

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

24 ABR. 1978

NUMERO	461616	10 A1
FECHA DE PRESENTACION	16 ABR. 1977	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 26 36 854.7	16.8.76	Rep. Federal Alemana.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C01F	

52 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA LA DESCOMPOSICION TERMICA DE CLORURO DE ALUMINIO HEXAHIDRATADO.

71 SOLICITANTE (S)

ALUMINIUM PECHINEY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

28 rue de Bonnel, 69003 LYON, Francia.

72 INVENTOR (ES)

Lothar Reh, Ing., Ludolf PLASS, Ing, Philippe MARCHESSAUX, Ing.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

La invención se refiere a un procedimiento para la disociación térmica de hidrato de cloruro de aluminio, con calcinación a óxido de aluminio, empleando un reactor de capa turbulenta con capa de turbulencia fuertemente ahuecada (reactor de calcinación) que presenta una disminución de la concentración de sólidos desde abajo hacia arriba, así como extracción de los sólidos junto con los gases por la parte superior de la cuba, poniéndose el clorohidrato de aluminio alimentado antes de su introducción en el reactor de calcinación en contacto con gases y después alimentándose al reactor de calcinación, los sólidos extraídos con los gases por la parte superior de la cuba del reactor de calcinación se separan y, como mínimo parcialmente, se reciclan al reactor de calcinación, óxido de aluminio terminado de calcinar se alimenta a un refrigerador de capa turbulenta que se acciona con gas oxigenado como gas de fluidificación, como mínimo una parte del gas de fluidificación calentado que sale del refrigerador de capa turbulenta se alimenta al reactor de calcinación como gas secundario por encima del distribuidor de gas y el calentamiento del reactor de calcinación se efectúa mediante alimentación de combustible en la zona entre el distribuidor de gas y el gas secundario.

Para la disociación térmica de hidrato de cloruro de aluminio se conoce, además del procedimiento en la capa de turbulencia "clásica", esto es con un estado de distribución en el que una fase densa está separada por un claro salto de peso específico del espacio de gas o de polvo que se encuentra por encima (publicaciones alemanas DOS 1 667 195, y DOS 2 261 083), también uno que utiliza una así llamada capa de turbulencia fuertemente expandida (publicación alemana DOS

1 767 628). Aquí se encuentran los estados de distribución sin una capa límite superior definida, que se obtiene cuando se ajusta una velocidad de gas considerablemente superior a la permisible para mantener una capa de turbulencia clásica, y en la que los sólidos serían rápidamente arrastrados por el gas fuera del reactor si no se alimentase continuamente nuevo material. La concentración de sólidos es inferior que en el lecho, pero considerablemente superior a la del recinto de polvo en una capa de turbulencia clásica. No existe un salto de pesos específicos entre la fase densa y el recinto de polvo que se encuentra por encima, pero sin embargo, dentro del reactor, la concentración de sólidos disminuye en forma continua desde abajo hacia arriba.

Con el procedimiento de la publicación alemana DOS 1 767 628 se logra especialmente un muy amplio aprovechamiento del calor de los gases de salida y de los sólidos extraídos, lográndose así un máximo aprovechamiento del combustible, es decir, un índice de consumo térmico óptimo. La combustión en dos etapas, esto es primeramente solo con gas de fluidificación en forma sub-estoyométrica en la zona de alta densidad de dispersión, después en presencia de gas secundario en forma estoyométrica o bien sólo ligeramente sub-estoyométrica, evita los sobrecalentamientos de distintas zonas de la capa de turbulencia. Son posibles una alta constancia de temperatura y una regulación exacta de la misma.

A pesar de estas grandes ventajas presenta este procedimiento conocido, en su aplicación para la disociación de hidrato de cloruro de aluminio, una desventaja cuando, por razones técnicas de reacción, por ejemplo, debido a transformaciones de fases o para lograr altas purezas en el producto,

se precisan de altos tiempos de residencia mínimos del óxido de aluminio formado en el sistema reactor. Si bien también en los procedimientos conocidos se puede lograr un tiempo de residencia mínimo alto mediante aumento de la altura del horno, sube por ello sin embargo la pérdida de presión en el reactor de capa de turbulencia y con ello las necesidades de energía.

Según una proposición anterior, no perteneciente al actual estado de la técnica, se evita esta desventaja introduciendo los sólidos separados del gas en un reactor de tiempo de residencia, fluidificado con reducida velocidad del gas, reciclando una corriente parcial de sólidos para ajustar una densidad determinada de la suspensión en el horno de capa turbulenta y alimentando una ulterior corriente parcial, después de un tiempo de residencia suficientemente largo, al enfriador del lecho fluidificado. La realización del procedimiento se efectúa por lo tanto en un sistema formado esencialmente por un reactor de capa turbulenta y un reactor de tiempo de residencia, que forma la pieza núcleo del procedimiento, adjudicándose las distintas fases de la reacción total en forma correspondiente a las necesidades técnicas de reacción de ambos reactores. La etapa del calentamiento de las partículas, consumidora en el proceso de disociación de la parte principal de las necesidades de calor, se efectúa en el reactor de capa turbulenta (reacción principal). El logro de una calidad de producto definitiva, que con respecto a la reacción principal precisa un tiempo de reacción comparativamente más largo (reacción ulterior), por ejemplo, a base de transformaciones de fases o procesos de difusión, y que solo precisa de una alimentación de calor reducida, se efectúa enton-

ces en el reactor de tiempo de residencia.

5 La única desventaja de este procedimiento más antiguo es que, debido a las necesidades de energía previamente dadas y con ello las necesidades en combustible y los gases oxigenados necesarios para la combustión, se obtiene un gas de salida cuya concentración en hidrógeno clorado con elevados volúmenes del gas es comparativamente reducido y por lo tanto hace necesarias instalaciones de absorción aparativamente costosas y grandes cantidades de refrigerante para la evacuación del calor del gas de salida.

10 En comparación con el estado de la técnica conocido por la publicación alemana DOS 1 767 628 hay que agregar a esta desventaja que en la calcinación a óxido de aluminio, debido al elevado tiempo de residencia necesario, se ha de aceptar un considerable gasto de energía por la frecuente recirculación de los sólidos.

15 El cometido de la invención es poner a disposición un procedimiento que evite las desventajas conocidas, especialmente las antes mencionadas, y con alta calidad en el óxido de aluminio producido forme un gas de salida con un contenido en hidrógeno clorado comparativamente alto.

20 El cometido se soluciona desarrollando el procedimiento de la clase inicialmente mencionada, conforme a la invención, liberando el hidrato de cloruro de aluminio en estado fluidificado por calentamiento indirecto (reactor disociador 4) como mínimo en su parte principal de hidrógeno clorado, introduciendo el cloruro de aluminio disociado en su parte principal en el reactor de calcinación 6, introduciendo los sólidos separados del gas después de su salida de la cuba del reactor de calcinación 6 en un reactor de tiempo de

residencia 24 fluidificado con reducida velocidad del gas, retornando en forma controlada una corriente parcial de sólidos para ajustar una densidad determinada de la suspensión en el reactor de calcinación 6 y alimentando una ulterior corriente parcial después de un tiempo de residencia suficientemente largo en el refrigerador de capa de turbulencia 28.

