


406407
5 SE


PATENTE DE INVENCION

O.Z. 523

406407

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA DESHIDRATAACION DE HIDRATOS
DE FLUORURO DE ALUMINIO

Solicitante OESTERREICHISCHE STICKSTOFFWERKE AG., entidad
austriaca, residente en Postfach 296, A-4021
LINZ, Austria.

F. C. 28-4-75

Int. Cl.²: C01B

En la cristalización de fluoruro de aluminio, a partir de soluciones acuosas, se obtienen hidratos de este fluoruro, principalmente trihidrato de aluminio, los cuales deben deshidratarse entonces bajo calentamiento.

5. La deshidratación bajo calentamiento requiere -



5. temperaturas relativamente altas, es decir, de hasta 600°C, implicando la dificultad de que se puedan presentar facilmente considerables pérdidas de fluoruro, especialmente cuando el producto a deshidratar está expuesto, durante un tiempo prolongado, a una atmósfera de fuertes contenidos en vapor de agua.

10. En la Memoria de Patente Austriaca No. 217.009, se describe un procedimiento para la calcinación de fluoruro de aluminio, en el que apenas se presentan pérdidas de fluoruro, obteniéndose como mínimo un fluoruro de aluminio del 96%. Este procedimiento, que se sirve preferentemente de una calcinación en lecho turbulento, se basa en que el fluoruro de aluminio se lleva, en el espacio de pocos segundos, a la temperatura de deshidratación necesaria. En caso de ejecutarlo en varias etapas, se puede conseguir la temperatura necesaria para cada etapa dentro de los pocos segundos requeridos.

15. El procedimiento según la Memoria de Patente Austriaca No. 217.009 se puede ejecutar, con mucha ventaja, por ejemplo, en un horno de lecho turbulento, calentado con los llamados tubos de chorro de camisa, los cuales son tubos equipados con quemadores de recuperación calentados por gas. (Memoria de Patente Austriaca No. 285.533). Otra construcción de un horno de lecho turbulento, descrita en la Memoria de Patente Austriaca No. 285.536, se sirve de un calentamiento por medio de gases de humo que fluyen por tubos en forma de U.

20. Todas estas construcciones de hornos son relativamente caras, sobre todo cuando se deben diseñar para grandes capacidades de plantas, y no son siempre fáciles de dominar. Por lo tanto existía la necesidad de encontrar una solución técnicamente mas sencilla, sobre todo para la deshidratación

25.

30.



406407

del trihidrato de fluoruro de aluminio hasta la etapa del semihidrato, que se realiza ya con temperaturas de 200 hasta 300°C aproximadamente.

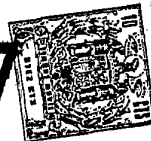
5. En la DOS 1.936.314 se propone, por lo tanto, realizar la deshidratación del trihidrato de fluoruro de aluminio hasta la etapa del monohidrato o semihidrato bajo un movimiento violento en un secador rápido, por ejemplo, un secador de corriente. La deshidratación se realiza aquí nuevamente es un estado turbulento bajo un calentamiento rápido del producto. Sin embargo, la desventaja del secador de corriente se encuentra en una desintegración de granos relativamente fuerte, que debe aceptarse, pero que dificulta considerablemente la siguiente deshidratación completa en el lecho turbulento. En esta literatura se defiende además la opinión de que una deshidratación lenta solo es posible cuando se deshidrata el producto en lechos fijos relativamente delgados, de modo -

10. que el vapor de agua que se forma continuamente pueda salir libremente. Sin embargo, el trabajo en un lecho fijo es demasiado costoso para grandes cantidades de producción.

15. Ahora se ha podido descubrir que la deshidratación de hidratos de fluoruro de aluminio, especialmente del trihidrato de fluoruro de aluminio, hasta obtener un contenido en agua inferior al 10 % correspondiente a la etapa de semihidrato, es posible en un aparato técnicamente sencillo y sin tener que mantener la exigencia de un tiempo de calentamiento extremadamente corto o necesitar un calentamiento en un lecho fijo, si se emplea una calcinación en un ya conocido secador de platos, manteniéndose entonces unas condiciones de procedimiento determinadas.

25. Por consiguiente, el objeto de la presente inven-

30.



