

387615

P.- 46.744

Case "T. 1245"

387615
20 ENE 1971



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASE <u>CO7g</u>
SUBCLASE <u>F</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

a nombre de MONTECATINI EDISON S.p.A.

entidad ~~de nacionalidad~~ italiana

con domicilio en Foro Buonaparte 31, Milán, Italia

por: "PROCEDIMIENTO AUTOTERMICO CONTINUO PARA LA PRODUCCION DE TRIFLUORURO DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA" -
(Clase Internacional CO7g)

387615

26 ENE



La presente invención se refiere a un procedimiento continuo para la producción de trifluoruro de aluminio de alta pureza, por medio de una reacción en lecho fluído entre alúmina parcialmente deshidratada y ácido fluorhídrico.

Conocida es la producción de trifluoruro de aluminio de 92-93% de pureza haciendo reaccionar, en un aparato similar al que se muestra en la figura 1, una corriente de ácido fluorhídrico (1) en estado de vapor, que se introduce en el reactor a través del fondo (2) del mismo, y una corriente de hidrato de aluminio (3) secada a 120°-150°C que cae desde la zona superior del reactor. La reacción se verifica en un lecho de fase turbulenta (4), mantenido en las condiciones mecánicas y térmicas deseadas por medio de una corriente de gases calientes (5) (procedentes de la combustión de un hidrocarburo) que se introducen en el reactor inmediatamente por encima de la parrilla del fondo (2).

El fluoruro de aluminio se descarga por la base (6) de la fase turbulenta; los gases calientes inertes, el vapor de agua producido en el reacción química y en la deshidratación, así como el ácido fluorhídrico en exceso, se envían todos ellos a un ciclón (7), desde cuyo fondo se recircula el material sólido (8) nuevamente al reactor, mientras que desde la cabeza del ciclón salen al exterior humos (9) de los cuales se condensa después una solución acuosa de ácido fluorhídrico.

Este procedimiento implica cierto número de desventajas debido a la presencia de la corriente de gases calientes, las cuales pueden resumirse sustancial-

387615



26 ENE 1971

mente en la dilución del ácido fluorhídrico por gases -
inertes (CO_2 , N_2 , O_2).

Se hace necesario, por consiguiente, introducir una multi-recirculación de materiales sólidos con objeto de asegurar que se complete la reacción entre ácido fluorhídrico y alúmina; esto último, de hecho, da lugar a un ácido fluorhídrico de baja concentración en el lecho fluido, mientras que sólo cerca de la parrilla (fig. 1, punto 2) y por tanto cerca de la descarga (fig. 1, punto 6), alcanza la concentración de ácido fluorhídrico los valores óptimos para un curso satisfactorios de la reacción.

La dilución del ácido fluorhídrico por las sustancias inertes requiere, además, un aparato de bastante volumen en el área de lavado del ácido fluorhídrico a fin de recuperar el ácido fluorhídrico en exceso que no ha reaccionado, en solución acuosa (la zona después del punto 9 de la figura 1, no se muestra en el dibujo).

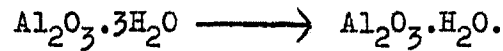
La consecuencia última de la presencia del flujo de gases calientes es una potencialidad reducida del reactor.

El Solicitante ha encontrado ahora, y esto constituye el objeto de esta invención, que el procedimiento para la producción de trifluoruro de aluminio por reacción en lecho fluido entre ácido fluorhídrico y alúmina, puede llevarse a cabo convenientemente eliminando la alimentación de gases inertes y deshidratando parcialmente la alúmina antes de que se introduzca ésta en el reactor.

Como se sabe, a partir de la alúmina tri-



hidratada se obtiene, a una temperatura comprendida entre 140° y 230°C, boehmita $AlO.OH$



5 Se ha extendido mucho la opinión de que los gránulos de alúmina monohidratada no podían reaccionar cuantitativamente con ácido fluorhídrico incluso en exceso, y que era imposible, por tanto, obtener un trifluoruro de aluminio con pureza mayor del 85%.

10 El Solicitante ha encontrado que, deshidratando parcialmente el tri-hidrato a monohidrato, se puede obtener trifluoruro de aluminio de 93-95% de pureza.