El estado de turbulencia, en el que por el calentamiento indirecto se disocian como mínimo la parte principal de hidrógeno clorado, puede corresponder al de una capa de turbulencia clásica, preferentemente con una densidad media de la suspensión de 500 a 1000 kg/m³ y una velocidad del gas de turbulencia inferior a 0,8 m/seg, o también a una capa de turbulencia inferior a 0,8 m/seg, o también a una capa de turbulencia expandida con reciclado de sólidos (capa de turbulencia circulante) preferentemente con una densidad media de la suspensión de 50 hasta 400 kg/m³ y una velocidad del gas de turbulencia de 1,5 a 5 m/seg.

Una ventaja del empleo de una capa de turbulencia clásica consiste en los elevados índices de transición de calor, debido a la alta densidad de la suspensión. Una desventaja es que, debido a la reducida intensidad de la turbulencia, se pueden presentar fenómenos de recalentamiento en las proximidades de las superficies de calefacción. Al emplear un lecho de turbulencia expandido, con recirculación de sólidos, se evitan con seguridad los fenómenos de un calentamiento excesivo. Además se compensa ampliamente la desventaja de los índices de transición de calor más reducido debido a la posibilidad de una alta proporción de circulación.

La velocidad de gas de turbulencia antes mencionada se refiere a la velocidad efectiva del gas que se obtiene

en la disociación indirecta. Se compone esencialmente de una mezcla del gas de fluidificación empleado, del vapor formado por la humedad y el agua de cristal introducidos y del hidrógeno clorado que se forma por la reacción química del cloruro de aluminio así como evaporación del hidrógeno clorado físicamente adherido. La velocidad de gas vale para el reactor de disociación libre de material de turbulencia.

Para el servicio del lecho turbulento se pueden emplear, en caso dado, gases externos previamente calentados. Especialmente ventajoso es emplear, sin embargo, los gases de salida del reactor de calcinación. Si se efectúa la disociación de la parte como mínimo predominante del hidrógeno clorado bajo empleo de una capa de turbulencia clásica se recomienda emplear los gases como gases secundarios alimentados por encima de las superficies del lecho y bajar previamente su temperatura. Esto se efectúa, en ulterior desarrollo ventajoso de la invención, poniendo el gas de salida del reactor de calcinación, en intercambio térmico directo, en contacto con cantidades adecuadas de hidrato de cloruro de aluminio fresco. Si la disociación del hidrógeno clorado se efectúa empleando una capa de turbulencia en circulación no se precisa un enfriamiento del gas, que se puede alimentar como gas de fluidificación y/o gas secundario. Si se desea una disminución de la temperatura, esto se realizará convenientemente en intercambiadores en suspensión que poseen una zona de suspensión, por ejemplo, un arremolinador de venturi y en caso dado una zona de separación en forma de un ciclón.

El calentamiento indirecto del reactor de disociación se efectúa convenientemente por superficies de calefacción colgadas en el reactor que están unidas con portadores de

calor líquidos, tales como fusiones, salinas o aceites. Son especialmente ventajosas las paredes de tubos que están unidas por chapas conductoras (tubos de aletas). Al emplear una capa de turbulencia clásica se recomienda el montaje de las paredes de tubos de manera que resulte una disposición horizontal de los tubos, al emplearse una capa de turbulencia en circulación, por razones de una erosión más reducida, una disposición vertical de los tubos. La alimentación del portador de calor, gas de fluidificación, en caso dado gas secundario así como hidrato de cloruro de aluminio y en caso dado su proporción de recirculación, se deberán ajustar aquí entre sí de manera que, según un desarrollo preferente de la invención, la temperatura de la capa del material en turbulencia se encuentre entre 200 y 400°C.

El tiempo de residencia del material en turbulencia se seleccionará convenientemente de manera que se disocie aproximadamente un 70 hasta 95% del cloruro.

Del reactor de disociación se extrae continuamente una corriente de material en turbulencia y se introduce en el reactor de calcinación. Aquí se calientan muy rápidamente las partículas que tienen una granulometría de 20 a 300 μm (referido a la granulometría media $d_p 50$), debido a las altas temperaturas existentes y disocian, debido a su superficie específica alta, muy rápidamente el cloruro restante bajo cesión de hidrógeno clorado. Esto se ha realizado esencialmente ya después de abandonar el primer reactor de calcinación y antes de su entrada en el reactor de residencia. El rápido calentamiento es la consecuencia de una alimentación de calor intensa, dada por el estado de turbulencia existente en el reactor de calcinación, donde, teniendo en consideración

la combustión suave, ya que se realiza en dos etapas, el total próximo a lo estequiométrico, simultáneamente se protege del producto. Como las transformaciones de fase que se presentan en la calcinación del óxido de aluminio exigen relativamente poca energía, pero sin embargo altos tiempos de residencia, se efectúan entonces económicamente en el reactor de tiempo de residencia tanto cuidando el producto como los aparatos.

Del reactor de residencia se recicla justamente tanto sólido como sea necesario para ajustar el peso específico de la suspensión en el reactor de calcinación y en caso dado para evitar diferencias de temperatura dignas de mención en el sistema total de reactor de calcinación/reactor de residencia.

Preferentemente se seleccionan las condiciones de servicio en el reactor de calcinación y el reciclado de sólidos desde el reactor de residencia, teniendo en consideración el nuevo material alimentado, de manera que en la zona entre el distribuidor de gas y la tubería de gas secundaria resulte una densidad media de la suspensión de 20 a 300 kg/m³, y en la zona por encima de la tubería de gas secundario una de 1 hasta 20 kg/m³.

Bajo las condiciones antes mencionadas existe en el reactor de calcinación una pérdida de presión de unos 250 hasta 900 mm con una de agua.

En la definición de estas condiciones de servicio para el reactor de calcinación respecto a las características de Froude y Arquímedes se obtienen los siguientes márgenes:

$$0,1 < \frac{3}{4} \cdot Fr^2 \cdot \frac{\rho_g}{\rho_k - \rho_g} < 10$$

ó bien

$$0,1 < Ar < 100,$$

donde

$$Ar = \frac{d_k^3 \cdot g (\rho_k - \rho_g)}{\rho_g \cdot \gamma^2}$$

5 significan:

Fr el índice Froude

Ar el índice Arquímedes

ρ_g el peso específico del gas en kg/m^3

g la constante de gravitación en m/seg^2 .

10 ρ_k el peso específico de la partícula de sólidos en kg

d_k el diámetro de la partícula esférica en m

γ la tenacidad cinética en m^2/seg .

15 El peso específico de la suspensión en el reactor de residencia es, por el contrario, considerablemente mayor debido a la velocidad del gas de fluidificación más reducida, que esencialmente ha de producir solo una mezcla del sólido. Para aprovechar la utilidad total del reactor de residencia deberá ser el peso específico de la suspensión superior a $600 kg/m^3$.

20 En la definición con respecto a Froude y Arquímedes se obtiene el mismo margen del índice de Arquímedes como en el reactor de calcinación y un índice de Froude correspondiente a

$$\frac{3}{4} \cdot Fr^2 \cdot \frac{\rho_s}{\rho_k - \rho_g} < 5 \cdot 10^{-3}$$

5 Las dimensiones del reactor de calcinación y del reactor de residencia con relación entre sí se determinan esencialmente por el tiempo de residencia total medio necesario para la producción de una calidad de producto determinada. Por lo general es ventajoso ajustar el tiempo de residencia medio de los sólidos en el reactor de calcinación a 10 hasta 30 minutos y en el reactor de residencia a 2 hasta 10 veces el tiempo anterior.

