

12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22) Date de dépôt : 13 mars 1986.

30) Priorité : US, 3 avril 1985, n° 719,559.

43) Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 41 du 10 octobre 1986.

60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71) Demandeur(s) : ALUMINUM COMPANY OF AMERICA.
— US.

72) Inventeur(s) : Steven William Sucech.

73) Titulaire(s) :

74) Mandataire(s) : Cabinet Hirsch.

54) Production d'alumine alpha dans un réacteur fluidisé par de la vapeur.

57) La présente invention a pour objet un procédé de transformation d'hydrate d'alumine en alumine anhydre contenant de l'alumine alpha.

Elle est caractérisée en ce que ledit procédé comprend :

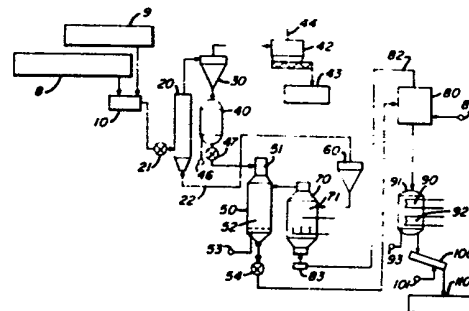
a) le chauffage de l'alumine hydratée dans une zone de déshydratation à une température suffisamment élevée et pendant un temps suffisant pour obtenir une alumine ayant une teneur en eau résiduelle inférieure à environ 15 % en poids;

b) le transfert de l'alumine de ladite zone de déshydratation vers une zone de chauffage dans laquelle l'alumine est portée à une température plus élevée que la température de ladite zone de déshydratation;

c) le transfert de l'alumine de ladite zone de chauffage vers un réacteur de séparation de ladite zone de chauffage dans laquelle l'alumine est maintenue dans un lit fluidisé à une température supérieure à 900 °C pendant un temps suffisant pour transformer l'alumine en une alumine anhydre contenant au moins 10 % en poids environ d'alumine alpha; et

d) la fluidisation de l'alumine dans le réacteur avec un gaz de fluidisation comprenant principalement de la vapeur.

Elle se rapporte à une production d'alumine alpha dans un réacteur fluidisé par de la vapeur.



PRODUCTION D'ALUMINE ALPHA DANS UN REACTEUR FLUIDISE PAR
DE LA VAPEUR

L'invention présente se rapporte à un procédé faisant intervenir
5 la calcination d'alumine dans un réacteur à lit fluidisé. Le produit
comprend de l'alumine alpha et est une céramique ou un matériau réfrac-
taire utile.

Arrière-plan technique

Les procédés de préparation de l'alumine alpha sont connus dans la
10 technique antérieure. Les articles suivants décrivent les principes d'un
tel procédé qui se rapporte étroitement à la présente invention:
William M. Fish "Alumina Calcination in the Fluid-Flash Calciner", Light
Metals 1974, pages 673-682 et Edward W. Lussky "Experience with Operation
of the Alcoa Fluid Flash Calciner", Light Metals 1980, pages 69-79. Les
15 divulgations de ces articles sont incluses dans la présente dans la
mesure où ils ne sont pas incompatibles avec la présente invention.

D'autres procédés de préparation de produits comprenant de l'alu-
mine alpha sont décrits dans les brevets suivants: brevet des Etats-Unis
d'Amérique n° 2 642 337 de Newsome; brevet des Etats-Unis d'Amérique
20 n° 3 265 465 de Turpin; brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 336 109 de
DuBellay et al.; brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 442 606 de
Hrishikesan; brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 565 408 de Reh et
brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4 224 288 de Potter. Cependant,
chacun de ces procédés de l'art antérieur a l'inconvénient d'avoir une
25 ou plusieurs sérieuses limitations ne les rendant pas totalement adaptés
au but poursuivi.

Généralement, la calcination dans un four rotatif est la méthode
principale utilisée commercialement pour produire de l'alumine à haute
teneur en forme alpha. La calcination en four rotatif neutralise l'effet
30 de collage et d'agrégation qui se produit dans les lits fluidisés
d'alumine à haute température (au-dessus de 1 220°C environ). Cet effet

de collage, jusqu'à maintenant, a empêché l'utilisation de lit fluidisé pour la production continue d'alumine ayant une teneur en forme alpha supérieure à environ 65%.

