



1962

P A T E N T E  
D E 281115  
I N V E N C I O N

por "UN SISTEMA CON SU DISPOSITIVO CORRESPONDIENTE PARA LA FLUIDIFICACION", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, domiciliada en MILAN (Italia), Largo Guido Donagani 1-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un sistema de fluidificación consistente en una parte móvil y otra fija, cada una de las cuales consta de una serie de discos y chapas espaciados en planos horizontales diferentes;

5. el invento se refiere también a reactores que incorporan dispositivos de esta índole.

Se conocen ya en esta materia varios ejemplos de reacciones que se producen entre una mezcla de gas y vapor y un sólido (catalizador o reactivos). Es sabido

10. que en estos casos resulta conveniente asegurar el



281115

mejor contacto posible entre las fases, por ejemplo reduciendo el tamaño de los sólidos a fin de aumentar la superficie activa. Si la reacción desarrolla calor, se necesita también una agitación apropiada de la fase sólida para evitar recalentamientos locales, que pueden dar origen a reacciones secundarias perjudiciales o a la inactivación de la fase sólida (catalizador).

5.

Una modalidad de realización de los procedimientos de este tipo, que resuelve simultáneamente los diversos problemas, consiste en fluidificar el sólido en forma granulosa, por medio de los gases o vapores con que se hace entrar en contacto dicho sólido.

10.

Ese procedimiento se usa ahora extensamente y se ha aplicado con buen éxito a varios tipos de reacciones, catalíticas o no, en materia de química orgánica e inorgánica.

15.

Mediante ese procedimiento se obtienen distribuciones particularmente homogéneas de la temperatura y la concentración en el reactor.

20.

Para que la fluidificación sea eficaz, los gases deben pasar por toda la masa de sólidos granulados de la manera más homogénea y completa que sea posible, sin recorridos preferenciales.

25.

Con tal objeto se coloca normalmente en el fondo del lecho que se ha de fluidificar una chapa porosa que, con una pérdida de presión correspondiente por lo general a 4 o 5 veces el valor de la pérdida a lo largo del lecho, asegura una distribución uniforme del régimen de flujo y de la presión en el fondo del lecho.

30.

El problema es particularmente importante en



281115

los procedimientos de polimerización, y se ha descrito ya un sistema para polimerizar alfa-olefinas en fase gaseosa, de modo que se obtengan polímeros cristalinos con un catalizador estereoespecífico.

5. Sin embargo, en estos y otros tipos de operaciones se presenta el inconveniente de que los sólidos son a veces pegajosos y, por adherirse entre sí, a las paredes y a la chapa distribuidora, causan aglomeraciones que hacen que la capa o lecho no sea uniforme y
10. tapan los poros del distribuidor, produciendo así irregularidades en el trabajo.

- Esta situación se agrava cuando los gases contienen sustancias que, por reacción, forman sólidos; este fenómeno se puede producir precisamente cuando los
15. gases pasan por la chapa perforada, cuyos orificios se tapan así en poco tiempo.

- Una primera finalidad de este invento consiste en establecer un dispositivo para realizar un lecho fluidificado que carezca de los mencionados inconvenientes.
- 20.

- Otra finalidad de este invento consiste en establecer un nuevo dispositivo para distribuir gases o vapores en el fondo de un lecho fluidificado. Otra finalidad más del invento consiste en establecer un reactor que incorpora dicho dispositivo a fin de realizar un
25. lecho fluidificado o distribuir gases o vapores en el fondo de un lecho fluidificado.

- Otra finalidad del invento consiste en establecer un reactor que incorpora el dispositivo de distribución mencionado y que es particularmente apto para la polimerización o copolimerización de olefinas.
- 30.



281115

Otra finalidad más del invento consiste en establecer reactores dotados de un dispositivo fluidificador del lecho, aptos para procedimientos de oxidación de hidrocarburos o para el fraccionamiento catalítico de fracciones de petróleo, o para la oxidación de naftaleno con el fin de obtener anhídrido ftálico.

El dispositivo de este invento se caracteriza por constar de una parte inferior fija, contra la cual da el medio fluidificador, y de una parte móvil, encima de la cual se establece el lecho fluidificado; cada una de estas partes se divide en un número de elementos concéntricos en forma de discos o chapas, dispuestos en planos verticales (o prácticamente verticales) diferentes; y el espacio entre cada elemento fijo y cada elemento móvil forma un conducto que tiene una porción horizontal (o prácticamente horizontal) para el paso del medio fluidificador. Estos pasajes para el medio fluidificador se mantienen siempre libres de todo depósito sólido por el movimiento relativo entre las partes fija y móvil.

