

P. Z. 4086.052

4.

ATOQUEM

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE GRÂNULOS DE  
CLORETO DE ALUMÍNIO"

A presente invenção refere-se a novos granula-  
dos de cloreto de alumínio anidro e a um processo para a sua  
preparação.

O cloreto de alumínio utiliza-se muitas vezes  
como catalisador em química orgânica e também na indústria  
dos cosméticos. Em curso de fabrico, obtém-se o cloreto de  
alumínio em fase gasosa, eventualmente misturado com outros  
produtos e isola-se condensando-o sobre uma parede fria à  
temperatura ambiente. Obtém-se assim uma camada de cloreto  
de alumínio que se descola da parede por meios mecânicos co-  
mo vibrações ou choques. A parede fria é simplesmente a pa-  
rede interna de um reservatório de aço exposta ao ar ambien-  
te.

Esmagam-se as camadas de cloreto de alumínio  
para se obter um produto cujos bocados, de formas diversas,  
são inferiores a 5 cm na sua maior dimensão. A moagem produz  
poeira. Assim, é preciso peneirar o cloreto de alumínio e  
reciclar os finos. Os pedidos de patente de invenção japone-

ses N<sup>os</sup> 34988/70 e 34989/70 de 23 de Abril de 1970 e o pedido de patente de invenção japonesa N<sup>o</sup> 42243/70 de 18 de Maio de 1970 descrevem um processo para isolar o cloreto de alumínio em fase gasosa, que consiste em fazer passar o gás sobre uma parede que se mantém a 80<sup>o</sup> ou a 85<sup>o</sup>C e depois, quando o cloreto de alumínio formar cristais, em aquecer a parede a 220<sup>o</sup>C para descolar o cloreto de alumínio que se recupera. Muitas vezes estas cristais, quando se formam e quando aumentam de tamanho, têm tendência a colar-se uns aos outros e a formar uma crosta que é necessário triturar e peneirar.

Descobriu-se agora um novo granulado de cloreto de alumínio, caracterizado por ter essencialmente a forma de um cone.

A altura do cone está compreendida, de preferência, entre 0,5 e 5 cm e a relação entre a altura e o diâmetro da base está compreendida entre 1 e 10.

A presente invenção refere-se também a um processo para preparar estes granulados.

O processo caracteriza-se por se fazer contactar uma corrente gasosa contendo cloreto de alumínio com uma parede cuja temperatura seja inferior a 70<sup>o</sup> e por se aquecer depois a referida parede para que os grânulos se destaquem.

Este processo aplica-se a quaisquer gases que contenham cloreto de alumínio e, mais particularmente, aos que se obtêm em curso de fabrico.

Durante o fabrico do cloreto de alumínio obtém-se, numa das etapas dos processos utilizados, cloreto de alumínio sob a forma de um gás em mistura com outros gases

que podem ser inertes, como o azoto ou o ar, ou resíduos da reacção como gás carbónico, óxido de carbono, cloro, produtos clorados, etc.. Pode tratar-se de uma etapa de um processo de fabrico de cloreto de alumínio como tal, ou uma etapa de um processo durante o qual se prepare cloreto de alumínio com vista a fabricar alumínio.

Este gás contendo o cloreto de alumínio é posto em contacto com uma parede fria cuja temperatura seja inferior a  $70^{\circ}\text{C}$ .

O cloreto de alumínio deposita-se na parede fria sob a forma de granulados com a forma de cone e depois, quando a parede é aquecida, os granulados destacam-se e podem ser recolhidos por gravidade.

Pode-se utilizar como parede fria a superfície externa de qualquer volume, mas de preferência um paralelepípedo que tenha uma das dimensões pequena em relação às outras, quer dizer, que tenha a forma de uma placa mais ou menos espessa. A posição da parede fria pode ser qualquer. Com efeito, só a temperatura é essencial para se obter estes cones de cloreto de alumínio, mas prefere-se que a parede esteja próximo da vertical para facilitar o descolamento e a recuperação dos cones que assim se recolhem facilmente por gravidade quando se descolam.

