

Instituto Tecnológico y de Estudios  
Superiores de Monterrey

ESCUELA DE INGENIERIA

DISEÑO, CONSTRUCCION Y OPERACION  
DE UN APARATO PARA FABRICAR  
TRICLORURO DE ALUMINIO ANHIDRO

TESIS PRESENTADA POR EL ALUMNO

JESUS AGUIRRE AGUIRRE

EN OPCION AL TITULO DE

INGENIERO QUIMICO

MONTERREY, N. L.

ENERO DE 1960

TL

T173

.8

.A3

c.1



1080094229

154.-

Jesús Aguirre

AUTOR

TÍTULO  
"Diseño, construcción y operación  
de un aparato para fabricar tri-  
cloruro de aluminio anhidro"

# 154

autor: Jesús Aguirre

tesis: "Diseño construcción y --  
operación de un aparato pa  
ra fabricar tricloruro de  
aluminio anhidro"

JT  
SFIT  
8.  
SA.

**INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES DE MONTERREY**

**ESCUELA DE INGENIERIA**

**DISEÑO, CONSTRUCCION Y OPERACION DE UN APARATO PARA FABRICAR TRICLORURO DE ALUMINIO ANHIDRO**

**TESIS PRESENTADA POR EL ALUMNO**

**JESUS AGUIRRE AGUIRRE**

**EN OPCION AL TITULO DE**

**INGENIERO QUIMICO**



L  
T 173  
.8  
A3



	Pag.
I INTRODUCCIÓN.....	1
II FUNDAMENTO TEÓRICO.....	2
A.- Descripción de la tesis.....	2
B.- Importancia.....	2
C.- Organización del tratamiento de aluminio oxidado en el laboratorio.....	2
D.- Organización del programa de análisis oxidado en la práctica.....	3
E.- Importancia de la tesis.....	4
F.- Organización del programa de experimentación.....	5
III MATERIALES Y MÉTODOS.....	8
IV RESULTADOS EXPERIMENTALES.....	14
A.- Determinación del coeficiente de costo de aluminio.....	14
B.- Experimentación con el aluminio.....	14
a.- Determinación del aluminio que se reaccionó.....	15
b.- Determinación de la pérdida.....	15
c.- Determinación de la recuperación.....	15
C).- Manera de clasificar los experimentos.....	16
V DATOS EXPERIMENTALES Y RESULTADOS.....	18
VI CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS.....	19
A).- Sugerencias para mejorar el experimento.....	19
VII BIBLIOGRAFÍA.....	21

La parte experimental de esta tesis se llevó a cabo en el laboratorio de Ingeniería Química del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, bajo la dirección del Ing. Carlos Duhne y el Ing. Héctor López R. a quienes agradezco su ayuda y dirección.

# INDICE

	Pag.
I RESUMEN.....	1
II INTRODUCCION.....	2
A).- Objetivo de la tesis.....	2
B).- Antecedentes.....	2
a.- Preparación del tricloruro de aluminio anhidro en el laboratorio.....	2
b.- Preparación del tricloruro de aluminio anhidro en la industria.....	2
C).- Importancia de la tesis.....	4
D).- Propiedades del tricloruro de aluminio anhidro.....	5
III EQUIPO Y MATERIAL USADO.....	9
IV TRABAJO EXPERIMENTAL.....	14
A).- Calibración del medidor de gasto de cloro.....	14
B).- Experiencias con el aparato.....	14
a.- Determinación del cloro que no reaccionó.....	15
b.- Determinación de pureza.....	15
c.- Determinación de rendimiento.....	15
C).- Manera de efectuar los cálculos.....	16
V DATOS EXPERIMENTALES Y RESULTADOS.....	19
VI CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES.....	19
A).- Sugestiones para mejorar el aparato.....	19
VII BIBLIOGRAFIA.....	21

## I.- RESUMEN

El presente trabajo lleva como objetivo el diseño, la construcción y el estudio de un aparato para fabricar tricloruro de aluminio anhidro. Se utiliza para tal objeto la reacción directa de los elementos cloro y aluminio, haciendo reaccionar dichas sustancias bajo diferentes condiciones de temperatura, gasto de cloro y tiempo de reacción.

El aparato probado consiste de una fuente de cloro que alimenta un reactor de fierro de forma circular y perfectamente cerrado en donde se encuentra el aluminio, el reactor es calentado exteriormente por la combustión de gas natural; una vez lograda la combinación de los elementos para formar el tricloruro de aluminio anhidro éste sublima y pasa a condensarse a una cámara apropiada y extraído de ahí de tal manera que el contacto con la humedad ambiente sea mínima.

El método experimental seguido consistió en hacer varias experiencias a diferentes condiciones de temperatura de reacción y gasto de cloro y determinar de esta manera el rendimiento máximo del aparato experimentado.

Se obtuvieron rendimientos entre 58 y 79% dependiendo de las condiciones de trabajo.

