



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 304 361**

51 Int. Cl.:  
**C01F 7/30** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01101353 .9**

86 Fecha de presentación : **22.01.2001**

87 Número de publicación de la solicitud: **1122214**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **08.08.2001**

54 Título: **Procedimiento para la producción de alúmina.**

30 Prioridad: **04.02.2000 US 180164 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.10.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.10.2008**

73 Titular/es: **Haldor Topsoe A/S**  
**Nymollevej 55**  
**2800 Kgs. Lyngby, DK**

72 Inventor/es: **Johansen, Keld**

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

**Aviso:** En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de alúmina.

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de un material que contiene hidróxido de aluminio, en particular para uso en la preparación de portadores catalíticos.

## Antecedentes de la invención

- 10 Los métodos del estado de la técnica para preparar alúmina incluyen el uso de materias primas producidas mediante precipitación, como se ejemplifica mezclando bases, tales como bases de aluminatos alcalinos e hidróxidos alcalinos, con un ácido, tal como  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , además de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  y  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ . Los portadores útiles para catalizadores del procesamiento de refinerías se producen a partir de alúmina y productos intermedios como la pseudo-bohemita, dada su gran superficie específica y elevada porosidad.

- 15 Los métodos conocidos para preparar portadores de catalizadores de alúmina son costosos en términos de adquisición de las materias primas de ácido y básicas que se emplean en el procedimiento de preparación, y además en términos del gasto para ajustar el pH, las etapas de lavado y el tratamiento del agua residual.

- 20 “Equilibrium gas phase in the thermal decomposition of an aluminum nitrate solution”, Kosygina *et al.*, Uzb. Khim. Zh. (1981), (4), 51-5, describe la descomposición de disoluciones de nitrato de aluminio y presiones parciales en equilibrio durante este proceso, y la recuperación de  $\text{HNO}_3$ . Sin embargo, Kosygina *et al.* no menciona ninguna materia prima para la producción barata de pseudo-bohemita.

- 25 El documento US 3.647.373 describe un procedimiento para la producción de alúmina a partir de una disolución de nitrato de aluminio. La disolución se introduce en un lecho fluidizado a 150-300°C, en el que se debe de controlar el contenido de vapor de agua. El polvo de nitrato de aluminio formado se procesa posteriormente hasta aluminio metálico. El polvo de nitrato se elimina de la fase gaseosa en un ciclón y se envía a almacenamiento antes de que, en una etapa posterior, se procese hasta una alúmina. El nitrato se recupera mediante condensación del vapor procedente del lecho fluidizado; sin embargo, esto requiere un control apropiado del contenido de vapor en el lecho fluidizado.

- 30 El documento JP 3033011 describe un procedimiento en el que se disuelven sales de aluminio y se añade urea, y en el que estas disoluciones se pulverizan a través de una boquilla dentro de un horno a temperaturas muy elevadas a fin de formar partículas de alúmina esféricas. Tales sales son caras como materias primas para la producción industrial.

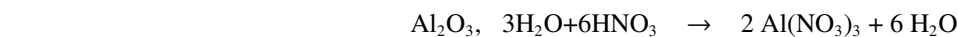
- 35 El documento US 3.869.543 describe la producción de alúmina a partir de disoluciones de nitrato de aluminio para su procesamiento posterior en aluminio metálico. La descomposición tiene lugar entre 150°C y 300°C en un lecho fluidizado, que también se calienta mediante vapor de agua en tubos instalados en el lecho. La disolución de nitrato de aluminio no es barata, y el producto intermedio, la alúmina, no necesita una superficie específica grande.

- 40 El objeto general de esta invención es, de este modo, proporcionar un procedimiento mejorado para la producción de alúmina, tal como óxido de aluminio y pseudo-bohemita, para uso en la preparación de portadores catalíticos, en el que la producción de alúmina se lleva a cabo mediante etapas simples y baratas. En comparación con los métodos conocidos, la ventaja de la invención incluye, además, un rendimiento elevado del producto mediante la reducción de la pérdida de material durante el procesamiento.