10 Para la definición del tiempo de residencia medio en el reactor de calcinación se incluye la cantidad de sólidos reciclados desde el reactor de residencia y se calcula de la suma de los pesos específicos de la suspensión medios en ambos reactores, referido a la cantidad de producto por hora. 15 La selección de las cantidades del gas de fluidificación y gas secundario, especialmente sin embargo la distribución de ambas corrientes de gas y el nivel de la alimentación de gas secundario dan posibilidades de regulación adicionales.

20 En un ulterior desarrollo preferente de la invención se alimenta el gas secundario en una magnitud que se encuentra en un 10 hasta 30% de la altura total del reactor de calcinación. La proporción cuantitativa del gas secundario alimentado al reactor de calcinación, con respecto al gas de fluidificación, se ajusta convenientemente en 10:1 hasta 1:2.

25 Siempre que para ajustar el peso específico de la suspensión necesario en el reactor de calcinación se precise solo un reducido reciclado de sólidos desde el reactor de resi-

dencia, pero se desee un tiempo de residencia total comparativamente largo, es conveniente calentar el reactor de residencia mediante alimentación directa de combustible.

5 Con respecto a la temperatura en el sistema la circulación no sirve entonces para el cubrimiento total, y por ejemplo, de las pérdidas por irradiación del reactor de residencia, sino solamente para la regulación fina.

10 Después de un tiempo de residencia suficientemente largo se alimenta una corriente parcial de sólidos a un refrigerador con capa turbulenta que, convenientemente, presenta varias cámaras de refrigeración a ser fluídas consecutivamente. Los gases de fluidificación oxigenados empleados para mantener el estado de servicio se alimentan como mínimo parcialmente al reactor de calcinación como gas secundario. El refrigerador de capa de turbulencia puede estar dotado adicionalmente de registros de refrigeración sumergidos en las cámaras, donde se calienta, por ejemplo, gas de fluidificación para el reactor de calcinación y, en caso dado, para el reactor de residencia.

15 20 Las cantidades de gas alimentadas a los reactores se seleccionan convenientemente de manera que en el reactor de calcinación exista una velocidad del gas turbulenta de 3 a 15 m/seg, preferentemente 4 hasta 10 m/seg, y en el reactor de residencia una velocidad del gas de turbulencia de 0,1 hasta 0,3 m/seg, en cada caso referido al reactor vacío.

25 30 Las temperaturas de trabajo en el reactor de calcinación y en el reactor de residencia son arbitrarias entre amplios límites y dependen esencialmente en la calidad de producto deseada. Se pueden encontrar en una zona desde unos 650 hasta 1050°C.

Como gas de fluidificación y gas secundario, que en todos los casos ha de contener oxígeno, se puede emplear el aire. Para obtener una concentración especialmente alta de hidrógeno clorado en el gas de salida es ventajoso emplear como gas de fluidificación y/o como gas secundario gases ricos en oxígeno, preferentemente con contenidos en oxígeno hasta 70 volúmen-%.

Los gases de salida son purificados de los sólidos arrastrados, antes de la absorción del hidrógeno clorado allí contenido, convenientemente en un filtro eléctrico o en un lavado de venturi.

La invención se explica con más detalle a base de las figuras y de los ejemplos de ejecución.

Las figuras 1 a 4 representan cuatro desarrollos del procedimiento de la presente invención en forma de cuatro representaciones esquemáticas.

En la figura 1 se alimenta el hidrato de cloruro de aluminio a través del dispositivo alimentador 1 y la báscula de banda de dosificación 2, a través de la tubería 3, al reactor de capa de turbulencia 4. Una corriente parcial se puede dosificar en caso dado directamente a través de la tubería 5 al reactor de calcinación 6. El reactor de capa de turbulencia 4 está diseñado como capa de turbulencia circulante con separador 7 y tubería de reciclado 8. Sus superficies de calentamiento 9 se calientan a través de un circuito de portador de calor cerrado 10 con el dispositivo de calentamiento 11. Como gas de fluidificación sirve opcionalmente en el dispositivo calentador 11 gases precalentados, y gases retornados a través de la tubería 12 de la tubería de gas de salida 18 o gases alimentados a través de la tubería 13 que provie-

nen del sistema de circulación reactor de calcinación 6/reactor de residencia 24. En caso dado puede servir como gas secundario el gas de salida del sistema de circulación antes mencionado alimentado a través de la tubería 14. El gas de salida del reactor del lecho de turbulencia 4 llega a través de la tubería 15 a un filtro eléctrico 16 y finalmente a la tubería de gas de salida 18 provista de una soplante 17, que conduce a la instalación para la absorción del hidrógeno clorado (no representada). El polvo separado en el filtro eléctrico 16 se retorna a través de la tubería 19 al reactor de capa de turbulencia 4.

De la capa de turbulencia 4 circulante se alimenta una corriente parcial de cloruro de aluminio parcialmente disociado a través del ciclón y la tubería 20 al reactor de calcinación 6. El reactor de calcinación 6 se acciona con gas de fluidificación alimentado a través de la tubería 21 y gas secundario alimentado a través de la tubería 22. El combustible, que especialmente se compone de aceite de calefacción o gas de calefacción, se alimenta a través de las lanzas 23.

Los sólidos extraídos por las condiciones de servicio existentes del reactor de calcinación 6 se separa del gas en la zona superior del reactor de residencia 24 y llega a la zona débilmente fluidificada inferior por la alimentación de gas a través de la tubería 25. El reciclado controlado de los sólidos al reactor de calcinación 6 se efectúa a través de la tubería 26, la extracción del óxido de aluminio terminado de calcinar a través del dispositivo de extracción 27. Esta corriente parcial se alimenta al refrigerador de capa de turbulencia 28 que se fluidifica con gas que contiene oxígeno alimentado a través de la tubería 29. El gas que aban-

5 dona el refrigerador de capa de turbulencia a través de la tubería 30 impulsa el óxido de aluminio calcinado, extraído a través de la tubería 27, neumáticamente al ciclón 31. El óxido allí separado se alimenta, a través de una tubería 32, al refrigerador de capa de turbulencia 28. El gas calentado llega, a través de la tubería 22, como gas secundario al reactor de calcinación 6.

10 Además del enfriamiento directo del óxido de aluminio se efectúa un enfriamiento indirecto mediante las superficies de refrigeración 33 y 34. Como gas de fluidificación sirven los gases oxigenados impulsados a través de la tubería 35 y soplante 36 a la superficie de refrigeración 33 y allí calentados para el reactor de calcinación 6, y los gases oxigenados impulsados a través de la tubería 37 y soplante 38 en 15 la superficie de refrigeración 34 y allí calentados como gas de fluidificación al reactor de residencia 24. El óxido de aluminio enfriado se extrae finalmente a través de la tubería 39.

20 La ejecución de la invención según la figura 2 se diferencia de la de la figura 1 esencialmente porque el reactor de capa de turbulencia 4 se acciona en forma "clásica". Por lo tanto se suprime aquí el separador para los sólidos extraídos de la capa de turbulencia circulante del reactor de capa de turbulencia y en la tubería de retorno al reactor de 25 capa de turbulencia 4. Los sólidos pasan después de un tiempo por residencia suficientemente largo en el reactor de capa de turbulencia 4, a través de la tubería 20, al reactor de calcinación 6.

