



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 29 Absatz 1 des Patentgesetzes

(19) **DD** (11) **221 968 A3**

4(51) C 25 B 11/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 25 B / 202 131 (22) 15.11.77 (45) 08.05.85

(71) VEB Chemische Werke Buna, 4212 Schkopau, DD

(72) Damert, Klaus, Dr. Dipl.-Phys.; Bisanz, Siegfried, Dipl.-Ing.; Henkel, Klaus-Dieter, Dr. Dipl.-Ing.; Kraneis, Hans-Udo, Dipl.-Ing.; Hoppe, Heinz; Hecht, Siegfried, DD

(73) siehe (72)

(74) Dr. Harry Schlieff, Kombinat VEB Chemische Werke Buna, 4212 Schkopau, DD

(54) Verfahren zur Zersetzung von Natriumamalgam in Vertikalzersetzern

(57) Die Erfindung ist anwendbar für die Zersetzung des Natriumamalgams, wie es bei der Chloralkalielektrolyse nach dem Quecksilberverfahren anfällt. Ziel der Erfindung ist es, die Amalgamzersetzung in Vertikalzersetzern so durchzuführen, daß die Parameter der Zersetzung eingehalten werden, aber der Einsatz des fabrikneuen und teuren Elektrographits entfällt. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Vertikalzersetzer mit gebrochenen verunreinigten Elektroden aus der Chloralkalielektrolyse gefüllt werden, die Füllung mit Wasser gespült wird und sodann die Zersetzung wie üblich durchgeführt wird.

202 131

- 1 -

Anmelder: VEB Chemische Werke Buna
4212 Schkopau

Bevollmächtigter Vertreter:
Dr. Harry Schließ im Kombinat
VEB Chemische Werke Buna,
4212 Schkopau

Titel der Erfindung

Verfahren zur Zersetzung von Natriumamalgam in Vertikalzersettern

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung ist anwendbar für die Zersetzung des Natriumamalgams, wie es bei der Chloralkalielektrolyse nach dem Quecksilberverfahren anfällt.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Zersetzung des Amalgams in Vertikalzersettern wurde erstmals 1934 im DRP 598 314 beschrieben. Danach erfolgt die Zersetzung in Türmen, die mit Graphitbrocken gefüllt sind. In die Türme werden das Amalgam und Wasser eingeleitet. Es entsteht Natronlauge und das Quecksilber wird zu-

rückgewonnen. Seit 1934 sind viele Versuche unternommen worden, um die Zersetzung zu verbessern.

Im praktischen Betrieb werden jedoch die meisten Zersetzertürme nach wie vor mit gebrochenem fabrikneuem Elektrographit gefüllt. Dem gleichzusetzen ist die Verwendung von Abfällen aus der mechanischen Bearbeitung von fabrikneuem Elektrographit, wie sie bei der Elektrodenherstellung anfallen. An den Zersetzergraphit werden vor allem folgende Forderungen gestellt: hohe Festigkeit (wegen der mechanischen Beanspruchung durch das schwere Quecksilber), hoher Kohlenstoffgehalt und Freiheit von Stoffen, die die Natronlauge verunreinigen könnten, wie z. B. NaCl. Obwohl nach Zeitner (Chem. Ing. Technik 34, 1962, S. 353-57) an das Zersetzermaterial nicht "so hohe Reinheitsforderungen gestellt werden wie bei Anoden", wird praktisch fabrikneuer Elektrographit, wie er auch für die Anoden verwendet wird, eingesetzt. Ein Nachteil dieser Vorgehensweise ist es, daß Elektrographit knapp und sehr teuer ist.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Zersetzung des Natriumamalgams so durchzuführen, daß die bestehenden Qualitätsanforderungen an die Natronlauge erfüllt werden, die Zersetzung ebenfalls wie bisher erfolgt aber nicht der teure und schwer beschaffbare fabrikneue Elektrographit eingesetzt werden muß.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Zersetzung von Natriumamalgam in Vertikalzersetzern zu entwickeln, wobei die Einhaltung der bekannten Qualitätsmerk-

male (Natriumgehalt im Quecksilber, NaOH-Qualität, Lichtabsorption) gewährleistet wird. Im übrigen sollen die obigen Anforderungen erfüllt werden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß in den bekannten Zersetztürmen nicht mehr der fabrikneue Elektrographit eingesetzt wird, sondern die verunreinigten Elektroden aus der Chloralkalielektrolyse mittels eines Brechers auf die gewünschte Korngröße gebracht werden, in die Zersetztürme eingefüllt, mit Wasser gespült und sodann in Betrieb genommen werden.