Se se utilizar uma placa vertical a maior parte da superfície é portanto vertical, restando uma pequena superfície por baixo e no topo da placa. Os cones de cloreto de alumínio que estão na pequena superfície de baixo podem cair sem problema. Em contrapartida, os que estão na superfi-

cie superior não podem cair facilmente.

Se se pretender evitar uma intervenção manual ou um dispositivo mecânico, suprime-se esta superfície horizontal e substitui-se a mesma por um diedro cuja aresta se encontra na parte alta. Em vez das placas, pode-se utilizar qualquer volume(1) que tenha a maior parte da sua superfície externa essencialmente vertical (2) cujas partes superiores sejam arestas vivas ou arredondadas, quer dizer, que não tenham superfície horizontal onde o cloreto de alumínio poderia depositar-se (3) e cujas superfícies horizontais possíveis estão essencialmente na parte de baixo do volume, onde o cloreto de alumínio se deposita por baixo da superfície.

Esta parede fria pode estar colocada no interior de um reservatório, que se alimenta com gás contendo cloreto de alumínio.

É cómodo utilizar como parede fria a parede interna de um reservatório que tenha um duplo envólucro.

Quando se introduz o gás contendo cloreto de alumínio no reservatório, o cloreto de alumínio deposita-se em grânulos cónicos na parede fria e promove-se a desgaseificação dos incondensáveis, de preferência através de um orifício diferente da entrada dos gases contendo o cloreto de alumínio. A parede pode ser feita de qualquer material desde que resista ao cloreto de alumínio; utiliza-se, de preferência, o aço vulgar, aço inoxidável ou uma liga à base de níquel. Prefere-se também que a parede seja lisa.

A temperatura da parede mantém-se inferior a 70°C por meio de um fluido transportador de calor. Se se uti-

lizar como parede a superfície externa de um recipiente, é vantajoso meter no recipiente um fluido transportador de calor; se se utilizar a parede interna de um recipiente com um envólucro duplo, é vantajoso introduzir um fluido transportador de calor neste duplo envólucro. Pode-se utilizar qualquer fluido transportador de calor, tal como um gás, um produto orgânico, água quente, vapor a baixa pressão, etc.

Quando se utiliza uma parede metálica a temperatura do fluido é muito próxima da temperatura da parede. Basta então, para ajustar a temperatura da parede, ajustar a temperatura do fluido transportador de calor. É vantajoso manter a temperatura da parede entre  $10^{\circ}$  e  $70^{\circ}\text{C}$  e, de preferência, entre  $40^{\circ}$  e  $60^{\circ}\text{C}$ . Prefere-se também que a temperatura da parede seja mantida constante durante a condensação do cloreto de alumínio.

Nem a pressão do gás contendo o cloreto de alumínio nem a pressão no reservatório têm importância. Quase sempre o gás está à pressão atmosférica ou muito próximo dela e efectua-se a condensação do cloreto de alumínio a esta pressão. Quando o cloreto de alumínio estiver em contacto com a parede fria, condensa-se sob a forma de grânulos cónicos, ficando a ponta do cone contra a parede fria. Os cristais tocam-se normalmente pela base, mas em geral não estão colados nem aglomerados entre si. O cloreto de alumínio assim obtido não forma uma camada contínua e pode-se ver a parede entre os cones, através dos espaços vazios entre as bases dos cones. Quando se obtém esta distribuição dos cones de cloreto de alumínio, eleva-se a temperatura da parede fria para que

a ponta do cone de cloreto de alumínio se liquidifique ou se sublime, o que provoca o desprendimento do cone por gravidade. Obtém-se uma liquefacção ou uma sublimação conforme a pressão for superior ou inferior à do ponto triplo (2,3 atm abs). Prefere-se que o cone se destaque sob o efeito da sublimação. Basta quecer a parede durante um curto instante para provocar o descolamento do granulado. Na maioria das vezes aquece-se a parede a uma temperatura compreendida entre 220° e 250°C.

Para aquecer a parede pode-se utilizar um fluido transportador de calor que se aquece até a uma temperatura suficiente para que a parede esteja suficientemente quente para liquefazer ou sublimar o cloreto de alumínio. Pode-se utilizar o mesmo fluido transportador de calor que se utilizou para manter a temperatura da parede abaixo de 70°C, mas altera-se-lhe a temperatura por qualquer dos métodos conhecidos; pode-se também ter um reservatório de fluido quente e um reservatório de fluido frio, podendo estes dois fluidos ser iguais ou diferentes, e promove-se a sua circulação alternativamente contra a parede.