En una modalidad preferida de realización, los discos o chapas móviles tienen un diámetro creciente hacia arriba y presentan un borde vertical en el extremo interno de una zona anular plana, en el cual está fijada una varilla que los conecta con una sección puesta en rotación por un eje motor. Los discos fijos tienen dos bordes verticales y están dispuestos en sección escalonada.

Este invento comprende también los reactores que incorporan dicho dispositivo para realizar un lecho fluidificado.



281115

- De acuerdo con otra particularidad del invento, resulta que es particularmente conveniente incorporar el dispositivo en cuestión a la parte inferior de un reactor cónico (con el ángulo de vértice comprendido entre 15° y 45°, y de preferencia entre 20° y 30°), que puede estar
5. provisto también de un raspador de la pared.
- A continuación se describe el invento haciendo referencia a los dibujos adjuntos, en los cuales:
- la figura 1 es un corte esquemático, en plano
10. vertical, de un reactor completo que incorpora el dispositivo de este invento;
- la figura 2 representa, en escala ampliada, la parte inferior del reactor de la figura 1, para ilustrar más detalladamente el dispositivo en cuestión; y
15. las figuras 3a y 3b representan un corte vertical ampliado y una vista en planta de los elementos de un disco móvil con las respectivas partes fijas.
- En la figura 1, R indica un reactor provisto de un dispositivo para la formación de un lecho fluidificado según el invento. Este dispositivo consta en esencia de una parte móvil A, accionada por el eje motor M, y de una parte fija B, sostenida por soportes S incorporados a la parte inferior del reactor R. El reactor está
20. provisto de un conducto o entrada C para introducir los gases de fluidificación GF; de un conducto o entrada E para introducir el catalizador CP (ya sea formado previamente o no); de una salida F para los gases de fluidificación; de un conducto G para la salida del sólido fluidificado SF; y, por último, de un raspador J, accionado por el eje motor H y
25. destinado a emplearse cuando se forman en el reactor R sólidos
- 30.



281115

pegajosos capaces de adherirse a las paredes del reactor.

Según una modalidad preferida de realización, el reactor tiene forma cónica, con un ángulo de vértice comprendido entre  $15^\circ$  y  $45^\circ$ , y de preferencia entre  $20^\circ$  y  $30^\circ$ , por los motivos siguientes: para reducir el régimen de flujo de los gases en la parte superior del reactor; y para reducir el arrastre del sólido por los gases de fluidificación. La forma cónica (a igualdad de volumen del reactor) permite obtener una fluidificación más fácil y más regular y usar una chapa de distribución de menor diámetro.

La forma cónica es particularmente apta cuando el material sólido fluidificado tiene una distribución granulométrica muy amplia, pues en tal caso se está obligado a emplear para el medio de fluidificación una velocidad superior a la velocidad que se requiere para la fluidificación mínima de las partículas más pesadas. Esa velocidad del medio de fluidificación sería, en un recipiente cilíndrico, constante en toda la altura del recipiente y por lo tanto arrastraría fuera del lecho las partículas menores. Con una forma cónica, por el contrario, dicha velocidad disminuye desde el fondo hacia la parte superior del lecho fluidificado, de manera que no se arrastran partículas menores de la parte superior del lecho.

Eligiendo convenientemente la conicidad del recipiente y la velocidad del medio de fluidificación, es posible mantener una buena fluidificación en la parte de entrada del fondo del reactor, al mismo tiempo que se mantiene la velocidad del medio de fluidificación, en la parte superior del lecho, a nivel inferior o igual a la velocidad mínima de fluidificación.