El aparato experimentado dió un resultado aceptable en cuanto a producción de tricloruro de aluminio anhidro no así en cuanto a costo de manufactura. Debiéndose esto principalmente a que los materiales de construcción utilizados no son los más adecuados. Más adelante se indican las observaciones al respecto.



## II. - INTRODUCCION

### A). - Objetivo de la tesis.

El objetivo principal del presente trabajo lo constituyó el diseño de un condensador que diera la mejor solución a los problemas que presenta el tricloruro de aluminio - anhídrido al condensarse.

### B). - Antecedentes.

#### a. - Preparación de tricloruro de aluminio anhídrido en el laboratorio (3) (10) (12) (26)

En el laboratorio generalmente se obtiene el tricloruro de aluminio anhídrido haciendo pasar una corriente de cloro seco sobre pedacitos de aluminio caliente, se sublima el tricloruro de aluminio anhídrido y se deja condensar sobre las paredes frías de algún recipiente colocado para tal efecto.

#### b. - Preparación de tricloruro de aluminio anhídrido en la industria (1) (2) (5) (9) (14-25)

Actualmente existen varios métodos comerciales para la preparación de tricloruro de aluminio anhídrido; son usadas como materias primas el aluminio, la bauxita y algunos otros materiales que contienen un buen porcentaje de aluminio y, además, se usa tanto cloro como cloruro de hidrógeno. Los procesos de obtención industrial pueden ser resumidos de la siguiente manera: (5)

- 1.- La acción de cloro sobre pedazos de aluminio (haciendolo reaccionar a condiciones adecuadas)
- 2.- La acción de cloro sobre una mezcla de carbón y bauxita (el carbón se utiliza como agente reductor. La bauxita se calcina, se mezcla con carbón mineral, se tritura y se hace reaccionar esta mezcla con el cloro a  $850^{\circ}\text{C}$ ).
- 3.- La acción de cloruro de hidrógeno sobre aluminio o sobre bauxita mezclada con carbón mineral.

El producto hecho con aluminio metálico es el de mayor pureza pero es el más caro.

El producto obtenido de la bauxita dá una pureza aceptable para la mayoría de los usos. Para obtener una mayor pureza del producto éste puede sublimarse.

Detalles de un proceso industrial., (16)(18)(19)(10).

Se utiliza bauxita con un bajo porcentaje de sílice y fierro. Se calcina el material en un horno rotatorio calentado a  $950^{\circ}\text{C}$ , del horno se lleva la bauxita mediante trenes portadores de banda a un recipiente en donde se le agrega carbón en una proporción aproximada de tres partes de bauxita por una de carbón; la mezcla de bauxita y carbón son llevados a un pulverizador, convertidos en un polvo uniforme y de aquí llevados directamente a tolvas que alimentan cubetas mezcladoras en donde se mezclan con aceite y se saca una liga consistente parecida al asfalto fundido, las mezcladoras descargan automáticamente dentro de máquinas prensadoras que ligan la bauxita y el carbón a una presión de  $21\text{Kg}/\text{cm}^2$ , saliendo de las prensadoras ladrillos que pesan aproximadamente un kilo.

Los ladrillos formados anteriormente son precalentados aproximadamente a  $850^{\circ}\text{C}$  para eliminar toda la materia volátil, quedando un ladrillo duro de aproximadamente 82% de bauxita y 18% de carbón, los ladrillos así formados se cargan en el horno de cloración. Los hornos de cloración varían de tamaño según la capacidad de producción, están contruídos de ladrillos refractarios recubiertos con una capa de bauxita y sobre ésta una chaqueta de fierro, el objeto de la bauxita es proteger el fierro contra el cloro. Los ladrillos son cargados levantando la parte superior e introducidos por ahí; cercano a la parte superior tiene la entrada de cloro y cercano a la base la salida del tricloruro de aluminio anhidro que va unida a los condensadores. Se introduce por la parte inferior una ráfaga de aire durante unos minutos y enseguida se calien

tan los ladrillos a la temperatura deseada, se cierra la parte superior y se introduce el cloro por un período determinado de tiempo, se suspende la entrada de cloro se deja enfriar un poco y se procede a cargar nuevamente. El tiempo necesario para hacer el cambio de la carga de ladrillos depende de la capacidad del horno, esta operación se prosigue hasta que los ladrillos refractarios deben ser reemplazados, dichos ladrillos tienen una duración aproximada de 100 días de operación.

### C).- Importancia de la tesis

La importancia de la tesis deriva de las múltiples aplicaciones que tiene el tricloruro de aluminio, sobre todo en lo que se refiere a su uso como catalizador en síntesis orgánicas, que incluyen aplicaciones tales como alquilación de hidrocarburos tanto aromáticos como parafínicos, isomerización, halogenación, deshidratación, síntesis de cetonas y muchas otras más. Una de las más importantes reacciones en que interviene el tricloruro de aluminio es la isomerización de hidrocarburos parafínicos, esto es ejemplificado por la conversión de n-butano a isobutano, la de n-pentano a isopentano, estas reacciones son de gran importancia en la síntesis de combustibles de alto octonaje. Se utiliza también en la síntesis de cloruro de etilo, sustancia que es ampliamente usada en la fabricación de tetraetilo de plomo, aunque su principal aplicación consiste en su utilización como agente de condensación de la reacción de -- Friedel-Crafts (4)(8).