- ción es un procedimiento para la deshidratación de hidratos de fluoruro de aluminio, especialmente de trihidrato de fluoruro de aluminio, en dos etapas, bajo calentamiento, realizando en la primera etapa una deshidratación del producto hasta un contenido en agua del 10 % en peso como máximo, caracterizado porque la deshidratación se realiza en la primera etapa de deshidratación en un secador de platos, en el que se calienta el producto en un tiempo comprendido entre 10 y 20 minutos, con una temperatura de platos de 240 hasta 280°C, en varias etapas, hasta la temperatura final de 190 hasta 220°C, mientras que el vapor de agua producido es evacuado continuamente, por aire caliente alimentado, de la zona de deshidratación dimensionada de modo que la atmósfera por encima del producto, que está a una temperatura superior a 190°C, muestra un contenido en agua del 6 % en peso como máximo, no rebasando el contenido en agua el 22 % en peso en los vahos de la primera etapa de deshidratación allí colectados y que salen de las distintas etapas de calentamiento, deshidratándose a continuación el producto, obtenido después de un período de residencia total de 30 minutos como máximo en la primera etapa de deshidratación, de manera en sí conocida prácticamente por completo en un lecho turbulento, a temperaturas de hasta 600°C.
- Preferentemente, se deseará obtener una concentración de vapor de agua de 10 hasta 14 %, ya que en este caso se puede distribuir la cantidad de aire uniformemente sobre todos los platos, lo que es técnicamente favorable. Así, se puede renunciar a la instalación de complicadas instalaciones de medición y distribución para el aire de barrido.
- En las instalaciones de secado especialmente gran-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

406407



des puede ser mas favorable, por razones económicas y debido al tiempo constructivo del secador de platos, aumentar el porcentaje de vapor de agua en los vahos colectados hasta el 22 %, pero representando el 22 % un valor máximo.

5. En la práctica se considera conveniente un contenido en vapor de agua comprendido entre 17 y 20 %, en secadores de este tipo.

10. Sin embargo, este modo de operar requiere una distribución distinta del aire de barrido por encima de los platos, para que el porcentaje de vapor de agua en la atmósfera por encima del producto, calentado como mínimo a 190°, no rebase el 6 %.

15. Con el fin de evitar una posible entrada del aire húmedo desde los platos superiores al producto sensible, se recomienda la instalación de fondos separadores en el secador de platos. Así, se puede evitar un reflujo y sobre el fluoruro de aluminio pasa, en la zona de temperatura crítica, sólo aire con una humedad inferior al 6 %.

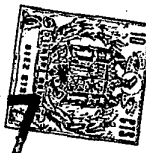
20. Para la ejecución del procedimiento de invención - son apropiados los secadores de platos del tipo constructivo usual, que se componen en la mayoría de los casos de varios platos uno dispuesto detrás del otro, por los que pasa el producto según su orden. Con ello se puede realizar muy bien el calentamiento en varias etapas de temperatura, hasta la temperatura de 190 a 220°C. Este calentamiento en etapas es esencial para el éxito del procedimiento de la invención, ya que la mayor cantidad de agua sale entonces con una temperatura inferior a 190°C en la que un mayor contenido en vapor de agua en la atmósfera no tiene influencia perjudicial. Sólo al alcanzar una temperatura de 190°C se debe prestar atención a que el con

25.

30.

**POOR
QUALITY**

406407



- tenido en vapor de agua por encima del producto no rebase el 6 %, como ya se ha dicho. Convenientemente, se elige la cantidad alimentada del producto a calcinar y el período de residencia dentro de las distintas etapas del secador de platos, en el margen del tiempo de permanencia total de 30 minutos como máximo, de modo que el producto, al alcanzar una temperatura del producto de 190°C, tenga solo ya un 12 % de agua aproximadamente. Entonces, la concentración máxima del vapor de agua del 6 % por encima de este producto se puede realizar sin tener que alimentar grandes cantidades de aire no económicas, sobre todo también cuando la cantidad de aire es distribuida uniformemente sobre todos los platos, lo que es técnicamente preferible. El contenido en vapor de agua admitido como máximo con el 22 % en los gases de evacuación es un valor de experiencia, con cuyo mantenimiento, considerando las demás temperaturas e indicaciones de tiempo, es todavía posible operar de un modo satisfactorio.