281115

27



- El dispositivo de este invento para formar el lecho fluidificado o para distribuir los gases o vapores de fluidificación se representa en escala ampliada en la figura 2, donde puede observarse mejor la parte móvil A, que, accionada por el motor M, hace girar una serie de discos móviles  $DR_1, DR_2, DR_3 \dots DR_m, DR_{n-1}$  y  $DR_n$ .
5. Cada disco móvil  $DR_1, DR_2$ , etc., está conectado a secciones A por medio de varillas  $S_1, S_2, S_3 \dots S_m, S_{n-1}$  y  $S_n$ .
10. De la figura 2 se desprende que los discos móviles  $DR_1 - DR_n$  son concéntricos, constan de una parte anular que tiene casi la misma anchura y están dispuestos en planos horizontales que se hallan a niveles diferentes.
- A cada disco móvil  $DR_n$  corresponde un disco fijo  $DR_m$ , colocado sobre secciones B que soportan toda la parte fija del dispositivo de este invento.
15. Entre los discos móviles  $DR_1 - DR_n$  y los correspondientes discos fijos  $DR_1 - DR_n$  se hallan pasajes  $Q_1 - Q_n$ , por los cuales pasan los gases o vapores de fluidificación procedentes de la entrada inferior C.
20. El movimiento de los discos móviles  $DR_n$  causa un movimiento relativo entre las paredes que conducen el gas al fondo del lecho, y por lo tanto cualquier depósito sólido que produzcan las sustancias contenidas en los gases de fluidificación se desintegra, con lo que se asegura una
25. limpieza más constante de los conductos de admisión de estos gases durante todo el funcionamiento del reactor.
- En las figuras 3a y 3b se presentan, en corte ampliado y en vista en planta, los discos móviles  $DR_m$  y los respectivos discos fijos inferior ( $DF_{m-1}$ ) y supe-
- 30.



281115

rior ( $DF_m$ ).

Según puede observarse, un disco móvil  $DR_m$  consiste en una zona o sector anular  $z$  y una porción  $1$ , mientras que cada disco fijo consiste en dos porciones  $1'$  y  $1''$  y un sector anular  $z'$ .

5.

En la figura 3a se representan los diámetros  $m_2$  y  $m_3$  del disco móvil, así como los  $m_1$  y  $m_4$  de los discos fijos  $DF_m$  y  $DF_{m-1}$ .

10.

Un parámetro muy importante lo representa la altura  $1$ ,  $1'$  y  $1''$  del disco móvil  $DR_m$  y de los discos fijos  $DF_{m-1}$  y  $DF_m$ , altura que puede ser igual o diferente para los dos diversos tipos de disco, pero que debe elegirse con cuidado especial como función de las características físicas, y más particularmente de la granulometría del sólido fluidificado, del régimen de flujo del gas, del "ángulo de zapata" del polímero y de la capacidad de ensuciamiento del gas de fluidificación.

15.

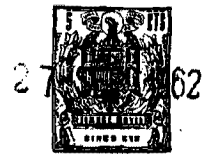
20.

Los diámetros  $m_1$  y  $m_4$  de los discos fijos, así como los  $m_2$  y  $m_3$  de los discos móviles, pueden elegirse también después de un estudio cuidadoso del tipo de reacción, del sólido fluidificado, etc.; en realidad, es muy importante que estos diámetros se elijan como una función, no solamente de las características del sólido fluidificado, sino también de la altura  $1$ ,  $1'$  y  $1''$ . Según una particularidad preferida de este invento, resulta sumamente apto asignar a  $1$ ,  $1'$  y  $1''$  el mismo valor que los discos  $DF_m$ ,  $DR_m$  y  $DF_{m-1}$  y mantener iguales también las diferencia  $m_1-m_2$  y  $m_3-m_4$ , de modo que si  $1 = \text{constante}$ , luego

25.

30.

$$m_1 - m_2 = m_3 - m_4.$$



En la misma modalidad preferida de realización, resulta que 1 debe ser de preferencia mayor de 20 mm, en cuyo  $m_1 - m_2 = m_3 - m_4$  puede mantenerse dentro de la gama comprendida entre 0,5 y 3,5 mm.

- 5. El régimen de flujo en los pasajes superiores, o sea el régimen de flujo de los gases en dichos pasajes, también puede considerarse factor crítico; en el caso de la polimerización de olefinas, se obtienen resultados particularmente convenientes con regimenes de flujo comprendidos entre 4 y 5 m/segundo.

El invento se ilustra seguidamente, que se refiere a un tipo particular de polimerización pero no han de interpretarse como limitativos, ya que el dispositivo de este invento puede usarse con provecho en cualquier tipo de reacción entre un gas y un sólido.

- 10. En realidad, se han logrado resultados sumamente buenos usando el dispositivo en cuestión para la oxidación de naftaleno, de modo que se produzca anhídrido ftálico con un catalizador de  $V_2O_5$  en la fase fluidificada, y para el fraccionamiento catalítico de fracciones de petróleo en lecho fluidificado con catalizadores de sílice/alúmina.

E J E M P L O 1.

Polimerización de propileno

El reactor utilizado tiene las dimensiones siguientes:

- 25. - diámetro de la chapa de distribución 510 mm
- ángulo del cono 21°
- altura de la base de la chapa de distribución en la conexión entre el cono truncado y la tapa 1300 mm

30.