30 Otra diferencia consiste en que los gases de salida del sistema de circulación compuesto del reactor de calcinación 6,

reactor de residencia 24 y tubería de retorno 26 antes de entrar en el reactor de capa de turbulencia 4 se ponen en contacto con hidrato de cloruro de aluminio fresco en un intercambiador de suspensión 40, enfriándose así a una temperatura adecuada.

Por lo demás, también aquí se puede fluidificar el reactor de capa de turbulencia 4 opcionalmente con los gases calentados en el dispositivo calentador 11 o los gases reciclados a través de la tubería 12 de la tubería de gas de salida 18. Los demás flujos de sólido y de gas son idénticos a los de la figura 1.

La diferencia más destacada de las formas de ejecución según las figuras 3 y 4 con respecto a aquellas de la figura 1 y la figura 2 consiste en que los flujos de gas de salida se evacúan del reactor de calcinación 6, por una parte, y del reactor de capa de turbulencia 4, por otra parte, en forma independiente a través de las tuberías 43 ó bien 18.

El reactor de capa de turbulencia 4 empleado según la figura 3 y accionado como capa de turbulencia circulante se acciona con gas de salida de la tubería 14 que se evacúa a través de la tubería 12 y se introduce en el reactor de capa de turbulencia 4 como gas secundario a través de la tubería 45. En caso dado se puede emplear, con soplante independiente, una corriente parcial también a través de la tubería 44 como gas de fluidificación. Una parte del hidrato de cloruro de aluminio fresco se alimenta, como en la figura 2, a un intercambiador de suspensión 40, se suspende en el gas de salida del sistema de circulación y se separa del gas en dos ciclones 41 conectados a continuación. Llega entonces a través de la tubería 46 al reactor de capa de turbulencia 4. Los ga-

ses de salida de los ciclones 41 se desvían mediante una soplante 42 a través de la tubería 43. La conexión representada da la posibilidad de ramificar del hidrato de cloruro de aluminio fresco una corriente parcial y alimentarla a través de la tubería 3 directamente al reactor de capa de turbulencia 4. Los demás flujos de sólidos y de gas concuerdan con aquellos de las figuras 1 y figura 2.

En la figura 4 sirve, para la disociación de como mínimo una parte principal del hidrato de cloruro de aluminio, también un reactor de capa de turbulencia 4 accionado en forma clásica. Como en el esquema de flujos de la figura 2 se suprimen también aquí, por lo tanto, el separador de sólidos y la tubería de retorno. El reactor de capa de turbulencia 4 se puede fluidificar también aquí opcionalmente con los gases precalentados en el calentador 11 o con el gas de salida reciclado a través de la tubería 12 de la tubería de gas de salida 18. El hidrato de cloruro de aluminio fresco se introduce en parte, a través de la tubería 3, directamente en el reactor de capa de turbulencia 4, en parte en el intercambiador de suspensión 40 que se acciona con los gases de salida del sistema de circulación formado por el reactor de calcinación 6, el reactor de residencia 24 y la tubería de retorno 26. Desde allí llega el cloruro de aluminio, después de su separación en el separador 41, a través de la tubería 46 al reactor de capa de turbulencia 4. El gas de salida se evacua, después de separar el cloruro de aluminio en el separador 41, mediante la soplante 42 a través de la tubería 43. El modo de servicio del reactor de calcinación 6, el reactor de residencia 24 y el refrigerador de capa de turbulencia 28 concuerdan con aquellas formas de ejecución del esquema de flu-

jos según la figura 1 hasta la figura 3.

Ejemplo 1 (con referencia a la fig. 1)

5 A través del dispositivo de alimentación 1 y la báscu-
la de banda de dosificación 2 se introdujeron por hora 100 t
de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con una humedad superficial de un 15% aproxi-
madamente y un diámetro de gránulos medio dp_{50} de $150 \mu\text{m}$ a
través de la tubería 3 en el reactor de capa de turbulencia
4. La alimentación del material se puede efectuar a través
10 del techo del reactor de capa de turbulencia 4 o lateralmen-
te por la parte inferior. Su diámetro interior era de 4,9 m,
su altura de 16 m.

El reactor de capa de turbulencia 4 se accionó con gas-
ses de salida calientes del sistema de circulación formado
por el reactor de calcinación 6, reactor de residencia 24 y
15 tubería 26, que se obtenían en una cantidad de aproximadamen-
te $16.000 \text{ m}^3 \text{ N/h}$ y que se alimentaron al reactor de capa de
turbulencia 4 a través de la tubería 13 como gas de fluidi-
ficación. El calentamiento del reactor de capa de turbulen-
cia 4 se efectuó con una fusión de la mezcla de cloruro alca-
20 lino que se introdujo a través del circuito 10 con 460°C y
se extrajo con 400°C . El recalentamiento de la fusión se efec-
tuó en el dispositivo calentador 11 mediante combustión de
5900 kg/h de aceite pesado de calefacción ($H_u = 9500 \text{ kcal/kg}$).

25 En el reactor de capa de turbulencia 4 se presentó una
temperatura de 250°C . La velocidad del gas de turbulencia as-
cendió a 2,5 m/seg. Debido a la gran velocidad del gas se ex-
trajo una gran proporción de sólidos, junto con el gas, por la
parte superior del reactor de capa de turbulencia. Después
de la separación en el ciclón separador 7 conectado a conti-
30 nuación llevó una corriente parcial controlada a través de la

tubería 8 al reactor de capa de turbulencia 4, una ulterior corriente parcial al reactor de calcinación 6 a través de la tubería 20. Debido al reciclado de sólidos al reactor de capa de turbulencia 4 y las condiciones de servicio allí seleccionadas se presentó en el reactor de capa de turbulencia 4 un peso específico de la suspensión de aproximadamente 150 kg/m³ y una pérdida de presión de 2400 mm de columna de agua. El tiempo de residencia medio ascendió a 2,4 horas. Debido a las condiciones antes mencionadas se disoció aproximadamente un 90% del cloruro de aluminio.

En el reactor de calcinación 6, que tenía una altura de luz de 15 m y un diámetro interior de 2,2 m se efectuó la disociación total del cloruro de aluminio con calcinación al óxido de aluminio.

Para la fluidificación del reactor de calcinación 6 sirvió aire conducido a través de la tubería 21 y el distribuidor de gas en cantidades de 3144 m³N/h que en el refrigerador de capa de turbulencia 28 mediante el registro de refrigeración 33 se había calentado previamente a unos 500°C. Al reactor de calcinación 6 se le alimentaron 7335 m³N/h de aire después de un calentamiento previo directo en el refrigerador de capa de turbulencia 28 a unos 500°C, a través de los dispositivos 30, 31 y 22 y se introdujeron a 2,5 m por encima del distribuidor de gas en el reactor de calcinación 6 como gas secundario. La proporción entre el gas de fluidificación y el gas secundario ascendió por lo tanto a 1:2,3. En la zona entre el distribuidor de gas y la tubería de aire secundario 22 se inyectaron 1000 kg de aceite de calefacción pesado (H_u 9500 kcal/kg) a través de las lanzas 23. En la zona entre el distribuidor de gas y la tubería de gas secundario

22 era incompleta la combustión. Una combustión más completa se efectuó por encima de la adición del gas secundario con la tubería 22.