- El AlF_3 , obtenido según el procedimiento de la invención, con un contenido remanente en agua inferior al 10 % se puede deshidratar entonces prácticamente por completo de manera usual en un reactor de lecho turbulento, por ejemplo, en uno del tipo según la Memoria de Patente Austriaca No. 285.533, debiendo prestar aquí atención a que la temperatura de deshidratación se alcance dentro de pocos segundos.

- La ejecución del procedimiento de la invención se explica con mas detalle a base del siguiente ejemplo.

EJEMPLO

- En un secador de platos, calentado por aceite térmico, con 5 platos y una superficie total de intercambio de calor de $3,8 \text{ m}^2$, se alimentan, por hora, 48,8 kgs. de trihi-

POOR
QUALITY

406407



5. drato de fluoruro de aluminio, con un contenido en agua total del 46 %. La temperatura de los platos era de 270°C, el vapor de agua se evacuó por medio de aire de una temperatura de 300°C, del que se consumieron en total 140 Nm³/hora, habiendo estado distribuido uniformemente el aire sobre todas las cinco etapas. El contenido en agua en los gases de salida colectados era del 9,4 % en peso. Después de 15 minutos de residencia en el secador, el producto alcanzó la temperatura final de 190°C encontrándose en el tercer plato. La atmósfera que estaba por encima tenía un contenido en vapor de agua del 4,8 %.

10. Con un tiempo de residencia total de 30 minutos se obtuvieron, por hora, 29,4 kgs. de fluoruro de aluminio con un contenido en agua del 8,7 %.

15. El producto así obtenido se deshidrató a continuación por completo en un horno de lecho turbulento, calentado por tubos de chorro de camisa, a una temperatura de 550°C. Por hora, se obtuvieron 26,8 kgs. de producto con un contenido en AlF₃ del 97,5 %.

20. N O T A

25. 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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Austria con los números A 7718/71 de 6 de setiembre de 1971, y A 1100/72 de 11 de febrero de 1972, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido inven-

30.

Handwritten signature or initials.

406407

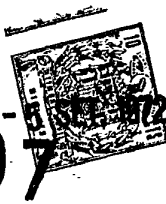


to y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA DESHIDRATACION DE HIDRATOS DE FLUORURO DE ALUMINIO, caracterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- Procedimiento para la deshidratación de hidratos de fluoruro de aluminio, especialmente de trihidrato de fluoruro de aluminio, en dos etapas, bajo calentamiento, realizando en la primera etapa una deshidratación del producto hasta un contenido en agua del 10 % en peso como máximo; ca-
10. racterizado porque la deshidratación se realiza en la primera etapa de deshidratación en un secador de platos, en el que se calienta el producto en el espacio de 10 a 20 minutos con una temperatura de platos de 240 hasta 280°C, en varias etapas, hasta la temperatura final de 190 hasta 220°C, mientras que el
15. vapor de agua producido es evacuado continuamente, por aire caliente alimentado, de la zona de deshidratación, dimensionada de modo que la atmósfera por encima del producto, que está a una temperatura superior a 190°C, muestra un contenido
20. en agua del 6 % en peso como máximo, no rebasando el contenido en agua el 22 % en peso en los vahos de la primera etapa de deshidratación allí colectados y que salen de las distintas etapas de calentamiento, deshidratándose a continuación el producto, obtenido después de un período de residencia total de 30 minutos como máximo en la primera etapa de deshidra-
25. tación, de forma prácticamente completa en un lecho turbulento, a temperatura de hasta 600°C.

30. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se efectúa una distribución del aire de barrido prácticamente uniforme por encima de los platos, obteniéndose un porcentaje de vapor de agua del 10 al 14 % en los

406407



vahos recogidos.

5. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se efectúa una distribución diferente de la cantidad de aire de barrido por encima de los platos y se obtiene un porcentaje de vapor de agua entre el 15 y el 20 % en los vahos recogidos.

4ª.- Procedimiento para la deshidratación de hidratos de fluoruro de aluminio, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, - 5 SET. 1972

OESTERREICHISCHE STICKSTOFFWERKE AG.,

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. Firmado: L. Gaeta Fernández