281115

27



- volumen del lecho fluidificado 350 litros
- altura del lecho fluidificado 900 mm
- capacidad del reactor 800 litros
- diámetro de la base del reactor 500 mm
- 5. - discos móviles: 5; discos fijos: 10  
1 = 30 mm; m1-m2 = m3-m4 = 1,5 mm.

La operación de polimerización se realiza en las condiciones siguientes:

- 10. - velocidad de rotación de la chapa de distribución 15 r.p.m.
- velocidad de rotación de la cuchilla raspadora 10 r.p.m.
- temperatura del gas de fluidificación, determinada en la admisión (entrada C) 72°C
- 15. - temperatura del reactor 82°C
- presión de trabajo 4,5 atm.
- régimen de flujo de los gases de realimentación (propileno) 400 Nm<sup>3</sup>/h
- 20. - TiCl<sub>3</sub> alimentado 0,010 kg/h
- AlEt<sub>3</sub> alimentado 0,038 kg/h.

Los componentes del catalizador se suministran en forma de catalizador preformado (o sea preparado con anterioridad) por la entrada E.

- 25. Se obtiene una producción específica de 20 g de polipropileno por hora y por litro, con un rendimiento de 160 g por g de catalizador.

281115



El polímero obtenido tiene las características siguientes:

- resistencia a la flexión (ASTM D 747/58) 10,000
- residuo de la extracción con heptano 90%
- 5. - residuo de la extracción con éter 96%
- peso molecular promedio 200,000
- cristalinidad en el examen con los rayos X 50%

10. Después de 2000 horas de funcionamiento continuo y regular, se abrió el reactor para examinar el estado de la parte interior de éste y el de la chapa; no se observó ensuciamiento ninguno, cosa que era de esperar porque, durante la operación, se había determinado que la caída de presión en los extremos de la chapa de distribución permanecía siempre prácticamente constante.
- 15.

EJEMPLO 2.

Polimerización de etileno

Con el aparato del ejemplo anterior se realizó una operación en las condiciones siguientes:

- 20.
- velocidad de rotación de la chapa de distribución 15 r.p.m.
  - velocidad de rotación del raspador 10 r.p.m.
  - temperatura del gas de fluidificación entrante en el reactor 72°C
  - 25. - temperatura en el reactor 90°C
  - presión de trabajo 3 atm.
  - régimen de flujo del gas de realimentación (etileno con 15% de hidrógeno) 600 Nm<sup>3</sup>/h



281115

- $TiCl_3$  alimentado 0,03 kg/h
- $AlEt_2Cl$  0,04 kg/h.

5. En este caso, los componentes del catalizador se aportan por separado: el  $TiCl_3$  por la entrada C, mientras que el compuesto de aluminio orgánico se suministra en estado vaporoso, saturando la olefina de fluidificación. Para regular el peso molecular se usa hidrógeno.

10. Se obtiene una producción específica de 20 g de polietileno por litro y hora, lo que corresponde a un rendimiento de 100 g de polímero por g de catalizador.

El polímero obtenido presenta las características siguientes:

- 15. - peso molecular 80,000
- resistencia a la flexión 11,000 kg/cm<sup>2</sup>
- cristalinidad en el examen con los rayos X 64%

20. También en este caso la operación (proseguida sin inconvenientes durante más de 1000 horas) fue uniforme y el reactor resultó limpio, sin ensuciamiento.

E J E M P L O 3.

Ventaja del reactor cónico

25. La polimerización del ejemplo 1 se efectuó también en el reactor troncocónico cuyas medidas se han dado ya en dicho ejemplo 1. Para un flujo fijo de gas de 400 metros cúbicos normales por hora, la velocidad