Enquanto se aquece a parede para descolar o cloreto de alumínio pode-se interromper a introdução do gás contendo o cloreto de alumínio no reservatório, para evitar a perda do produto. Recolhe-se o cloreto de alumínio sob a forma de cones sem poeira; estes cones estão a uma temperatura muito próxima da da parede fria durante a sua deposição (cristalização). Pode-se portanto armazená-los e, em particular, pode-se colocá-los em recipientes sem ter que os arre-

fecer. É preferível aquecer rapidamente a parede para não aquecer o granulado todo. Não é necessário peneirar os granulados e não há pois que reciclar os finos. Durante o aquecimento que provoca o destacamento dos cones de cloreto de alumínio da parede, pode-se sublimar um pouco de cloreto de alumínio; é pois interessante que este cloreto de alumínio possa depositar-se numa parede fria, por exemplo noutro reservatório ligado ao anterior. Quando se está a tratar uma corrente gasosa contínua contendo cloreto de alumínio, é cómodo prever pelo menos dois reservatórios, um com uma parede fria e o outro a ser aquecido para descolar o cloreto de alumínio. Em seguida alternam-se as funções dos dois reservatórios. Podia-se ter o número de reservatórios que se quisesse. Em vez de um reservatório de que se utiliza a parede fria interna para recolher o cloreto de alumínio, pode-se ter paredes frias dispostas de qualquer maneira nos reservatórios, ou outros volumes, ou ainda dispostas na passagem do gás contendo o cloreto de alumínio. Pode-se também ter, no mesmo recipiente, paredes frias sobre as quais se cristaliza o cloreto de alumínio e paredes quentes com o cloreto de alumínio que se destaca. Estes granulados podem conter impurezas que estavam presentes na fase gasosa com o cloreto de alumínio. O interesse destes granulados, preparados de acordo com a presente invenção, reside no facto de se recolher os granulados por gravidade sem intervenção manual nem de nenhum dispositivo mecânico.

Os exemplos que se seguem ilustram a presente invenção.

EXEMPLO 1:

Toma-se um tubo vertical em pyrex com um diâmetro interno de 150 mm e com uma altura de 500 mm que se fecha no topo e na base com pratos planos de aço inoxidável. Mantém-se quente o reservatório assim obtido por meio de um fio eléctrico aquecedor enrolado no exterior do tubo e dos pratos planos.

Coloca-se no interior do tubo uma placa vertical oca em aço inoxidável de 300 mm x 75 mm x 10 mm. Alimenta-se esta placa de fluido transportador de calor através de um tubo em inox com o diâmetro interno de 6 mm ligado à parte superior da placa e que se prolonga pelo interior da placa até à sua base através de um tubo descendente. A saída do fluido transportador de calor faz-se através de um orifício na parte superior da placa e um tubo em inox com um diâmetro interno de 6 mm. Mantém-se a placa suspensa no meio do tubo através dos tubos de alimentação do fluido transportador de calor que atravessa a tampa do reservatório (o prato plano da parte superior). Junta-se à parte superior horizontal da placa uma serpentina na qual circula um fluido transportador de calor que se mantém acima de 190°C para evitar que os grânulos se depositem sobre esta superfície horizontal superior. Esta serpentina é alimentada por 2 tubos em inox com um diâmetro interno de 6 mm que passam através da tampa do reservatório. A tampa comporta, para além da entrada e da saída do fluido transportador de calor para a placa e da entrada e saída para a serpentina: (1) um orifício com um termopar mergulhado no interior do reservatório para medir a respectiva temperatura;

(2) um orifício com 12 mm de diâmetro para o cloreto de alumínio gasoso e (3) um orifício de saída.

Mede-se com um termopar a temperatura do fluido transportador de calor à saída da placa e assimila-se esta temperatura à temperatura da placa que é a parede sobre a qual se formam os grânulos de cloreto de alumínio.