Cuando es usado en el tratamiento de aceites lubricantes y en el "cracking" del petróleo el tricloruro de aluminio funciona como agente de dispersión así como catalizador en la condensación.

La aplicación práctica de esta tipo de reacciones relacionadas a la industria del petróleo pueden ser resumidos de la siguiente manera: (5)

## DESCOMPOSICION.

- 1.- Preparación de gasolinas mediante cracking de hidrocarburos de alto punto de ebullición.
- 2.- Refinación por descomposición de compuestos orgánicos de azufre.

## POLIMERIZACION.

- 1.- Preparación de lubricantes y combustibles por polimerización de hidrocarburos de bajo punto de ebullición.
- 2.- Refinanciación por polimerización de constituyentes que forman gomas.

## ALQUILACION.

- 1.- Preparación de combustibles por alquilación de parafinas con olefinas.
- 2.- Síntesis de compuestos de bajo punto de ebullición por alquilación de compuestos aromáticos con olefinas grandes o haluros de alquilo.

## ISOMERIZACION

- 1.- Preparación de parafinas arborescentes de alto valor antidetonante
- 2.- Formación de anillos de hidrocarburos alifáticos.

## D).- Propiedades del tricloruro de aluminio anhídrico (3) (5) (14)

El tricloruro de aluminio anhídrico es una masa blanca formada por cristales hexagonales brillantes. En el mercado por lo general se le encuentra teñido de amarillo por la presencia de cloruro férrico. Se disuelve en el agua, ácidos y álcalis, forma dos hidratos que contienen 6 y 9 moléculas de agua respectivamente. Funde a 180°C aunque se sublima con facilidad. Los cristales tienen un fuerte olor a cloruro de hidrógeno, reacciona violentamente con el agua produciendo un calor de 77.9 K-Cal. por mol. La tendencia a la sublimación del tricloruro de aluminio ha dificultado la determinación exacta de sus constantes físicas. Se seleccionan los siguientes datos por

estar más bien establecidos: (14)

Temperatura crítica	356.5°C
Temperatura de sublimación	180.2°C
Punto triple	192.6°C a 171.5mmHg.

Los estudios de las densidades del vapor muestran que la forma natural del tricloruro de aluminio anhidro es en forma de dímero como  $\text{Al}_2\text{Cl}_6$  hasta 440°C. El dímero y el monómero coexisten hasta 800°C y el monómero es estable arriba de 1000°C. Estudios del cristal con rayos X da un valor de la densidad de 2.49gr/cm<sup>3</sup> y experimentalmente se obtienen valores de 2.44 a 2.465 gr/cm<sup>3</sup>. Es soluble en un gran número de compuestos orgánicos principalmente nitro y cloro compuestos, forma sales dobles con varias clases de sales orgánicas, esta tendencia es la usada en la preparación de estabilizadores a altas temperaturas.

### 2).- Especificaciones y Recomendaciones.

Las especificaciones varían según el uso a que se vaya a destinar. El compuesto más común de las impurezas es el cloruro férrico habiendo también pequeñas cantidades de cloruro de titanio, puede estar también presente el tricloruro de aluminio hidratado si el compuesto fué expuesto a la atmósfera húmeda. El tamaño de las partículas varía según el empleo a que se vaya a destinar y va desde grandes barras a polvos muy finos el poder de sublimación también es variable. Una especificación típica es:  $\text{AlCl}_3$  -- 97.5% min., Fe. 0.35% max., insolubles a 0.10 max. Prueba de sublimación, residuo 1.0% max. La prueba de sublimación consiste en sublimar una determinada cantidad de tricloruro de aluminio anhidro y determinar el residuo, esta prueba por lo general se complementa con una de fierro porque el cloruro férrico también sublima.

El tricloruro de aluminio anhidro debe ser manejado con cuidado, tanto en forma sólido-

da como en sus compuestos orgánicos puede causar fuertes quemaduras, la inhalación de los humos debe ser evitada; debe, asimismo, usarse ropa y equipo adecuado por quienes trabajan con este material.



### III.- EQUIPO Y MATERIAL USADO

El aparato utilizado consta de: (ver Fig. # 1)

1.- Fuente de cloro y medidor de gasto de cloro.

2.- Horno

3.- Reactor

4.- Líneas de conducción de producto.

5.- Condensador

6.- Sistema de eliminación de cloro que no reacciona.