Un but principal de la présente invention est de fournir un
5 procédé de transformation de l'hydrate d'alumine en une alumine anhydre comprenant de l'alumine alpha, dans lequel la transformation en alumine alpha prend place dans un réacteur contenant un lit qui est fluidisé à l'aide de vapeur.

De plus, l'objet de l'invention est de fournir un procédé de
10 préparation de l'alumine alpha dans un lit fluidisé aux températures qui peuvent être supérieures à 1 220°C, tout en évitant l'effet de viscosité qui a antérieurement empêché l'opération à de telles températures.

Un avantage de l'invention est que le procédé puisse produire de
15 l'alumine alpha sans addition de trifluorure d'aluminium ou d'autre agent minéralisant à une étape intermédiaire. L'alpha alumine produite ne sera donc pas contaminée par du fluor résiduel ou autre agent minéralisant. Le fluor est connu pour être défavorable à l'obtention de céramique de haute résistance car il provoque la croissance de cristaux durant la formation d'agglomérés.

Un autre avantage de l'invention est d'économiser l'énergie
20 calorifique comparativement aux procédés de calcination de l'alumine de l'art antérieur. La consommation d'énergie résultant de l'application de la présente invention est estimée de 10 à 30% inférieure à celle que l'on consomme dans la calcination en four rotatif.

Un autre avantage de l'invention est de produire de l'alumine plus
25 uniformément calcinée que lorsqu'elle est produite dans un four à calcination rotatif.

Un autre avantage encore de l'invention est que le procédé ne
30 requiert point de pression élevée et, en conséquence, il peut être adapté à des systèmes de calcination instantanée de fluides.

D'autres objets et avantages de la présente invention apparaîtront aux spécialistes de l'art d'après les descriptions et les figures suivantes.

Résumé de l'invention

35 Selon la présente invention, l'hydrate d'alumine est transformé en une alumine anhydre comprenant au moins 10% environ d'alumine alpha.

L'hydrate d'alumine est initialement chauffé dans une zone de déshydratation à une température suffisamment élevée et pendant un temps

suffisant pour obtenir de l'alumine ayant un contenu en eau résiduelle en-dessous de 15% en poids environ. L'alumine est de préférence chauffée à température élevée au-dessus de 800°C environ, de sorte que la teneur en eau résiduelle soit réduite en-dessous de 10% en poids environ et de façon caractéristique aux alentours de 5% en poids environ.

L'alumine est transférée dans une zone de chauffage et y est chauffée à une température élevée supérieure à la température atteinte par l'alumine dans la zone de déshydratation. La zone de chauffage est de préférence située dans un four chauffée par combustion de gaz naturel à température de la flamme d'environ 1 649-1 677°C. Le temps de séjour dans le four est habituellement court (environ 10 à 100 secondes).

L'alumine est ensuite transférée dans un réacteur séparé de la zone de chauffage et y est maintenue dans un lit fluidisé à une température supérieure à environ 900°C pendant un temps suffisant pour transformer l'alumine en un produit anhydre comprenant au moins environ 10% en poids d'alumine alpha. Un intervalle de température préféré est environ 900 à 1 350°C. La température du réacteur est de préférence supérieure à 1 100°C environ, mieux encore supérieure à environ 1 220°C. Le temps de séjour varie d'environ 1 à 45 minutes selon la température. Deux températures particulièrement préférées dans le réacteur sont 1 250°C et 1 275°C. La pression dans le réacteur est généralement inférieure à 1,5 atmosphère environ.

Le réacteur est fluidisé avec un gaz fluidisant comprenant principalement de la vapeur. Le gaz fluidisant comprend préférablement au moins 90% en volume de vapeur et est pratiquement, en général, entièrement de la vapeur (plus que 99% en volume environ).

Un avantage de la présente invention est que le lit fluidisé par de la vapeur peut être maintenu à environ 1 220-1 300°C pendant de longues périodes de temps sans perdre le contrôle de la température ou sans obtenir des particules trop collantes dans le produit.