El procedimiento objeto de esta invención consiste en precalentar el reactor (véase fig. 1) por
15 cualquier medio disponible (a saber: gases inertes calientes que entren por 5 resistencias eléctricas, etc.), hasta alcanzar una temperatura comprendida en el intervalo óptimo de la reacción de fluoración, entre 520° y 585°C; en alimentar al reactor por el punto 3, a una temperatura comprendida entre 140° y 160°C, una alúmina pretratada a 150-190°C; en introducir por el fondo del reactor,
20 a través de una parrilla de fondo (2), un ácido fluorhídrico en estado de vapor, a 80°-100°C, y en interrumpir simultáneamente el calentamiento del reactor cualquiera
25 que sea el modo por el que se haya obtenido este calentamiento, manteniéndose por sí mismo éste, así como la reacción exotérmica de fluoración, una vez que se ha iniciado.

De acuerdo con esta invención, la alúmina
30 a fluorar es una mezcla de alúmina trihidratada con no

387615

26



más de 15-20% de alúmina monohidratada obtenida deshidratando parcialmente a 150°-190°C una alúmina trihidratada. Esta concentración máxima de boehmita resultó ser la más conveniente para los propósitos de esta invención, los cuales consisten, en esencia, en dejar que la reacción de fluoración tenga lugar en condiciones autotérmicas, eliminando el calentamiento de los reactivos por medio de gases calientes.

Las ventajas ofrecidas por la eliminación de los gases calientes inertes durante el transcurso de la reacción consisten, así pues, en un aumento de la presión parcial del ácido fluorhídrico gaseoso, una mejor distribución del último en la capa turbulenta del lecho fluido y una mayor reactividad de la capa turbulenta frente a la alúmina introducida. Dada la ausencia de las sustancias inertes en la zona de recuperación del ácido fluorhídrico, es posible reducir el tamaño de esta zona, dado que la eliminación de la solución acuosa del ácido se ha visto facilitada de este modo.

Se ha encontrado que, para una marcha satisfactoria del procedimiento de esta invención, la alúmina trihidratada alimentada al tratamiento térmico de deshidratación ha de tener la siguiente distribución granulométrica:

superior a 44 micras: 67% - 85%

inferior a 44 micras: 15% - 33%

En caso de que descienda la temperatura de reacción, este descenso puede compensarse aumentando la temperatura de secado, esto es, aumentando la cantidad porcentual de monohidrato, manteniendo constante la



carga expresada en kg/hr de alúmina alimentada.

Para iguales granulometría y temperatura de secado, se observa un aumento de la temperatura de reacción cuando se aumenta la carga de alúmina.

5 Los ejemplos que siguen se dan únicamente con fines ilustrativos, y de ningún modo limitativos.

EJEMPLO NUM. 1:

10 El reactor utilizado para este fin (véase figura 1) tenía las dimensiones siguientes:

Base (parrilla de entrada de HF)	1,13 m ²
Altura de la capa turbulenta	7,3 m
Altura de la entrada de gases calientes (por encima de la parrilla)	2 m
Tiempo de permanencia en el reactor	20 minutos

15 En el reactor se introdujeron las siguientes cantidades de materiales:

gases calientes	350 m ³ normales/hr a 900°C
-----------------	--

HF	970 kg/hr a 100°C
(exceso sobre la cantidad estequiométrica = 150 kg/hr)	

20 Alúmina	1250 kg/hr
(procedentes de silos)	

Temperatura de entrada	temperatura ambiente
Temperatura de desecación	120°C

Condiciones de reacción:

25 Temperatura	520°C
----------------	-------

Productos:

Fluoruro de aluminio	1250 kg/hr
Pureza del mismo	92%

Recuperación:

30 Solución acuosa de HF al 25%	600 kg/hr
---------------------------------	-----------

387615



26 FNE

EJEMPLOS Núms. 2-5 :

En los ejemplos siguientes se ha utilizado el mismo reactor que en el ejemplo núm. 1, excepto que durante la reacción no se han introducido en el mismo gases calientes.

5

TABLA

Ejemplos	2	3	4	5
10				
<u>Al(OH)₃</u> , en kg	2000	2000	1600	1800
Temperatura de entrada °C	150°C	150°C	150°C	150°C
Porcentaje mayor de 44 micras	80	80	80	80
Pretratamiento, en °C	160°C	180°C	180°C	170°C
15				
Porcentaje de monohidrato	10	14	14	12
<u>HF</u>				
Temperatura, en °C	100°C	100°C	100°C	100°C
Total, kg/hr.	1470	1470	1120	1320
20				
Temperatura de reacción, en °C	540°C	570°C	570°C	570°C
<u>AlF₃</u>				
Kg/hr.	2000	2000	1600	1800
Pureza, en %	92	93,5	94,5	93,5
25				
Recuperación de solución, kg/hr de HF al 25%	600	600	400	480

30

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Italia el 27 de Enero de 1970, bajo el número 19.826 A/70, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

5 1.- Procedimiento autotérmico continuo para la producción de trifluoruro de aluminio de alta pureza, caracterizado por el hecho de que la alúmina parcialmente deshidratada se introduce en un estado caliente en un reactor de lecho fluido precalentado, en el que se pone
10 en contacto con vapores de HF sobrecalentados.

