistos de medios para el arrastre íntegro del polvo por el gas; b) dichos cuerpos tubulares según a) quedan situados vertical, horizontal u oblicuamente; c) los recintos del segundo grupo, denominados de reacción están compuestos por cajones o cuerpos cilíndricos de sección horizontal importante, y provistos de fondos o tabiques horizontales perforados con aberturas. Estos recintos comprenden una entrada de gas por debajo del fondo perforado, y una salida de gas, así como entradas y salidas de polvo, por encima de la capa que constituye el fondo;
5. d) la distancia entre la o las entradas de polvo, por una parte, y la o las salidas, por otra parte, es equivalente, poco más o menos, a la mayor dimensión del recinto; e) las perforaciones del fondo tienen diámetros comprendidos entre 0,1 y 3 mm de preferencia, y se encuentran
10. distantes unas de otras de 1 a 20 veces su diámetro; f) teniendo el fondo un espesor del orden de 1 mm, las perforaciones tienen diámetros comprendidos entre 0,7 y 1,5 mm, y se encuentran situadas unas de otras de 7 a 15 mm; g) los recintos del tercer grupo, llamados
15. de recuperación, son del mismo tipo que los del primer grupo, obteniéndose así un fluoruro de aluminio anhidro en polvo con un porcentaje de 85 % de  $AlF_3$ .

- 4.- Procedimiento y aparato para el tratamiento de polvos por los gases; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrados en los
- 30.

237995



adjuntos dibujos.

Esta memoria consta de quince hojas escritas a máquina por una sola cara.

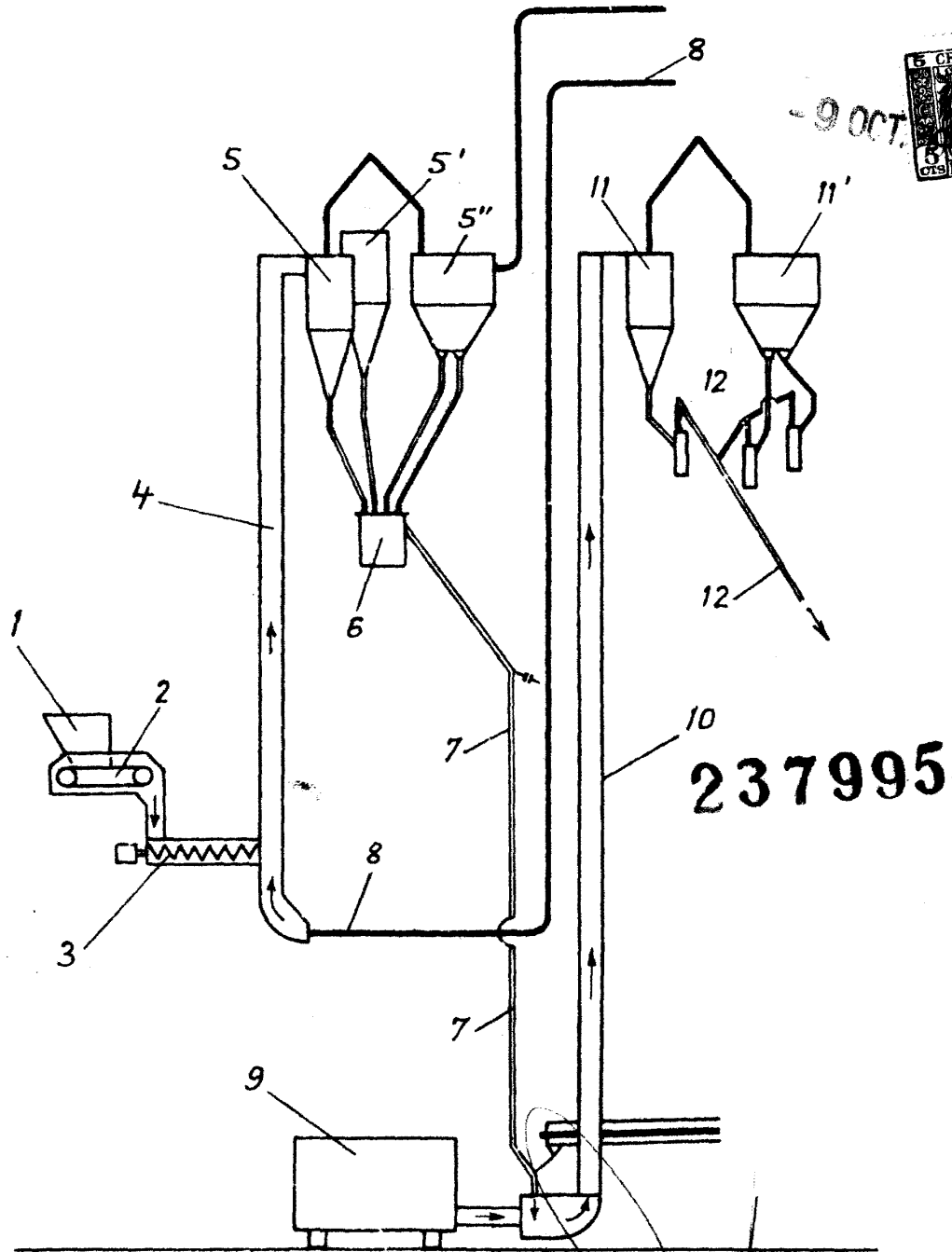
Madrid,

- 9 OCT. 1957

PECHINEY, Compagnie de Produits Chimiques  
et Electrometallurgiques.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET  
F P

ESCALA VARIABLE.