281115



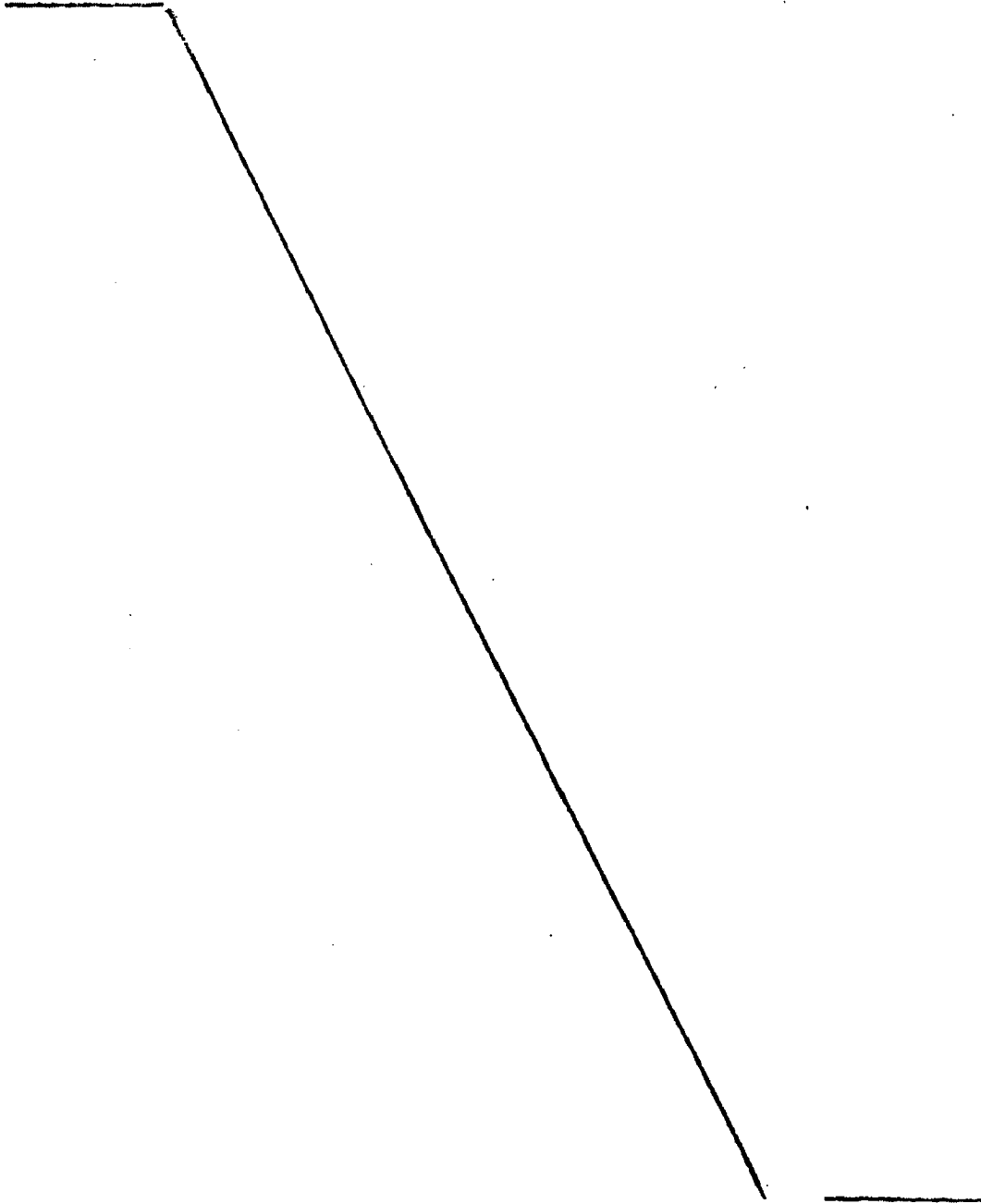
- lineal del gas es correspondientemente de 0,13 m/segundo en el fondo del reactor y de 0,034 m/segundo en la parte superior del reactor (o sea, a la altura de 1300 mm sobre el fondo). En estas condiciones, aunque la velocidad
5. mínima de fluidificación (a 82°C y 4,5 atmósferas), según la granulometría de los sólidos fluidificados, es de 0,275 m/segundo, la velocidad del gas en el fondo del reactor es claramente suficiente para mantener una fluidificación completa y eficaz, mientras que a la salida del reactor la velocidad del gas es escasamente superior a la velocidad mínima de fluidificación y, por consiguiente, no existe arrastre apreciable de sólidos pulverizados.
- 10.

- La fluidificación en la parte superior del reactor está ya asegurada por el movimiento efectivo de los sólidos en la parte inferior. En un reactor cilíndrico (configurado así en la parte por encima de la placa de distribución) de la misma altura (1300 mm) y volumen (600 litros aproximadamente) y con un diámetro interno correspondiente de 764 mm, si se mantiene el mismo flujo de reciclización de gas, la velocidad lineal del gas es constante a lo largo de toda la sección, con un valor de
15. 0,058 m/segundo; es decir: la velocidad de entrada es la mitad de la velocidad correspondiente en el reactor cónico,
20. mientras que en la salida, la misma velocidad constante es el doble del valor de la velocidad mínima de fluidificación, con un arrastre correspondiente de sólidos, el cual, según las diferentes granulometrías de los polímeros, puede llegar hasta una pérdida del 5%.
- 25.