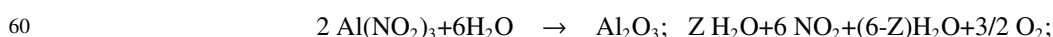
## Sumario de la invención

El procedimiento de esta invención comprende las siguientes etapas:

- 50 a) disolución de gibbsita ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) en ácido nítrico proporcionando la disolución ácida de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  mediante la reacción (i):

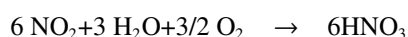


- b) descomposición térmica de la disolución ácida en hidróxidos de aluminio y gases de  $\text{NO}_x$  mediante la reacción (ii):



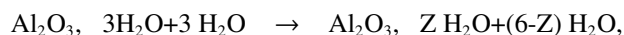
y

- 65 c) regeneración de los gases de  $\text{NO}_x$  en una o en una serie de torres de absorción hasta ácido nítrico concentrado según la reacción (iii):



## ES 2 304 361 T3

La reacción global, es decir (i)+(ii)+(iii) es entonces:



en la que

$$Z = 0,5-3$$

En una realización específica de la invención, el  $\text{NO}_2$  que se forma en la reacción (i) anterior se regenera parcialmente en torres de absorción. La reacción (ii) da como resultado la formación de ácido nítrico que se recicla y utiliza para la disolución de gibbsita, que es la única materia prima en el procedimiento.

No obstante, debido a pérdidas pequeñas del ácido nítrico a reciclar, ocasionalmente se han de añadir pequeñas cantidades de ácido nítrico además de lo que se está regenerando actualmente, para mantener o potenciar la disolución de la materia prima de gibbsita.

La descomposición en la etapa (b) anterior se puede realizar pulverizando la disolución ácida procedente de la etapa (a) sobre la superficie interna de uno o más hornos giratorios con suministro de aire libre a 300-700°C. Sin embargo, para usar este método, se pueden tomar medidas a fin de prevenir que el producto se pegue a la superficie interna del horno giratorio, por ejemplo por medio de una o más cadenas deslizantes. A fin de que sean eficaces, las cadenas deben de ser relativamente pesadas, y han de estar presentes dentro de cada horno de tal manera que se deslicen hacia abajo sobre la superficie, mientras el horno gira, y eviten de ese modo que el material sólido se adhiera a la superficie.

La adhesión del material preparado procedente de la disolución ácida descompuesta a la cara interna de dicho horno también se puede evitar por otros medios físicos o químicos conocidos en la técnica.

El producto de alúmina se puede mejorar además mediante adición de un compuesto orgánico capaz de reducir los nitratos. Esos componentes pueden ser glucosa o compuestos similares. La reacción entre el compuesto orgánico y el nitrato generará entonces una descomposición más rápida de los nitratos a través de explosiones locales pequeñas, y de este modo reducirá el tamaño de las partículas formadas.

### Ejemplo

#### *Preparación de alúmina a partir de nitrato de aluminio ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ )*

Se disolvieron 225 g de  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  en 100 g de agua y 1 g de  $\text{HNO}_3$  al 65% en peso. La disolución es clara sin que queden cristallitos.

La disolución se bombea entonces en un horno giratorio previamente calentado (longitud 1,5 m, inclinación 1°), que gira a 30 rpm. La temperatura en el horno es 350°C.

La velocidad de bombeo es alrededor de 5-20 ml/min. La alúmina en su forma de bohemita se comienza a formar cuando la disolución entra en contacto con las paredes del horno, por descomposición de los nitratos.

El producto en su forma es una espuma muy porosa que se puede moler fácilmente hasta un polvo adecuado para un procesamiento posterior.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para la producción de pseudo-bohemita, que comprende:

- (a) disolver gibbsita en ácido nítrico, proporcionando una disolución ácida de nitrato de aluminio;
- (b) añadir a la disolución ácida un compuesto orgánico que es activo reduciendo nitratos;
- (c) descomponer a 300-700°C con un suministro de aire libre la disolución ácida hasta pseudo-bohemita y NOx por medios seleccionados de pulverización sobre la superficie interna de uno o más hornos giratorios, secado en un lecho fluidizado y secado en un horno transportador de banda de acero;
- (d) retirar la pseudo-bohemita;
- (e) retirar y regenerar el NOx formado hasta ácido nítrico concentrado; y
- (f) reciclar el ácido nítrico concentrado a la disolución de la etapa (a).

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la descomposición de la disolución ácida se realiza a 350°C.

3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el compuesto orgánico es glucosa.

4. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el horno giratorio está equipado con una o más cadenas de un material pesado, que se deslizan sobre la superficie interna del horno, mientras que gira el horno.