5 Los sólidos extraídos del reactor de calcinación 6 se separaron del gas en la parte superior del reactor de residencia 24, llegaron a su parte inferior y formaron allí un lecho arremolinado denso. En la parte inferior cilíndrica tenía el reactor de residencia 24 un diámetro interior de 1,3 m y una altura de 3,5 m.

10 El reactor de residencia 24 se fluidificó con $300 \text{ m}^3/\text{h}$ de aire que en los registros de refrigeración 34 del refrigerador de capa de turbulencia 28 se había calentado previamente a 500°C .

15 Por la circulación de los sólidos en el reactor de calcinación 6 así como el reciclado de los sólidos desde el reactor de residencia 24 a través de la tubería 26 se ajustó en todo el sistema de circulación una temperatura unitaria de 850°C .

20 La distribución del tiempo de residencia total del óxido de aluminio de unos 0,32 h entre el reactor de calcinación 6 y el reactor de residencia 24 se encontró en aproximadamente 1:2,2 (10 minutos en el reactor de calcinación 6, 22 minutos en el reactor de residencia 24). La pérdida de presión en el reactor de calcinación 6 se ajustó a unos 400 mm de columna de agua, La densidad media de la suspensión en la zona entre el distribuidor de gas y la tubería de gas secundario 22 se ajustó a $150 \text{ kg}/\text{m}^3$ y la densidad media de la suspensión por encima de la tubería de gas secundario a $5 \text{ kg}/\text{m}^3$. En el reactor de residencia 24 existía en la zona ocupada por los sólidos una densidad de suspensión de unos $700 \text{ kg}/\text{m}^3$.

25

30

La producción, en un nivel de 18,3 t/h de óxido de aluminio, se extrajo del reactor de residencia 24 a través de la tubería 27, ciclón 31 y tubería 32 y se introdujo en el refrigerador de capa de turbulencia 28. En el refrigerador de capa de turbulencia, que se fluidificó con 7335 m³N/h de aire y se recargó en los registros de refrigeración 33 y 34 con 3144 m³N/h ó bien 300 m³N/h se efectuó un enfriamiento del óxido de aluminio a una temperatura de 100°C. Las corrientes de aire previamente calentadas por calentamiento indirecto a 500°C se alimentaron a la finalidad de empleo antes descrita. A través de la tubería de gas de salida 18 se evacuaron por hora 86.400 m³N de gas con una concentración de hidrógeno clorado de un 31 volumen-%.

Ejemplo 2 (referido a la figura 2)

A través del dispositivo de alimentación 1 y la báscula de banda de dosificación 2 se alimentaron 100 t de AlCl₃ · 6 H₂O con una humedad superficial de aproximadamente un 15% y una granulometría media dp₅₀ de 150 μm. 50 t/h llegaron a través de las tuberías 3 a dos reactores de capa de turbulencia 4 conectados en paralelo de manera que a cada uno le correspondiesen 25 t/h. Estos tenían en cada caso un diámetro de luz de 6,5 m en la zona inferior y una altura total de 17 m. La segunda corriente parcial de 50 t/h se alimentó al arremolinador de venturi 40 y formó con el gas de salida del sistema de circulación de 850°C y 16.000 m³N/h una suspensión de gas/sólidos de 150°C que, a través de la tubería 14, se alimentó al reactor de capa de turbulencia 4 en partes iguales en forma de gas secundario. Para la fluidificación de los reactores de capa de turbulencia 4 se alimentaron en cada caso 3200 m³N/h de gas de salida de la tubería a través

de la tubería 12. El calentamiento de los reactores de capa de turbulencia 4 se efectuó con una fusión de una mezcla de cloruro alcalino que se alimentó a través de circuito 10 con 460°C y se evacuó con 400°C. El calentamiento de nuevo de la fusión se realizó en dispositivo calentador 11 mediante combustión de 5900 kg/h de aceite de calefacción pesado, (H_u 9500 kcal/kg).

En los reactores de capa de turbulencia se presentó en cada caso una temperatura de 250°C y una velocidad del gas de turbulencia de 0,5 m/seg. Debido a las condiciones de servicios seleccionadas en los reactores de capa de turbulencia 4 se presentó una densidad media de la suspensión de unos 500 kg/m³ y una pérdida de presión de 4000 mm de columna de agua. El tiempo de residencia medio era de 7,5 horas. Bajo las condiciones arriba mencionadas se disoció aproximadamente un 90% del cloruro de aluminio.

Los filtros de gas de salida de los reactores de capa de turbulencia 4 se alimentaron a través de la tubería 15 a un filtro eléctrico 16 común donde se desempolvieron. El gas de salida, del que después de un reciclado de un total de 6400 m³N/h a los reactores de capa de turbulencia 4 quedaron 86400 m³N/h, llegó con una temperatura de unos 220°C y un contenido en hidrógeno clorado de un 31 volúmen-% a la instalación de absorción (no representada). Las condiciones de servicio y las dimensiones para el reactor de calcinación 6, el reactor de residencia 24, el refrigerador de capa de turbulencia 28 y los correspondientes grupos correspondían a las del ejemplo 1. La cantidad de producción se encontraba asimismo en 18,3 t/h de óxido de aluminio.

Ejemplo 3 (con referencia a la figura 3)

A través del dispositivo alimentador 1 y la báscula de banda de dosificación 2 se alimentaron por hora 100 t de $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ con una humedad superficial de aproximadamente un 15% y una granulometría media dp_{50} de 150 μm . 50% de la cantidad de alimentación se introdujeron a través de la tubería 3 en el reactor de capa de turbulencia 4 que tenía un diámetro interior de 4,9 m y una altura de 16 m. La segunda corriente parcial de 50% se impulsó a los arremolinadores de venturi 40 y formó con el gas de salida del sistema de circulación de 850°C y 16.000 $\text{m}^3\text{N/h}$ una suspensión de gas/sólidos de 150°C, que se introdujo en los ciclones de separación 41 conectados en serie. El gas de salida, cuya cantidad ascendió a 23600 $\text{m}^3\text{N/h}$ y que presentaba un contenido en hidrógeno clorado de 15 volúmen-% pasó a 150°C a la instalación de absorción (no representada). Los sólidos separados llegaron a través de las tuberías 46 al reactor de capa de turbulencia 4.

El reactor de capa de turbulencia 4 se accionó con gas de salida de la tubería 18 que se retornó a través de la tubería 12 con 25000 $\text{m}^3\text{N/h}$ y se introdujo a través de la tubería 44 como gas de fluidificación. El calentamiento del reactor de capa de turbulencia 4 se efectuó con una fusión de una mezcla de cloruro alcalino que se introdujo a través de circuito 10 con 460°C y se extrajo con 400°C. El recalentamiento de la fusión se efectuó en el dispositivo calentador 11 mediante combustión de aceite de calefacción pesado (5900 kg/h, H_u 9500 kcal/kg).