# 281115

Las personas prácticas en la materia podrán efectuar diversas modificaciones en este invento sin apartarse por ello del alcance del mismo, ya que tanto la exposición precedente como los ejemplos y los dibujos son sólo ilustrativos.





NOTA

281115

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana número 17.403/61 del 28 de Septiembre de 1961.

5. 1. Un sistema con su dispositivo correspondiente para la fluidificación, caracterizado por el hecho de que el dispositivo está constituido por una parte inferior fija, contra la cual choca el medio fluidificador, y por una parte móvil, encima de la cual se establece el lecho fluidificado; cada una de estas partes está dividida en un número de
10. elementos concéntricos en forma de discos o chapas, y entre cada elemento fijo y cada elemento móvil se halla un pasaje que tiene una porción horizontal, o prácticamente horizontal, para el paso del medio fluidificador; estos pasajes para el medio fluidificador se mantienen
15. libres de todo depósito sólido a causa del movimiento relativo entre la parte fija y la parte móvil.
20. 2. Un sistema según las reivindicación 1, en el que el dispositivo se caracteriza por el hecho de que sus discos o chapas consisten en un sector anular, que tiene un diámetro creciente hacia arriba, con el disco de menor diámetro situado en la zona más cercana al lecho fluidificado.
25. 3. Un sistema según las reivindicaciones 1 y 2, en el que el dispositivo se caracteriza por el hecho de que cada disco móvil presenta una zona plana y, en el extremo interior, un borde vertical; en la zona plana está fijada una varilla que conecta dicho disco o chapa con una sección puesta en rotación por un eje motor.



281115

4. Un sistema según las reivindicaciones 1 a 3, en el que el dispositivo se caracteriza por el hecho de que cada disco fijo está provisto de dos bordes verticales en el extremo de una zona plana y es soportado por una sección fija que tiene forma de escalón.
5. Un sistema según las reivindicaciones 1 a 4, en el cual el dispositivo se caracteriza por el hecho de que los bordes fijos y móviles tienen la misma altura, mientras que la zona o sector plano (anular) del disco fijo es más ancho que el de los discos móviles.
10. Un sistema según las reivindicaciones 1 a 5, en el cual se comprende un reactor caracterizado por el hecho de que el dispositivo está situado en la zona inferior, con el eje de rotación de los discos móviles dispuesto en el eje geométrico de dicho reactor, el cual presenta también un conducto o entrada, debajo de dicho dispositivo, para introducir el medio fluidificador y, encima del mismo dispositivo, una entrada para introducir el sólido que se ha de fluidificar, una salida para el medio fluidificador y una salida para el producto obtenido mediante la reacción.
15. Un sistema según la reivindicación 6, en el que el reactor se caracteriza por el hecho de estar también provisto de un raspador, accionado por un eje motor situado a lo largo del eje geométrico de dicho reactor, con el fin de raspar las paredes del reactor para quitar las partículas sólidas pegajosas que se adhieren a ellas.
20. Un sistema según las reivindicaciones 6 y 7, en el cual el reactor se caracteriza por el hecho de que tiene forma cónica, con un ángulo de vértice comprendido entre 15° y 45°, y de preferencia entre 20° y 30°, de modo que se reduzca el régi-
- 25.
- 30.



281115

men de flujo del medio fluidificador en su parte superior, para reducir el arrastre del sólido y para obtener un lecho fluidificado más regular, con un diámetro menor del dispositivo de fluidificación que está situado en la parte más baja del reactor cónico.

5.

9. Un sistema con su dispositivo correspondiente para la fluidificación.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 17 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de 2 láminas de dibujos.

10.

Madrid, a 27 de Septiembre de 1962

p.a.

JAI ME ISE RN MIR ALLES  
P. P.