Regula-se a temperatura da parede para  $50^{\circ}\text{C}$  (regulando a temperatura do fluido transportador de calor) e depois introduz-se, durante 4 horas, no reservatório, 312 g/l de cloreto de alumínio gasoso, à pressão atmosférica. A temperatura no reservatório é de  $165^{\circ}\text{C}$ . Depois, aquece-se rapidamente o fluido transportador de calor para se obter uma temperatura da parede de  $220^{\circ}\text{C}$ . Decorridos cerca de 3 minutos todos os grânulos se deslocaram da parede e caíram no fundo do cilindro. Retira-se o prato do fundo do reservatório para recolher os grânulos.

EXEMPLO 2:

Procede-se como no exemplo 1, mas utiliza-se uma temperatura da parede de  $34^{\circ}\text{C}$ .

EXEMPLO 3:

Procede-se como no exemplo 1, mas com uma temperatura de parede de  $46^{\circ}\text{C}$ .

Os grânulos obtidos nos exemplos 1 a 3 são cones com uma altura compreendida entre 10 e 20 mm e com o diâmetro da base da ordem de 8 mm em média. Destacaram-se perfeitamente uns dos outros quando se descolaram da parede.

No exemplo 1 obtém-se 72% (em peso) no peneiro de 4 mm, 94,5% no peneiro de 2 mm e 97,7% no peneiro de 1,2 mm.

EXEMPLO 4 (Comparativo)

Procede-se como no exemplo 1, mas com uma temperatura de parede que não está de acordo com a presente invenção: 81°C.

EXEMPLO 5 (Comparativo)

Procede-se como no exemplo 1, mas com uma temperatura de parede que não está de acordo com a presente invenção: 120°C.

Nos exemplos 4 e 5 o cloreto de alumínio condensa-se sob a forma de cilindros e grânulos de qualquer forma que aderem uns aos outros ao ponto de formarem camadas ou placas compactas que é preciso triturar.

R e i v i n d i c a ç õ e s

1.- Processo para a preparação de grânulos de cloreto de alumínio com a forma de cone cuja altura está compreendida entre 0,5 e 5 cm e em que a relação entre a altura e o diâmetro da base está compreendida entre 1 e 10, caracterizado pelo facto de se fazer contactar uma corrente gasosa contendo cloreto de alumínio, com uma parede cuja temperatura é inferior a 70°C e de em seguida se aquecer a parede para que os grânulos obtidos se destaquem.

2.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de a temperatura da parede estar compreendida entre 10° e 70°C e, de preferência, entre 40° e 60°C, durante a formação dos grânulos.

3.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 e 2, caracterizado pelo facto de a temperatura da parede se manter constante durante a formação dos grânulos.

4.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1, 2 e 3, caracterizado pelo facto de se aquecer a parede a uma temperatura superior à temperatura de sublimação do cloreto de alumínio, para fazer com que os grânulos se destaquem.

5.- Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo facto de se aquecer a parede a uma temperatura, de preferência, compreendida entre a temperatura de sublimação do cloreto de alumínio e 250°C, para fazer com que os grânulos se destaquem.

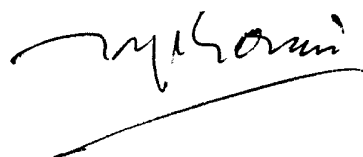
6.- Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações

4.

1, 2 ou 3, caracterizado pelo facto de se aquecer a parede a uma temperatura superior à temperatura de fusão do cloreto de alumínio, para fazer com que os grânulos se destaquem.

Lisboa, 30 de Outubro de 1987

O Agente Oficial da Propriedade Industrial

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'M. Corina', is written over a horizontal line.

R E S U M O  
-----

"Processo para a preparação de grânulos de cloreto de alumínio"

A presente invenção diz respeito a um processo de granulação do cloreto de alumínio.

Este processo consiste em condensar cloreto de alumínio, tomado numa fase aquosa, numa parede, a uma temperatura inferior a 70°C e em aquecer depois a referida parede para destacar os grânulos por gravidade.

Os grânulos podem utilizar-se em química orgânica como catalisadores e também na indústria dos cosméticos.

Lisboa, 30 de Outubro de 1987

o Agente Oficial da Propriedade Industrial