- 9 OCT.

237995

Fig. 1.

México, - 9 OCT. 1911

1.00477 1911

ESCALA VARIABLE.

237995

- 9 OCT

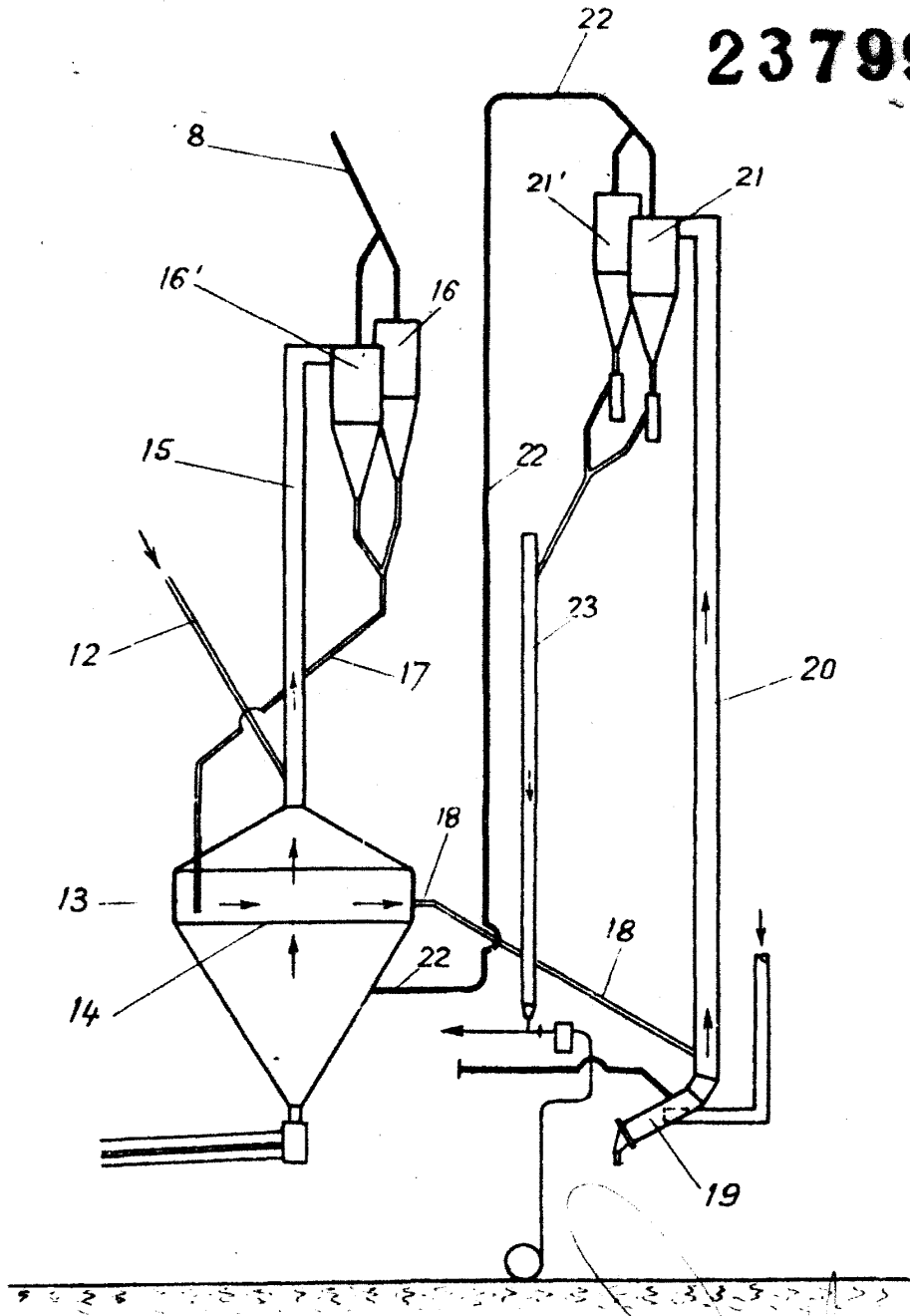


Fig. 2.

Madrid, 9 OCT. 1951

J. DOMESTY Y WILLET