 2.- Procedimiento autotérmico de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la temperatura de alimentación de la alúmina parcialmente deshidratada está comprendida entre 140º y 160º C.

15 3.- Procedimiento autotérmico de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que la deshidratación parcial de la alúmina desde el estado trihidratado al monohidratado se consigue por un tratamiento térmico, a 150º-190º C, de una alúmina trihidratada, de tal manera que la cantidad de monohidrato no debe
20 exceder de 15-20% del total.

 4.- Procedimiento autotérmico de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que la alúmina trihidratada a deshidratar con vistas a
25 la fluoración autotérmica en lecho fluido debe tener una

387615 26 ENE



distribución granulométrica tal que al menos 65-70% de ella tenga dimensiones superiores a 44 micras.

5.- PROCEDIMIENTO AUTOTERMICO CONTINUO PARA LA PRODUCCION DE TRIFLUORURO DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA.

5

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

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

10

Madrid,

26 ENE 1971

P.A.

Por Fuelleo *[Handwritten Signature]*

20 LINE

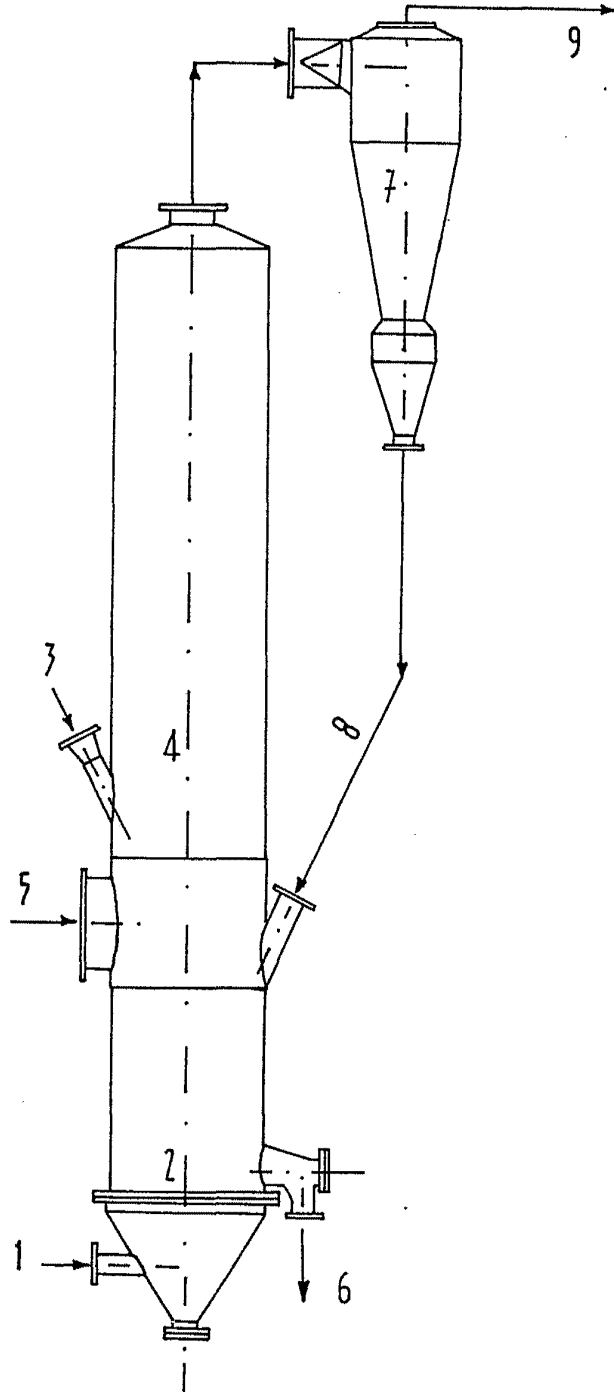


FIGURA n°1

For Poster