S. 19.

281115

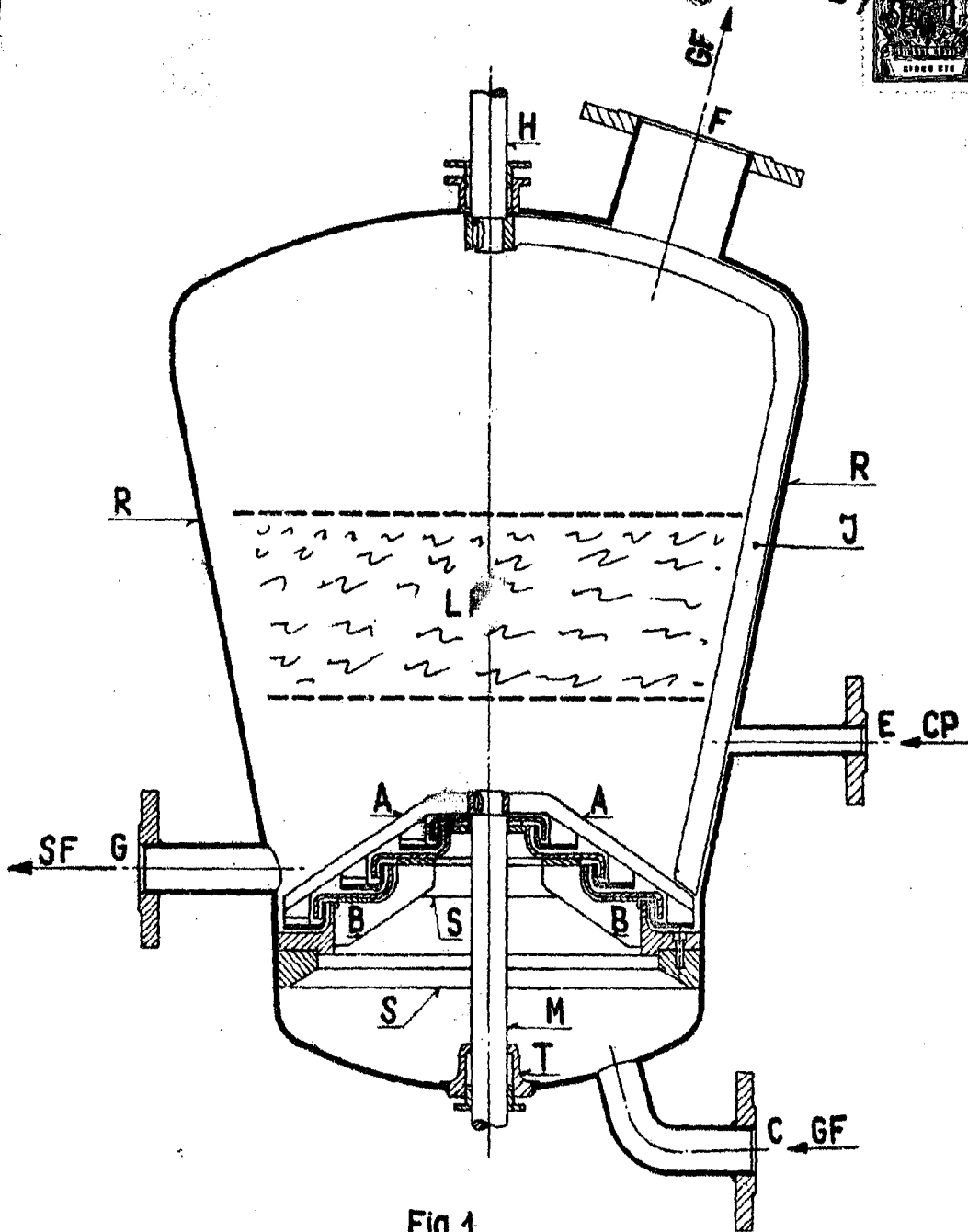


Fig. 1

Madrid, 27 SEP 1962  
Jaime Isern

S. 19

281115

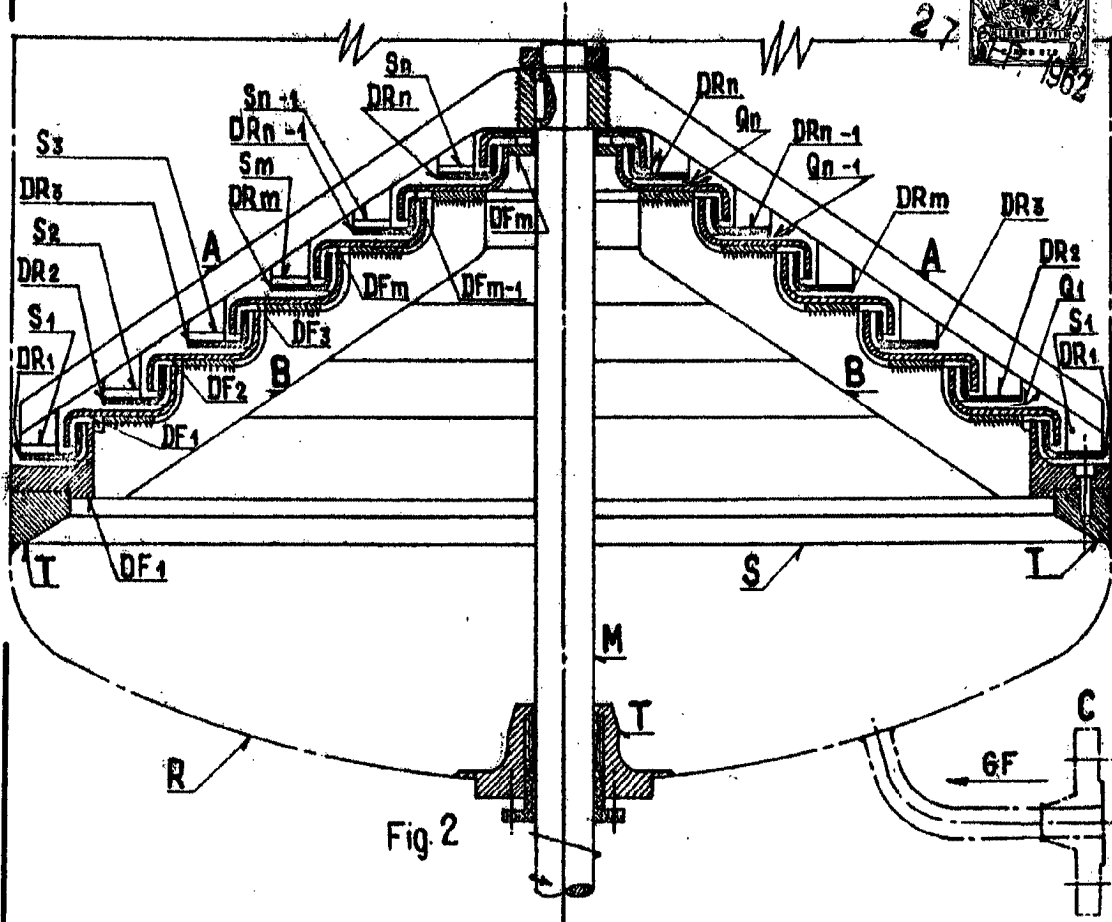