- 1.- La fuente de cloro consiste de un tanque almacenador de cloro que tiene adaptado una tubería de cobre que es la que alimenta al reactor, conectado a la tubería de cobre y antes de llegar al reactor se encuentra un medidor de orificio, (véase), - que se utiliza para medir el flujo de cloro, el líquido que se usa en el tubo en U del medidor es el tetracloruro de carbono coloreado con una pequeña cantidad de yodo metálico.
- 2.- El horno que proporciona la temperatura necesaria para efectuar la reacción está construido de ladrillo refractario, es de forma circular y está protegido exteriormente por una chaqueta de hierro, el combustible utilizado es una mezcla de aire y gas natural, la mezcla de aire y gas es empujada por un ventilador centrífugo que permite regular tanto la velocidad de entrada del combustible como la proporción de aire y de gas. El horno tiene un pequeño tiro para dar salida a los gases de combustión.
- 3.- El reactor es un recipiente de hierro que está montado sobre el horno circular de tal manera que pueda ser calentado exteriormente por la combustión del gas. El reactor está herméticamente cerrado y tiene en su tapa un orificio por donde entra



el tubo que conduce al cloro, dicho tubo termina en un distribuidor colocado en la base del reactor. En la misma tapa se encuentra el orificio donde está adaptado el tubo de salida del producto, se encuentra así mismo en dicha tapa la tolva de alimentación de aluminio, dicha tolva se atornilla a la tapa cuando se va a alimentar luego se quita y se cubre el orificio con un tapón cuando se va a efectuar la reacción.

4.- Las líneas que conducen el tricloruro de aluminio anhidro obtenido están constituidas por tubos de fierro de 2 pulgadas de diámetro los cuales se calientan mediante resistencias eléctricas enrolladas en su parte exterior, el objeto del calentamiento es mantener las paredes de los tubos a una temperatura tal que se impida la condensación del producto sobre ellas y evitar así obstrucciones. Está armada de tal manera la línea de conducción que permita hacer fácilmente la eliminación de las obstrucciones en caso de presentarse (basta para ello quitar los tapones colocados en la T, (ver Fig. # 1).

5.- El condensador está constituido por dos tubos concéntricos que dejan un espacio entre ellos de 3.6 cms. que es lo que constituye la chaqueta de enfriamiento. En la parte central del tubo interior se encuentra colocada una flecha que tiene adaptadas unas paletas rectangulares, que se encuentran fijadas a la flecha mediante tornillos y pueden ser ajustadas a voluntad para dejarlas a una distancia tal que pasen lo más cerca de las paredes del tubo al girar la flecha. La flecha, que se introduce por la parte superior del condensador y se gira sobre una chumacera, - está sostenida en la parte inferior sobre unos tirantes que tiene colocada en su parte media un balero que permite la libre rotación de la flecha. En la parte superior del condensador se utilizó un balero sellado que permite el giro de la flecha y evita la fuga de cloro y de tricloruro de aluminio anhidro al medio ambiente.

Las paletas se encuentran colocadas en forma radial y perpendiculares a la flecha, la que es cuadrada en toda la sección que se encuentra dentro del condensador, exceptuando la entrada y la base de la misma. En la parte inferior del condensador se encuentra el tubo de salida del cloro que llega sin reaccionar. En la base del condensador se adapta una tolva cónica que es por donde se desaloja el tricloruro de aluminio anhidro, dicha tolva descarga en un frasco perfectamente sellado que es donde está recogiendo el producto final. En la parte superior de la tolva hay una compuerta que permite desalojar el producto con facilidad y, cuando se necesita suspender el peso del tricloruro de aluminio para sacar el producto obtenido en el frasco, dicha compuerta evita el contacto con el exterior al cerrarse, pudiéndose de esta manera seguir trabajando cuando se quita el frasco para sacar el producto en el contenido.

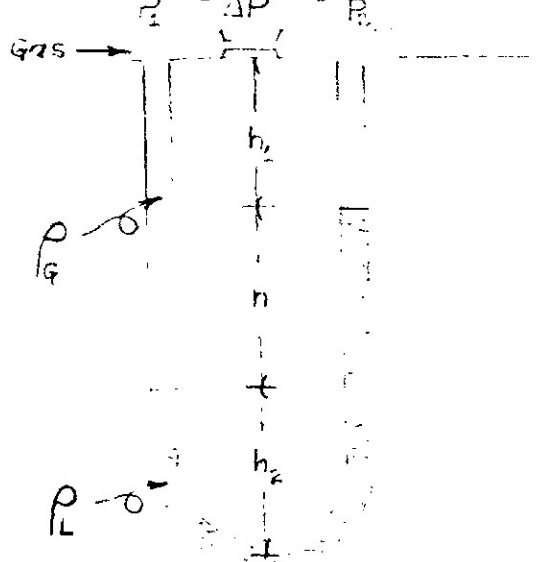
6.- Para eliminar el cloro que llega al condensador en estado libre se deja una salida en la base del condensador, dicha salida va conectada a una trampa y de ahí a una solución de sosa en donde se elimina el cloro al reaccionar. (El objeto de la trampa es reducir al mínimo el paso de humedad de la solución de sosa al condensador)

El tipo de empaque utilizado en el reactor fué lámina de asbesto, y para evitar posibles fugas en el balero sellado colocado en la parte superior del condensador, así como en el estopero de la llave que mueve la compuerta se utilizó empaque de cordón grafitado habiéndose obtenido buenos resultados en ambos casos.