L'alumine est chauffée dans le réacteur pendant un temps suffisant pour obtenir un produit anhydre comprenant au moins environ 10% en poids d'alumine alpha. Mieux encore, l'alumine alpha a une teneur d'au moins 65% en poids environ, habituellement au moins 80% en poids environ. Le produit peut avoir moins de 10 m²/g environ d'aire superficielle, généralement moins de 6 m²/g environ et parfois moins de 3 m²/g environ.

L'alumine chaude produite est déchargée du réacteur dans une série de cyclones où elle est partiellement refroidie. Le refroidissement

final est accompli dans un échangeur de chaleur à deux lits comprenant un lit supérieur refroidi à l'air et un lit inférieur refroidi à l'eau.

Brève description des figures

- 5 - la figure 1 est un diagramme de fonctionnement d'un système préféré mettant en oeuvre le procédé selon la présente invention;
- la figure 2 est une photographie prise au microscope électronique d'une alumine anhydre fabriquée selon la présente invention.

10 Description détaillée d'une mise en oeuvre préférée

Un système préféré de calcination instantanée pour fluide mettant en oeuvre le procédé de l'invention est montré schématiquement à la figure 1.

L'hydrate d'alumine 8 résultant du procédé Bayer est filtré et
15 lavé avec de l'eau de lavage 9 sur une table de filtration 10 classique. L'hydrate d'alumine filtré à ce stade comprend de l'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$. Le produit filtré a à la fois de l'humidité libre, représentant environ 8 à 7% en poids d'eau, et de l'eau liée chimiquement représentant environ 34,6% en poids de l'alumine sèche. Le terme "teneur
20 en eau résiduelle" utilisé ici se réfère à la somme de l'humidité libre et de l'eau chimiquement liée. Par exemple, de l'alumine contenant 34,6% en poids d'eau chimiquement liée et environ 10% en poids d'humidité libre, a une teneur en eau résiduelle d'environ 44,6% en poids.

On alimente en hydrate humide un dispositif de séchage rapide 20
25 par l'intermédiaire d'une vis d'entraînement 21. Une conduite de gaz 22 alimente en courant de gaz chaud le dispositif de séchage 20 où l'eau libre est extraite de l'hydrate d'alumine. L'hydrate séché est transféré à un premier cyclone 30 dans lequel il est séparé des gaz chauds et de la vapeur d'eau et déchargé dans un dispositif de séchage 40 à lit
30 fluidisé. Les gaz chauds et la vapeur d'eau en provenance du cyclone 30 sont conduits vers un séparateur électrostatique 42 à précipitation où la poussière est éliminée dans une boîte à poussière 43 et un gaz dépoussiéré est évacué vers l'atmosphère par l'évent 44. Le dispositif de séchage 40 contient de l'alumine fluidisée par l'air provenant d'une
35 source 46. Le dispositif de séchage rapide 20, le cyclone 30 et le dispositif de séchage à lit fluidisé 40 définissent ensemble une zone de déshydratation dans laquelle l'hydrate est chauffé pour réduire sa teneur en eau résiduelle. L'hydrate d'alumine chauffé dont le débit à la

sortie du dispositif de séchage 40 est réglé par l'intermédiaire d'une vanne 47 a une teneur en eau résiduelle inférieure à environ 15% en poids, habituellement inférieure à 10% environ en poids et environ 5% en poids. Le gaz évacué par l'évent 44 contient de la vapeur provenant de la déshydratation et de la calcination de l'alumine aussi bien que de la vapeur utilisée comme gaz fluidisant.

La vanne 47 évacue l'hydrate à débit contrôlé dans un réacteur ou récipient de stockage 50. Le réacteur 50 comprend une partie 51 cyclone et une partie inférieure 52 contenant un lit fluidisé d'alumine. Une source de vapeur 53 fluidise l'alumine dans le réacteur 50.