Fig. 2

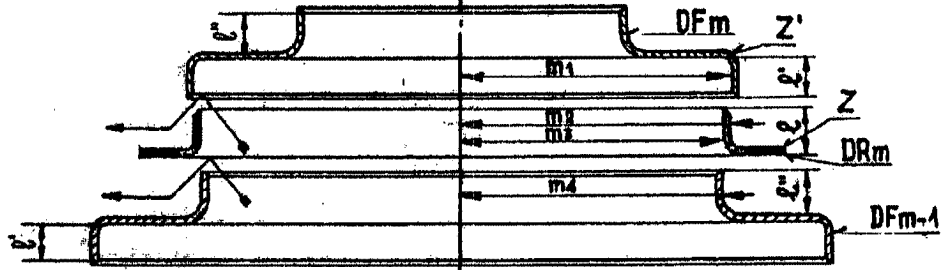


Fig. 3a

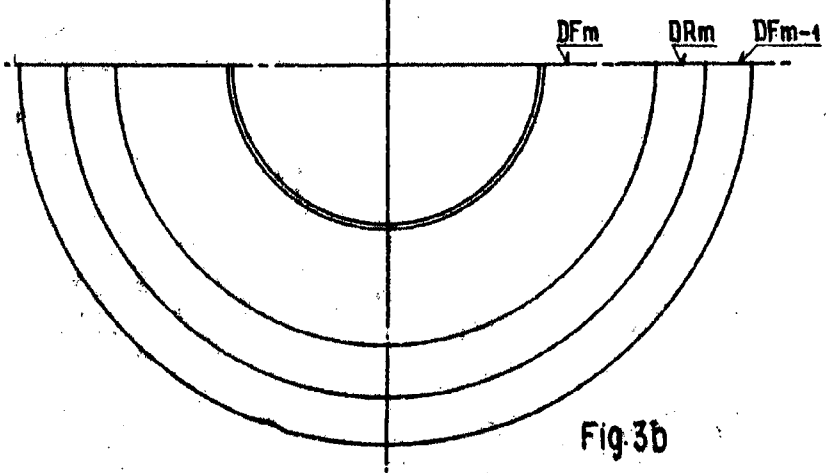


Fig. 3b

Madrid, 27 SEP 1952  
A. P. Jaime Iserr