Bisher wurden die verunreinigten Anoden wesentlich als Abfallprodukt angesehen und als Aufkohlungsmittel für die Stahlindustrie verwendet. Die erfindungsgemäße Verwendung der verunreinigten Elektroden aus der Chloralkalielektrolyse ist aus folgenden Gründen unerwartet:

1. Das Zersetzermaterial muß hohe mechanische Festigkeit aufweisen, um den Abrieb durch das Quecksilber minimal zu halten. Die verunreinigten Anoden besitzen aber nicht mehr die ursprüngliche Festigkeit des Elektrographits (Cotton Wilkinson "Anorg. Chemie", 1967, Seite 277).
2. Das Zersetzermaterial darf die entstehende Natronlauge nicht über gewisse Toleranzgrenzen hinaus verunreinigen, das betrifft vor allem NaCl. Die verunreinigten Anoden sind jedoch mit einer starken Salzsicht (vor allem NaCl) versehen, wobei die Salze nicht nur an der Oberfläche angelegt sind, sondern sich auch im Inneren der Graphitbrocken befinden. Auf Grund der inneren Salze wäre eine Verunreinigung der NaOH zu erwarten gewesen.

3. Es ist zu erwarten, daß die Reinigung der verunreinigten Anoden vom Salz einen hohen Aufwand erfordert. Überraschenderweise zeigte sich jedoch, daß zweimaliges Spülen mit Flußwasser und nur einmaliges Spülen mit relativ sauberem Wasser ausreicht.

Bemerkenswert ist noch, daß der Elektrographit während der Chloralkalielektrolyse etwas quillt, wodurch die Porosität des Zersetzermaterials verbessert wird, was man als vorteilhaft für die Zersetzung ansieht.

Es ist natürlich möglich, die aus den verunreinigten Elektroden gewonnenen Graphitstücken mit üblichen fabrikneuen Zersetzergraphit in beliebigem Verhältnis zu mischen.

Die Erfindung soll anschließend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Ausführungsbeispiel

Die verunreinigten Graphitelektrodenreste aus der Chloralkalielektrolyse nach dem Quecksilberverfahren hatten einen Salzgehalt von 9,5 Gew.-%. In einem Walzenbrecher wurden die Stücke auf eine Größe von 12 bis 16 mm zerkleinert und 550 kg davon wurden in einen Zersetzerturm eingefüllt. Es wurde dreimal gespült, zweimal Flußwasser ($0,6 \text{ m}^3$) und einmal mit Trinkwasser ($0,3 \text{ m}^3$). In der letzten Spüllösung waren noch 20 mg/l Chloride enthalten, im Zersetzermaterial noch 0,028 % Cl nachweisbar.

Die spezifische Leistung des Zersetzens betrug 210 KA/m^3 . Noch nach 8 Monaten lag die Leistung des nach der vorliegenden Erfindung arbeitenden Zersetzerturms innerhalb der Toleranzgrenzen, die für Zersetzer mit nach bekanntem Stand der Technik üblicher Graphitfüllung gelten: Konzentration

202 131

- 5 -

der Natronlauge zwischen 40 und 50 %, Na-Gehalt im Quecksilber am Ausgang des Zersetzers kleiner 0,01 Gew.-% und Lichtabsorption bei 40 mm Schichtdicke im lichtelektrischen Kolonimeter nach B. Lange kleiner als 10 %.

- 6 -

202 131 - 6 -

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Zersetzung von Natriumamalgam in Vertikalzersettern mit Wasser und Graphit, gekennzeichnet dadurch, daß gebrochene verunreinigte, stark salzhaltige Graphit-elektroden aus der Chloralkalielektrolyse, gegebenenfalls in Mischung mit üblichem fabrikneuen Zersetzergraphit, nach ihrer Spülung mit Wasser, vorzugsweise zweimal mit Flußwasser und einmal mit Wasser besserer Qualität, verwendet werden.