L'hydrate évacué dans la partie cyclone 51 entre en contact d'un courant de gaz chaud qui calcine partiellement l'hydrate et l'envoie dans un second cyclone 60. Là, les solides sont séparés des gaz chauds et transférés dans un four 70. Les gaz chauds, séparés des solides dans le second cyclone 60 peuvent, de façon convenable, être recyclés par l'intermédiaire d'une conduite de gaz 22 dans le dispositif de séchage rapide 20.

Dans le four 70, le combustible est brûlé dans une série de brûleurs périphériques situés directement dans une zone de chauffage 71 contenant une suspension d'alumine. Le temps de séjour dans le four 70 est court (environ 10 à 100 secondes). Le four 70 est de préférence chauffé par combustion de gaz naturel à une température de flamme d'environ 1 649 à 1 677°C (3 000 à 3 500°F). Le four 70 peut aussi être chauffé par combustion d'autres combustibles fossiles ou par des moyens de chauffage électrique. Le four 70 chauffe l'alumine dans la zone de chauffage 71 à une température élevée supérieure à environ 800°C. Une suspension alumine/gaz passe du four 70 dans la partie 51 cyclone du réacteur 50. Les particules d'alumine solides séparées dans la partie cyclone 51 tombent de haut en bas vers le lit fluidisé dans la partie inférieure 52.

Le lit fluidisé est maintenu à une température supérieure à environ 900°C, habituellement supérieure à environ 1 100°C et de préférence supérieure à 1 220°C. Un avantage de la présente invention est la possibilité de maintenir les températures supérieures à environ 1 220°C dans le lit fluidisé sans perte du contrôle de la température. Deux températures particulièrement préférées pour opérer dans le réacteur 50 sont 1 250°C et 1 275°C.

Un autre avantage encore de l'invention est que le réacteur 50 ne nécessite pas de pression accrue. La pression du réacteur est inférieure à environ 1,5 atmosphère, habituellement environ la pression atmosphérique ou légèrement supérieure.

5 L'alumine est maintenue dans le lit fluidisé du réacteur 50 pendant un temps suffisamment long pour la transformer en alumine anhydre comprenant au moins 10% en poids environ d'alumine alpha.

Le temps de séjour dans le réacteur peut être environ 1 à 45 minutes, selon la température et la teneur en alumine alpha désirée dans le produit. La réaction est habituellement maintenue pendant un temps 10 suffisant pour élever la teneur en alumine alpha à au moins environ 65% en poids, de préférence à au moins environ 80% en poids. Le produit peut avoir une aire superficielle inférieure à 10 m²/g environ, habituellement inférieure à environ 5 m²/g ou même inférieure à environ 3 m²/g. On 15 peut régler les caractéristiques du produit en faisant varier le temps de rétention ou la température de réaction.

Le gaz fluidisant introduit par la source 53 est principalement de la vapeur. Le gaz fluidisant comprend de préférence au moins 90% en 20 volume de vapeur, et de façon optimale est pratiquement entièrement de la vapeur (pourcentage en volume supérieur à environ 99%). L'utilisation de vapeur comme gaz fluidisant permet le fonctionnement du réacteur 50 à des températures supérieures à celles qui pourraient autrement être maintenues pendant de longues périodes de temps et évite l'affaissement du lit fluidisé résultant du collage des particules d'alumine à de 25 telles températures. La vapeur peut être surchauffée à une température supérieure à environ 105°C, habituellement inférieure à environ 200°C. La vapeur provoque la croissance des cristaux et accentue la conversion en alumine alpha.

La réaction exothermique formant l'alumine alpha dégage de la 30 chaleur à une vitesse d'environ 319 kJ par kg d'alumine alpha formée. Cette chaleur de formation maintient l'alumine dans le lit fluidisé à une température élevée de fonctionnement.

L'alumine chaude est soutirée par l'intermédiaire d'une vanne 54 et envoyée pneumatiquement à travers une série de cyclones 80 dans 35 lesquels le produit est partiellement refroidi. Une pompe à air 81 fournit l'air extérieur aux cyclones 80. L'air chauffé peut être recyclé depuis le cyclone 80 par une conduite d'air 82 vers le four 70 où l'air ainsi chauffé fournit une majeure partie de l'air requis pour la

combustion. Un petit brûleur auxiliaire 83 adjacent à la conduite d'air 82 permet à l'air d'être porté à la température convenable pour la combustion et permet aussi un chauffage initial au démarrage.