DEMOSTRACION DE LA ECUACION QUE NOS RELACIONA LAS VELOCIDADES DE AIRE Y DE CLORO EN EL MEDIDOR.

Para demostrar la relación de las velocidades de aire y cloro en el medidor de tubo capilar (M) se sigue el siguiente criterio :

Si se supone que la altura del liquido en el manómetro es la misma



ma, ya sea pasando cloro o aire, la caída de presión en el tubo capilar del medidor será la misma basandose en el siguiente balance de presiones:

$$P_1 + h_1 \rho_g + h_2 \rho_g + h_2 \rho_L = P_2 + h_1 \rho_L + h_2 \rho_L + h_2 \rho_L$$

y como  $\rho_L - \rho_g \approx \rho_L$  ya sea considerando cloro o aire la ecuación anterior cambia a

$$P_1 - P_2 = h \rho_L$$

La caída de presión por fricción en un tubo capilar se puede relacionar mediante las ecuaciones de Poiseuille o de Fanning para flujo laminar y turbulento respectivamente.

Dado que la relación entre longitud del capilar y su diámetro es muy pequeña (L/D es igual a 9) y que, para el flujo mas pequeño de cloro a que se trabajó, se encontró un número de Reynolds de 1850, se establece que la caída de presión en el capilar puede ser calculada mediante la ecuación de Fanning.

PARA AIRE (1)

$$\Delta P_1 = \frac{2 f_1 L V_1^2 \rho_1}{g D}$$

PARA CLORO (2)

$$\Delta P_2 = \frac{2 f_2 L V_2^2 \rho_2}{g D}$$

Para una misma altura en el manómetro  $\Delta P_1 - \Delta P_2 = h \rho_L$

Luego:  $f_1 \frac{V_1^2 \rho_1}{1} = f_2 \frac{V_2^2 \rho_2}{2}$  de donde  $\frac{V_2}{V_1} = \sqrt{\frac{f_1}{f_2}} \times \sqrt{\frac{\rho_1}{\rho_2}}$

Dado que en flujo turbulento para una variación muy grande del número de Reynolds hay una variación muy pequeña del factor de fricción f

entonces :  $\sqrt{\frac{f_2}{f_1}} \approx 1$  por lo que  $\frac{V_2}{V_1} = \sqrt{\frac{\rho_1}{\rho_2}}$

Ecuación utilizada para la preparación de la Figura # 3 en la que podemos encontrar el gasto de cloro conociendo la diferencia de alturas en el manómetro