En el reactor de capa de turbulencia 4 se presentó una temperatura de 250°C. La velocidad del gas de turbulencia ascendió a 2,5 m/seg. Debido a la gran velocidad del gas pasó una elevada proporción de sólidos junto con el gas a la

parte superior del reactor de capa de turbulencia, se separó en el ciclón de separación 7 conectado a continuación, parcialmente se recicló a través de la tubería 8 al reactor de capa de turbulencia 4 y parcialmente se alimentó al reactor de calcinación 6 a través de la tubería 20. Debido al reciclado de sólidos al reactor de capa de turbulencia 4 y las condiciones de servicio allí seleccionadas se presentó en el reactor de capa de turbulencia 4 una densidad media de la suspensión de unos 150 kg/m^3 y una pérdida de presión de 2400 mm con una de agua. El tiempo de residencia medio fué de 2,4 horas. Debido a las condiciones antes mencionadas se disoció aproximadamente un 90% del cloruro de aluminio.

El flujo del gas de salida del reactor de capa de turbulencia 4 se desempolvó después de conducirlo a través de la tubería 15 al filtro eléctrico 16 y, después de dividir una corriente parcial, se alimentó en una cantidad de $62800 \text{ m}^3 \text{N/h}$ con un contenido en hidrógeno clorado de 37 volúmen-% a través de la tubería 18 a la instalación de absorción (no representada).

Las condiciones de servicio y las dimensiones para el reactor de calcinación 6, el reactor de residencia 24, el refrigerador de capa de turbulencia 28 y los correspondientes grupos correspondían a aquellas del ejemplo 1. La cantidad de producción se encontró asimismo hasta 18,3 t/h de óxido de aluminio.

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.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la descomposición térmica de cloruro de aluminio hexahidratado, con calcinación en alúmina por el empleo de un reactor de calcinación de lecho fluidizado fuertemente expandido, en el que reina una disminución de la concentración de materia sólida de abajo hacia arriba y con extracción de las materias sólidas al mismo tiempo que gases en su partes superior, procedimiento según el cual el cloruro de aluminio hexa-hidratado se pone en contacto con gases calientes, antes de su introducción en el reactor de calcinación, y procedimiento según el cual se separan las materias sólidas recogidas con los gases en la parte superior del reactor de calcinación, se reciclan parcialmente estas materias a este reactor, se alimenta en alúmina calcinada un refrigerador de lecho fluidizado por un gas que contiene oxígeno, se envía al reactor de calcinación, por encima del distribuidor de gases, como gas secundario, una parte del gas recalentado por su paso por el refrigerador de lecho fluidizado, y se calienta el reactor de calcinación por aporte de combustible en la zona situada entre el distribuidor de gases y el picado de la canalización de gas secundario, caracterizado porque, por calentamiento indirecto en lecho fluidizado (reactor de descomposición), se descompone la mayor parte del cloruro de aluminio hexa-hidratado, a continuación se introduce en el reactor de calcinación el producto resultante procedente del reactor de descomposición, porque se separa en el reactor con tiempos de residencia las fracciones sólidas y gaseosas procedentes del reactor de calcinación, porque se reenvía, de manera controlada, al reactor de calcinación, una parte de las materias sólidas para establecer en él una concentración determinada de la sus

5

10

15

20

25

30

pensión constituida por el gas y el sólido, porque tras un tiempo de residencia suficientemente largo, se envia al refrigerador de lecho fluidizado la otra parte de las materias sólidas.

5 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se libera el ácido clorhídrico por descomposición en un lecho fluidizado clásico sin recirculación, calentado in directamente y porque se regula preferentemente la densidad me dia de la suspensión a un valor comprendido entre 500 y 1000 kg/m^3 y la velocidad del gas de fluidización a un valor inferior
10 a 0,8 m/s.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se libera el ácido clorhídrico por descomposición en un lecho fluidizado con recirculación, calentado indirectamente y porque se regula preferentemente la densidad media de
15 la suspensión a un valor comprendido entre 50 y 400 Kg/m^3 y la velocidad del gas de fluidización a un valor comprendido entre 1,5 y 5 m/s.

4.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1, 2 y 3, caracterizado porque para entretener el
20 lecho fluidizado, calentado indirectamente, se utiliza el gas procedente del reactor de calcinación.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se atenúa la temperatura de los gases procedentes del reactor de calcinación por contacto directo con una nueva
25 carga de cloruro de aluminio hidratado.

6.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se libera al menos la mayor parte del ácido clorhídrico por descomposición térmica a una temperatura comprendida entre 200 y 400°C.

30 7.- Procedimiento según una o varias de las reivindi

caciones 1 a 6, caracterizado porque en el reactor de descomposición se descompone del 70 al 95% del cloruro de aluminio hexahidratado.

5 8.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque en el reactor de calcinación, se regula la densidad media de la suspensión de 20 a 300 kg/m³ en la zona comprendida entre el distribuidor de gases y el nivel de alimentación en gas secundario y de 1 a 20 kg/m³ en la zona situada por encima de este nivel.


10 9.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque se regula la densidad media de la suspensión en el reactor con tiempos de residencia a un valor superior a 600 kg/m³.

15 10.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque se regula la duración media de residencia de las materias sólidas en el reactor de calcinación a un valor comprendido entre 10 y 30 minutos.

20 11.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque se regula la duración media de residencia de las materias sólidas en el reactor con tiempos de residencia a un valor doble a diez veces mayor que la duración medias de residencia en el reactor de calcinación.

25 12.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque se introduce el gas secundario a un nivel que se situa entre 1/10 y 1/3 de la altura total del reactor de calcinación.

30 13.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque se regula a un valor comprendido entre 10/1 y 1/2 la relación de la cantidad de gas secundario introducida en el reactor de calcinación a la del



gas de fluidización.

5 14.- Procedimiento según una o varias de las reivin-
dicaciones 1 a 13, caracterizado porque se utiliza como gas de
fluidización y/o como gas secundario, gases ricos en oxígeno
que tengan preferentemente un contenido en oxígeno que alcance
como máximo el 70 % en volumen.,

15.- Procedimiento para la descomposición térmica de
cloruro de aluminio hexahidratado, tal y como queda sustancial-
mente descrito en la presente Memoria.