L'alumine est déchargée des cyclones 80 dans un appareil de
5 refroidissement 90 à deux lits fluidisés. L'alumine est initialement refroidie par un échangeur de chaleur tubulaire refroidi à l'air 91 entourant un lit supérieur. L'air chauffé là peut être transféré à la source d'air 46 pour le dispositif de séchage 40 à lit fluidisé. L'alumine refroidie dans le lit supérieur tombe dans un lit inférieur pour
10 être finalement refroidie par un échangeur de chaleur 92 refroidi à l'eau. Une prise d'air 93 alimente en air les deux lits du système de refroidissement 90 pour la fluidisation. L'alumine refroidie est déplacée dans une conduite pneumatique 100 alimentée par une source d'air 101, puis déversée dans une boîte de stockage d'alumine 110.

15 EXEMPLES

Le procédé préféré décrit ci-dessus résulte en une alumine anhydre ayant une teneur élevée en alumine alpha. Un produit caractéristique est montré à la figure 2 qui est une photographie prise au microscope électronique avec un grossissement de 400. Ce produit est fabriqué en
20 traitant l'alumine par de la vapeur dans le réacteur 50 à une température d'environ 1 275°C. La teneur en alumine alpha est d'environ 85%, d'après l'intensité mesurée par diffraction aux rayons X. L'aire superficielle (BET) est d'environ 2 m²/g. Le produit est utilisable dans les applications céramiques et réfractaires réclamant une alumine à teneur
25 en alumine alpha élevée. Le produit a des caractéristiques granulométriques supérieures et est plus uniforme que les produits d'alumine alpha obtenus en four rotatif.

L'alumine chauffée à 1 225°C pendant 30 minutes dans un récipient 50 contenant un lit fluidisé avec de la vapeur donne un produit
30 ayant une teneur en alumine alpha d'environ 87% et une aire superficielle (BET) d'environ 4 m²/g.

L'alumine chauffée à 1 270°C pendant 13 minutes dans un récipient 50 contenant un lit fluidisé avec de la vapeur résulte en un produit ayant une teneur en alumine alpha d'environ 88% et une aire
35 superficielle (BET) d'environ 5 m²/g.

Tandis que l'invention a été décrite en termes de mise en oeuvre préférée, les revendications annexées englobent toutes les formes de réalisation qui tombent dans l'esprit de l'invention.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé de transformation d'hydrate d'alumine en alumine anhydre contenant de l'alumine alpha, ledit procédé comprenant:

- 5 (a) le chauffage de l'alumine hydratée dans une zone de déshydratation à une température suffisamment élevée et pendant un temps suffisant pour obtenir une alumine ayant une teneur en eau résiduelle inférieure à environ 15% en poids;
- 10 (b) le transfert de l'alumine de ladite zone de déshydratation vers une zone de chauffage dans laquelle l'alumine est portée à une température plus élevée que la température de ladite zone de déshydratation;
- 15 (c) le transfert de l'alumine de ladite zone de chauffage vers un réacteur de séparation de ladite zone de chauffage dans laquelle l'alumine est maintenue dans un lit fluidisé à une température supérieure à 900°C pendant un temps suffisant pour transformer l'alumine en une alumine anhydre comprenant au moins 10% en poids environ d'alumine alpha; et
- 20 (d) la fluidisation de l'alumine dans le réacteur avec un gaz de fluidisation comprenant principalement de la vapeur.
- 2.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel la teneur en eau résiduelle de l'alumine, obtenue dans l'étape (a), est inférieure à environ 10% en poids.
- 25 3.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est chauffée dans ladite zone de chauffage à une température supérieure à environ 800°C.
- 4.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est chauffée dans ladite zone de chauffage par combustion de gaz naturel.
- 5.- Procédé selon la revendication 4, dans lequel la température de flamme de ladite combustion est d'environ 1 649-1 677°C.
- 30 6.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est maintenue à une température d'environ 900-1 350°C dans ledit réacteur.
- 7.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est maintenue à une température supérieure à environ 1 100°C dans ledit réacteur.
- 35 8.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est maintenue à une température supérieure à environ 1 220°C dans ledit réacteur.