Figura #2

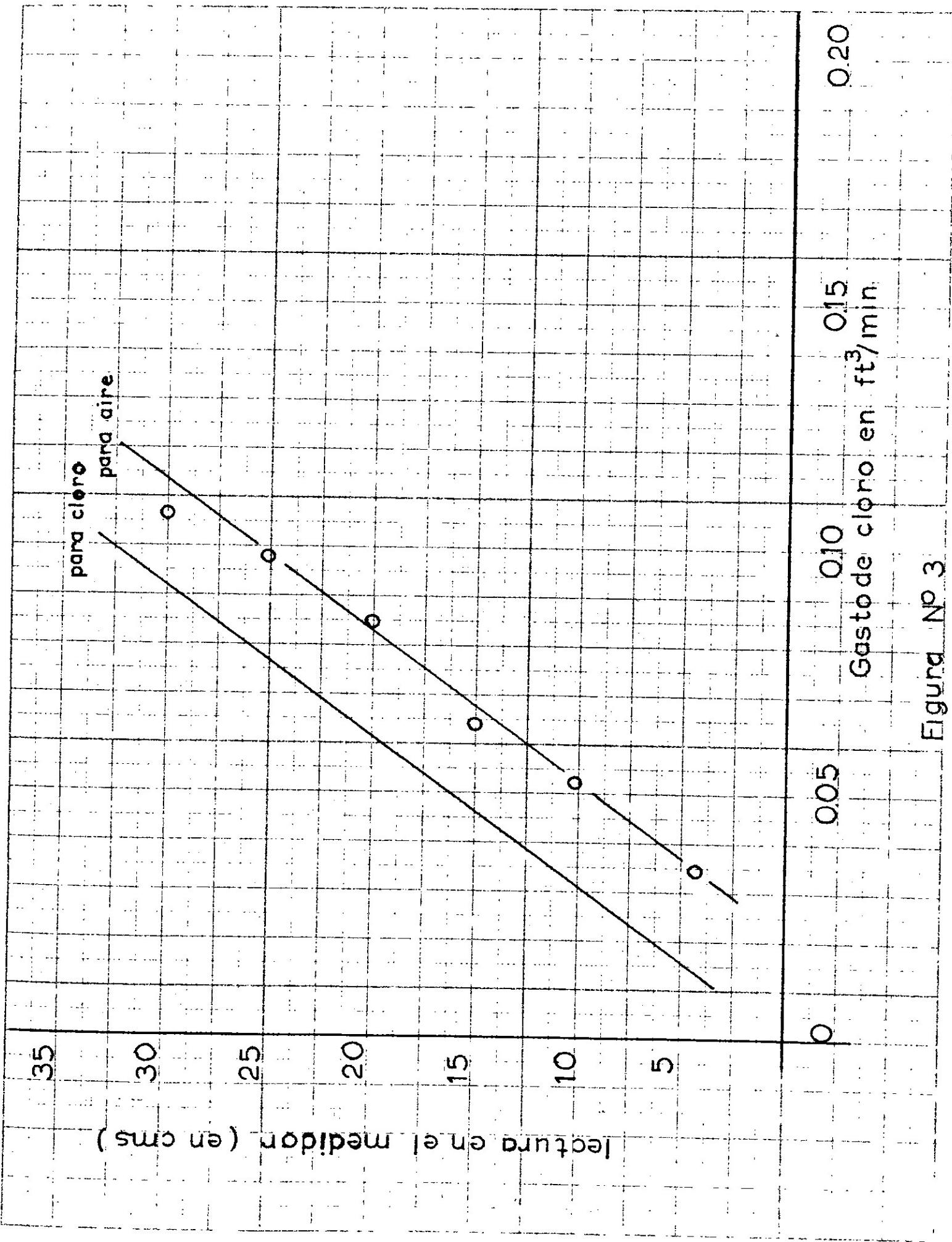


Figura N° 3

#### IV.- TRABAJO EXPERIMENTAL

El trabajo experimental seguido puede resumirse de la siguiente manera:

- A).- Calibración del medidor de gasto de cloro
- B).- Experiencia con el aparato
  - a.- Determinación del cloro que no reacciona
  - b.- Determinación de pureza
  - c.- Determinación de rendimiento
- A).- Calibración del medidor de gasto de cloro.

Para medir el gasto de cloro se utilizó un medidor de orificio, (M en Fig. # 1). La calibración del aparato se hizo mediante un gasómetro. El medidor se calibró únicamente con aire, ya que si se pasara cloro por el gasómetro se corría el peligro de dañarlo seriamente debido a la corrosión del cloro, y haciendo luego las correcciones correspondientes. Para calibrarlo se procede de la siguiente manera: Se hace pasar una corriente de aire por el medidor registrando la diferencia de niveles en el líquido dentro del tubo en U, y pasando esa misma corriente a través del gasómetro podemos encontrar el número de pies cúbicos que pasan en un tiempo dado; con los datos obtenidos anteriormente podemos hacer una gráfica que los relacione y poder rápida y fácilmente encontrar el gasto para cualquier diferencia de alturas en el tubo en U que nos interesa. Las correcciones necesarias para poder aplicar los datos encontrados para el aire al problema particular del cloro se dan en la Figura # 2 y los datos ya relacionados en una gráfica tanto para el aire como para el cloro se encuentran en la Fig. # 3.

- B).- Experiencias con el aparato.

Las experiencias que se hicieron con el aparato construido consistieron en lo siguiente

te: primeramente se acondicionó la temperatura del reactor a aquella a la cual se quisiera llevar a cabo la experiencia, enseguida se hizo la introducción de cloro a una velocidad fija, determinada por el medidor, se dejó pasar durante un tiempo determinado el cloro, se suspendió la entrada de dicho gas, se dejó enfriar y se extrajo el producto obtenido. Se determinó la cantidad de cloro que no reaccionó, la pureza del producto, y con los datos anteriores se procedió a hacer la determinación del rendimiento para dicha experiencia, anotando las condiciones de trabajo a que se efectuó la experiencia.

**a.- Determinación del cloro que no reaccionó.**

La determinación del cloro que llegó al condensador sin reaccionar es importante para conocer exactamente la cantidad de cloro que realmente formó tricloruro de aluminio. El cloro que no reaccionó salió por el tubo previamente colocado en el condensador para este efecto fue llevado a una solución valorada de sosa (hidróxido de sodio) en donde al reaccionar cambió la normalidad de la sosa y determinando, por titulación, el valor de dicho cambio se pudo encontrar el cloro que a dicha solución llegó. Conociendo el cloro total alimentado así como el que no reaccionó se puede calcular, por diferencia, la cantidad que realmente se utilizó para formar tricloruro de aluminio anhidro.

**b.- Determinación de pureza**

Para determinar el grado de pureza en el producto obtenido se tomó una muestra previamente pesada, se sujetó a sublimación a una temperatura de 180-185°C hasta que se dejó de observar la sublimación del tricloruro de aluminio anhidro que se distingue en forma de vapores blancos, se pesó enseguida el residuo y se calculó por diferencia lo que sublimó (tricloruro de aluminio anhidro).