10 Esta Memoria consta de 28 hojas escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid,

16 AGO. 1977

ALUMINIO PECHINEY

I. M. GOMEZ ACEDO Y POMBO

p.p. Firmado: Alejandro Calle López

pg

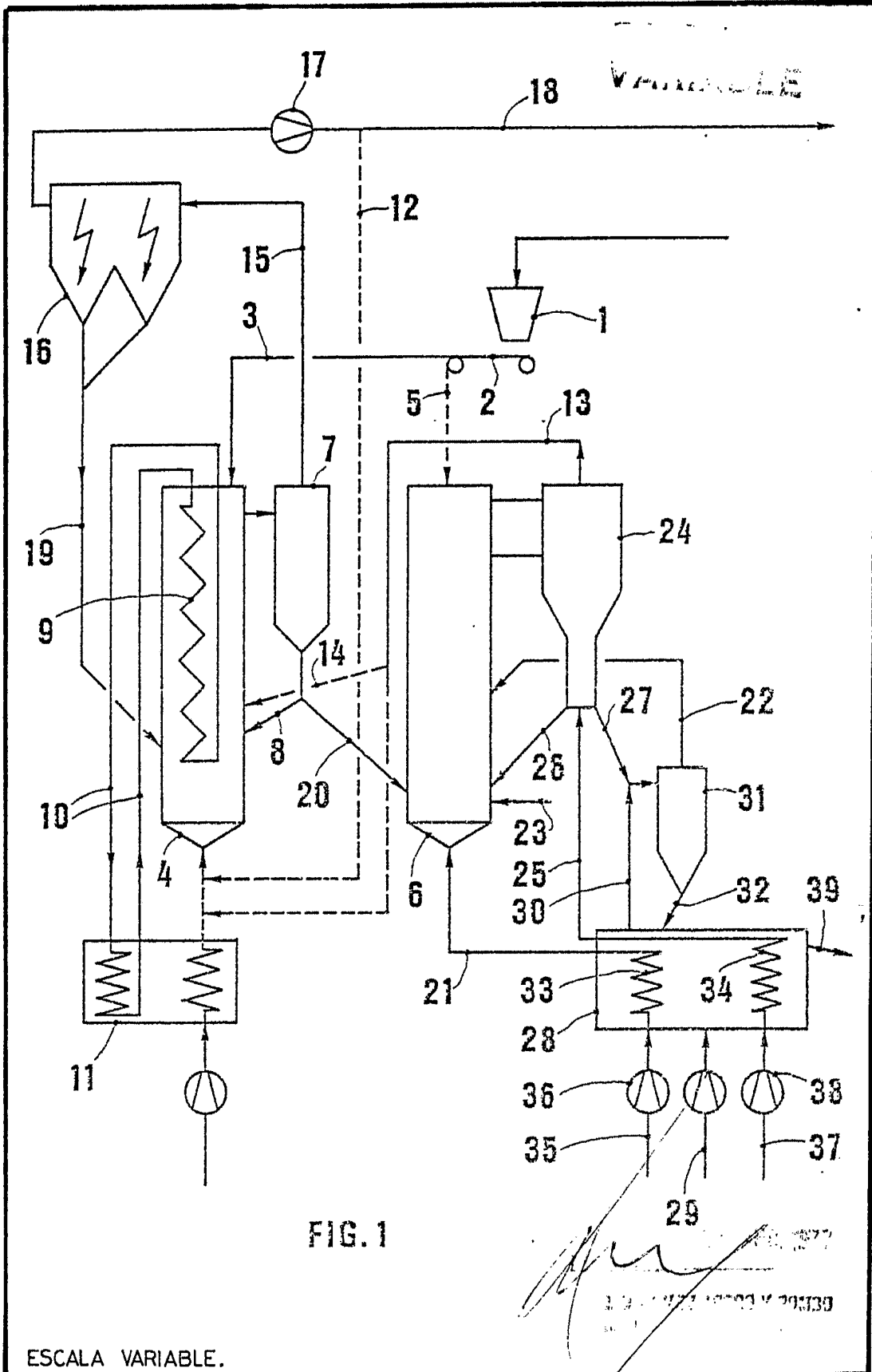


FIG. 1

ESCALA VARIABLE.

29
1977
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39

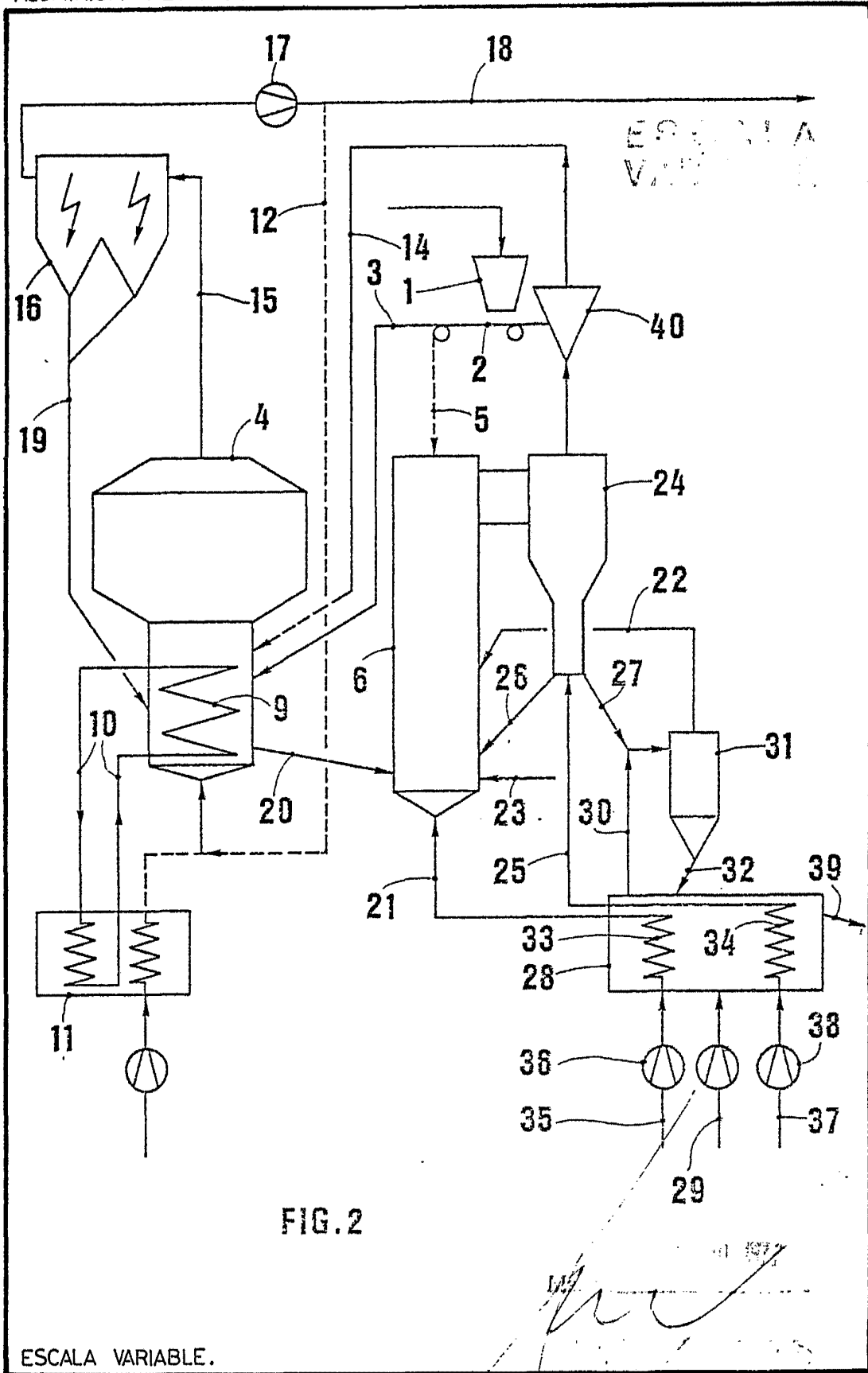


FIG. 2

ESCALA VARIABLE.