9.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est maintenue dans ledit lit fluidisé pendant un temps suffisant pour obtenir un produit comprenant au moins environ 65% en poids d'alumine alpha.

5 10.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est maintenue dans ledit lit fluidisé pendant un temps suffisant pour obtenir un produit comprenant au moins environ 80% en poids d'alumine alpha.

10 11.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est maintenue dans ledit lit fluidisé pendant un temps suffisant pour obtenir un produit ayant une aire superficielle inférieure à environ 10 m²/g.

15 12.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est maintenue dans ledit lit fluidisé pendant un temps suffisant pour obtenir un produit ayant une aire superficielle inférieure à environ 6 m²/g.

20 13.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'alumine est maintenue dans ledit lit fluidisé pendant un temps suffisant pour obtenir un produit ayant une aire superficielle inférieure à environ 3 m²/g.

14.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel ledit gaz fluidisant comprend au moins 90% en volume de vapeur.

15.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel ledit gaz fluidisant est pratiquement entièrement de la vapeur.

25 16.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel la pression dans le réacteur est inférieure à environ 1,5 atmosphère.

17.- Procédé de transformation de l'hydrate d'alumine en une alumine anhydre contenant de l'alumine alpha, ledit procédé comprenant:

30 (a) le chauffage de l'hydrate d'alumine dans une zone de déshydratation à une température suffisamment élevée et pendant un temps suffisant pour obtenir une alumine ayant une teneur en eau résiduelle inférieure à environ 10% en poids;

35 (b) le transfert de l'alumine de ladite zone de déshydratation vers une zone de chauffage dans laquelle l'alumine est chauffée à une température élevée supérieure à la température de ladite zone de déshydratation;

(c) le transfert de l'alumine vers ladite zone de chauffage vers un réacteur séparé de ladite zone de chauffage dans lequel l'alumine

est maintenue dans un lit fluidisé à une température supérieure à environ 1 100°C pendant un temps suffisant pour transformer l'alumine en une alumine anhydre comprenant au moins environ 65% en poids d'alumine alpha; et

- 5 (d) la fluidisation de l'alumine dans le réacteur avec un gaz de fluidisation comprenant principalement de la vapeur.

FIG. 1

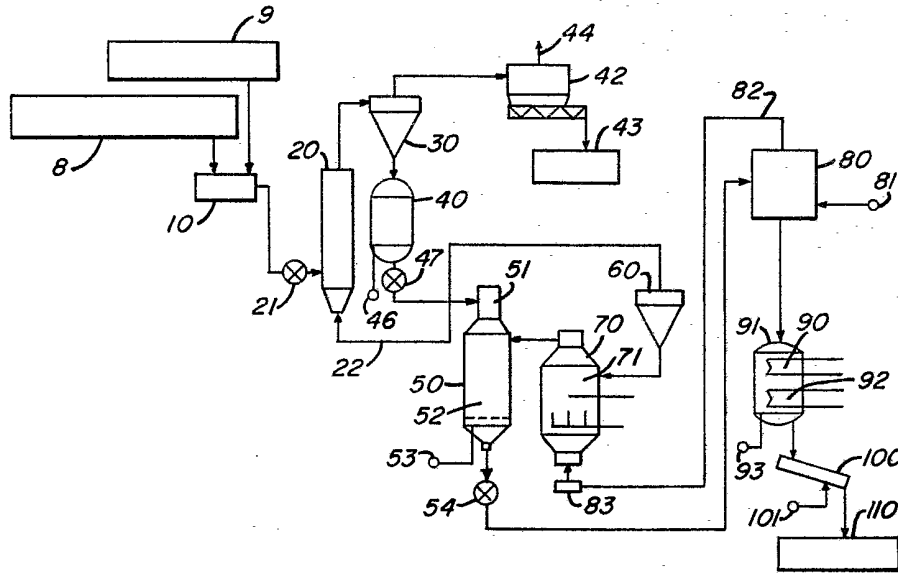


FIG. 2