**c.- Determinación de rendimiento.**

La determinación del rendimiento de tricloruro de aluminio anhidro se hizo pesando la cantidad total del producto obtenido, y restándole la cantidad de impurezas determinada como se cita en b), y relacionándolo con el que teóricamente se debió de obtener de acuerdo con el consumo de cloro.

c.- Manera de efectuar los cálculos.

1).- DATOS CONOCIDOS

Temperatura de operación.....	(de 250 a 350°C)
Lectura del manómetro.....	10 cms.
Tiempo de reacción.....	60 min.
Tiempo total de operación.....	95 min.

2).- CALCULO DEL CLORO TOTAL SUMINISTRADO

Para una lectura de 10 cms. de la Figura # 3 obtenemos una velocidad de 0.0313 pies cúbicos por min.

El cloro total suministrado será igual a 0.0313 por 60 o sea

1.88 pies cúbicos, que en gramos equivale a:

$$m \text{ (gr.)} = d \text{ (gr./lt.) } v \text{ (ft.cu.) } 29.32 \text{ (lt./ft.cu.)}$$

$$\text{Densidad del cloro } 3.214 \text{ (gr./lt.)}$$

$$m \text{ (gr.)} = 3.214 \text{ (gr./lt.) } 1.88 \text{ (ft.cu.) } 29.32 \text{ (lt./ft.cu.)}$$

$$m \text{ (gr.)} = 192.5 \text{ gr.}$$

3).- DETERMINACION DE LA CANTIDAD TEORICA DE TRICLORURO DE ALUMINIO QUE DEBE FORMARSE CON 192.5 Gr. DE CLORO.

Peso atómico de cloro..... 35.5 gr. por mol.

Peso atómico del aluminio..... 26.47 gr. por mol.

Peso molecular de tricloruro de aluminio.. 133.47 gr. por mol.

$$\begin{array}{r} 133.47 \text{ ----} 106.5 \\ X \quad \text{----} 192.5 \end{array} \quad X = 240 \text{ gr. teóricos}$$

#### 4).- CALCULO DEL RENDIMIENTO

Producto total obtenido..... 312 gr.  
Tricloruro en el producto..... 190 gr.  
Impurezas en el producto..... 122 gr.

$$\text{RENDIMIENTO} = \frac{190}{240} (100) = 78.6\%$$



# DATOS EXPERIMENTALES Y RESULTADOS

## RESULTADOS

## DATOS

NUMERO DE CORRIDA	TIEMPO TOTAL EMPLEADO	TIEMPO DE OPERACION	INTERVALO DE TEMPERATURA	LECTURA DEL MEDIDOR	PIES <sup>3</sup> POR MINUTO DE CLORO	PIES <sup>3</sup> DE CLORO TOTALES	GRAMOS DE CLORO TOTALES	GRAMOS TOTALES DE PRODUCTO	IMPUREZAS EN EL PRODUCTO	AICI <sub>3</sub> EN EL PRODUCTO	RENDIMIENTO
1	95	60	250 - 350	10	0.0313	188	1925	312.0	122.0	190.0	78.6
2	130	45	350 - 420	5	0.0160	0.72	60.5	76.1	24.6	51.5	67.5
3	140	35	400 - 470	30	0.0930	3.25	2960	294.4	78.1	216.3	58.1
4	110	60	450 - 550	20	0.0620	3.72	338.0	373.8	104.3	269.5	63.4
5	60	40	500 - 580	15	0.0470	1.88	171.0	197.3	52.1	145.2	69.1

## VI. CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES

El aparato experimentado trabajó satisfactoriamente en cuanto a la producción de tricloruro de aluminio anhidro, no así en lo referente al rendimiento, que resultó ser -- del orden de 53 a 79%, debido a impurificaciones en el producto, principalmente de tricloruro férrico. No se encontraron en la literatura datos referentes a rendimientos con otros aparatos con los cuales hacer comparación. El bajo rendimiento obtenido en este trabajo se debió principalmente a que los materiales de construcción -- del aparato no son los más adecuados, y aún cuando el producto aquí obtenido puede purificarse por sublimación, o sublimación fraccionada, el costo del tricloruro de aluminio aumenta. El calentamiento de los tubos de salida del producto mediante resistencias eléctricas también es una medida impráctica, ya que aumenta grandemente el costo de producción. Los datos referentes al cloro que no reacciona no se reportan en el presente trabajo, ya que al titular la solución de sosa se encontró una variación demasiado pequeña concluyéndose que a las condiciones a las que se trabajó no hubo desperdicio de cloro (si no reaccionaba con el aluminio lo hacía con el fierro).