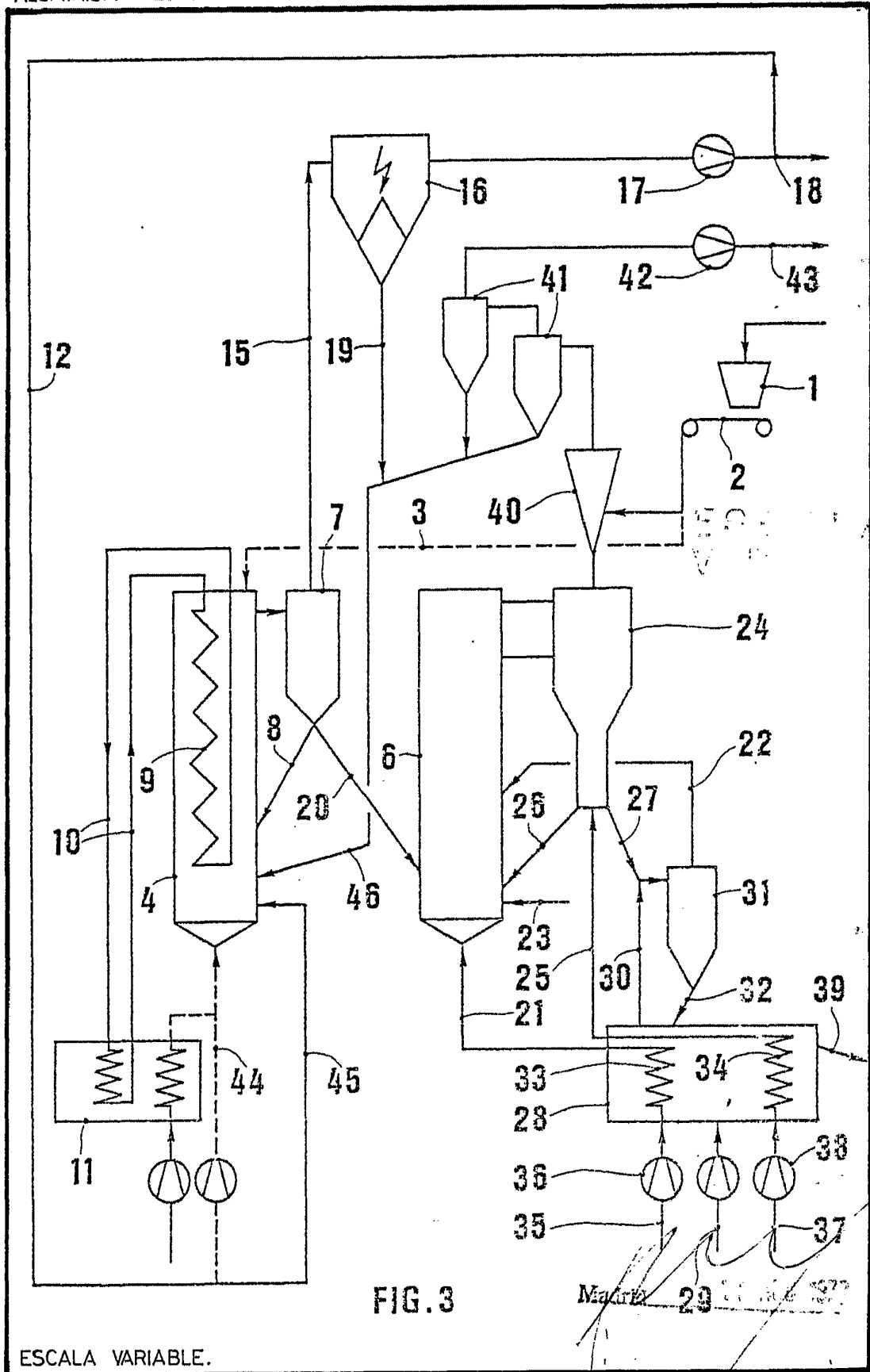


FIG. 3

ESCALA VARIABLE.

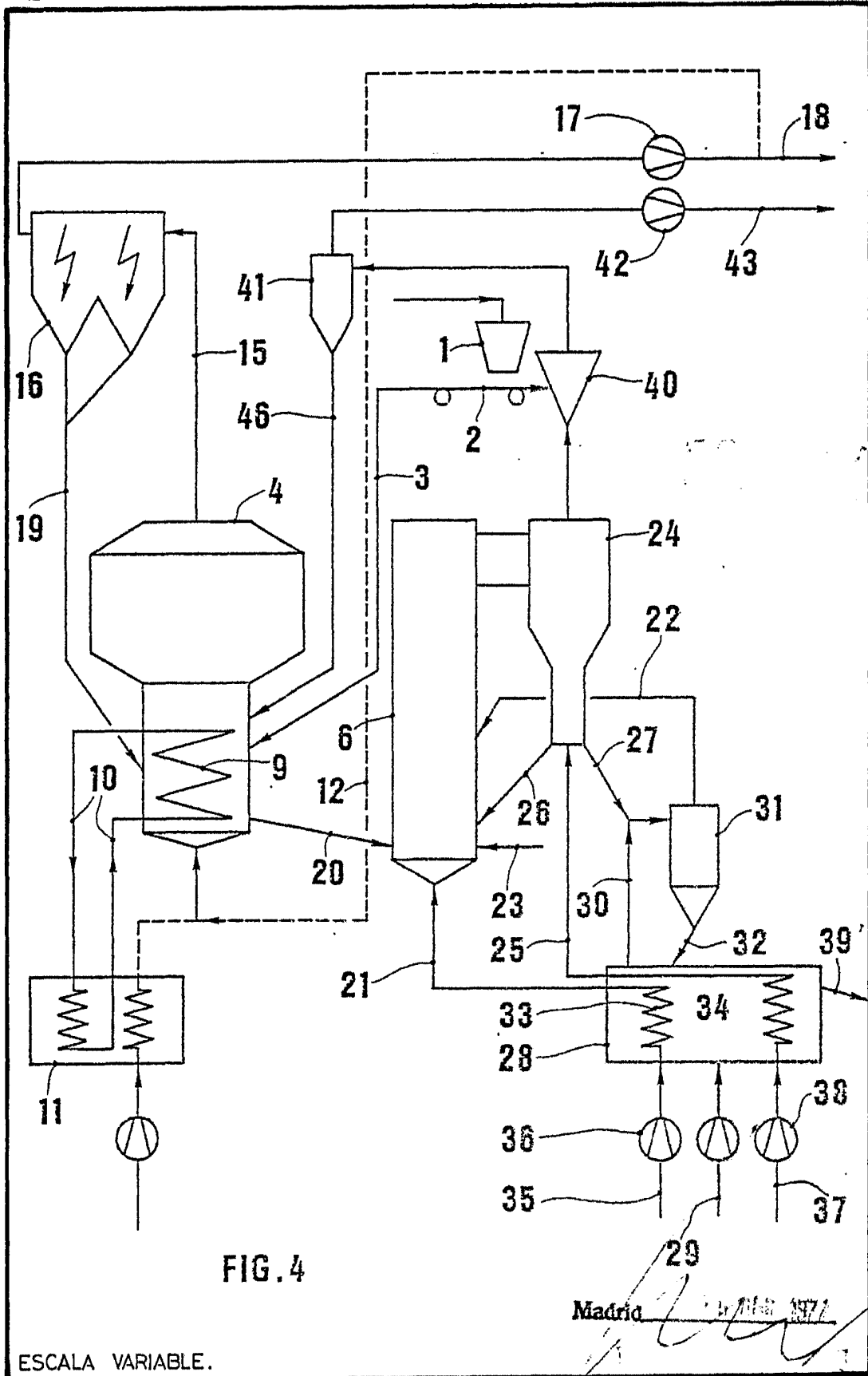


FIG. 4

ESCALA VARIABLE.

Madrid 1977