### A).- Sugerencias para mejorar el aparato.

Siendo que la principal falla radica en que el fierro y el cobre son atacados por el cloro (aunque teóricamente el cloro no debería atacarlos cuando está seco), lo más conveniente es usar otros materiales más resistentes a la corrosión. A continuación se indican algunas de las posibles soluciones al problema:

El reactor podría fabricarse de material cerámico.

Los tubos que conducen el cloro pueden ser de un plástico resistente a la corrosión (por ejemplo mangueras de tygon, o de Serán).

Los tubos de conducción de tricloruro de aluminio anhidro pueden ser de material

cerámico o de algún plástico resistente (el fierro se puede usar con resultados más o menos aceptables).

El condensador puede ser construido de fierro, ya que, aunque es atacado, resiste un tiempo relativamente largo debido a que se forma en la superficie de las paredes una delgada capa de tricloruro de aluminio que las protege del ataque.

Asimismo, se recomienda eliminar el distribuidor de cloro dentro del reactor, poniendo en substitución de él la entrada del cloro por la parte inferior del reactor y sacar el producto por la parte superior. La anterior sugestión se hace fundándose en el hecho de que durante las experiencias dicho sistema presentó varios problemas:

Obstrucciones

Ataques por el cloro

Destrucción por el calor

También se recomienda eliminar el sistema de calentamiento de los tubos de salida del producto y substituirlo por una chaqueta de fierro dentro de la cual se hagan circular los gases calientes que salen del horno, con esto se lograría disminuir el costo de producción.

## VII - BIBLIOGRAFIA

- 1.- Britton E.C. Manufacture of Aluminium Chloride. Ind. Eng. Chem. 19, 251-54 (1954)
- 2.- Black H.S. Pines and Schmerling L. Manufacture of Aluminium Chloride. J. Am. Chem. Soc. 68, 153 (1946)
- 3.- Calvet E. Química General aplicada a la Industria, Salvat Editors, S. A. -----  
Vol. III, 67, (1944)
- 4.- Coughtin J.P. Friedel-Crafts reactions. J. Chem. Education 7 2376 (1930)
- 5.- Edwards, Frary and Jeffries, The aluminium Industry, McGraw-Hill, N. Y. ----  
Vol. I, 272, (1930)
- 6.- Francis A.W. Redi E.E. Ind. Eng. Chem. 38 1194-1203 (1946)
- 7.- González, Las Operaciones y los Aparatos Químicos, Editora Dossat Madrid  
Pag. 326 (1946)
- 8.- Gregging F.H. Unit process in Organic Synthesis McGraw-Hill N.Y. Pag. 640-  
690 (1947)
- 9.- Crommitt C. Case E.N. and Mitchell C.U. Ind. Chem. 38 141-44 (1946)
- 10.- Howard L. R. Introducción a la Química Salvat Editors, S.A. Barcelona Pag. 202  
(1956)
- 11.- Kingzetta, Chemical Encyclopedia, Pag. 45 D'Van nustrand Company (1945)
- 12.- Kirk Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology Interscience Encyclopedia  
Inc. Company, N.Y. Vol I Pag 632 (1947).
- 13.- Lee James, Materials of Construction for Chemical process Industries McGraw-  
Hill N.Y. Pag. 35 (1950).
- 14.- Mc Afee "The Manufacture of Commercial Anhydrous Aluminium Chloride" Ind.  
Eng. Chem. 21, 670-73 (1929)

- 15.- Mc Afee "Cheap of Aluminium Chloride" Ind. Eng. Chem. 5, 391 (1929)
- 16.- Mc Afee A. M. Manufacture of Aluminium Chloride Ind. Met. Eng. 35 422 (1929)
- 17.- Mc Afee A. M. Manufacture of Aluminium Chloride Ind. Eng. Chem. 29, 339 (1936)
- 18.- Mc Afee A. M. Anhydrous Aluminium Chlorides Ind. Eng. Chem. 31 648 (1939)
- 19.- Mc Afee A. M. Manufacture of Aluminium Chloride Ing. Eng. Chem. 32, 427 (1940).
- 20.- Mc Afee A. M. Manufacture of Aluminium Chloride Ind. Eng. Chem. 30, 6467 (1938)
- 21.- Gray C. W. Preparation of Aluminium Chloride Chem. Abs. 19, 155 (1925)
- 22.- Parsons C. E. and Feacks S. Manufacture of Aluminium Chloride Chem.
- 23.- Kelston O. C. Industrial Manufacture of Anhydrous Aluminium Chloride Bur. of mines tech paper 521, 38 pag. (1923) Chem. Abs. 16, 3235 (1922)
- 24.- Shreve R. N. Chemical process industries McGraw-Hill, N.Y. Pag. 450 (1945)
- 25.- Shifler Wm. E. and Anderson W. F. Manufacture of Aluminium Chloride Chem. Abs. 27, 1458 (1933).
- 26.- Winter F. K. Nicholson D. G. Fineberg E. Inorganic Synthesis McGraw-Hill, N.Y. Vol. III Pag 30 (1950).

