



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 17. XII. 1962 (P 100 325)

Pierwszeństwo: 22. XII. 1961 Włochy

Opublikowano: 5.I.1967

Kl. 12 I 5/00

MKP C 01 d 5/00

UKD

BIBLIOTEKA

Twórca wynalazku: Iti Mini

Właściciel patentu: Montecatini Societa Generale per l'Industria Minera-
ria e Chimica, Mediolan (Włochy)

Urząd Patentowy
PRL

Sposób wytwarzania bezwodnego siarczanu sodowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania bezwodnego siarczanu sodowego czyli tenardytu z kizerytu i chlorku sodowego, bez wydzielania soli glauberskiej ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) jako produktu pośredniego. W procesie tym unika się zużycia dużej ilości ciepła potrzebnego do odwodniania soli glauberskiej przez co proces taki jest bardzo ekonomiczny.

Znany sposób wytwarzania bezwodnego siarczanu sodowego polega na reakcji kizerytu ($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) z chlorkiem sodowym w wodzie, ochłodzeniu mieszaniny reakcyjnej do około 0°C , na skutek czego następuje wytrącenie soli glauberskiej ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$). Następnie sól glauberską poddaje się odwodnieniu przez „roztopienie” z zawróconym ługiem macierzystym, lub „roztopienie” i wysolenie chlorkiem sodowym, albo też „roztopienie” i zatężenie z ługiem macierzystym.

Znany sposób jest niedogodny, ponieważ ze względu na wysokie ciepło hydratacji wywiązujące się przy przemianie Na_2SO_4 w $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$, proces chłodzenia i odwodniania jest złożony i wymaga zawracania do obiegu dużej ilości materiału. Poza tym znany sposób wymaga oddzielania ciał stałych, a mianowicie przejściowego produktu $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ i produktu końcowego Na_2SO_4 .

Stwierdzono, że można wytwarzać bezwodny

2

siarczan sodowy w jednym ciągu technologicznym bez wyodrębniania produktu pośredniego jeżeli reakcję między kizerytem i chlorkiem sodowym prowadzi się wielostopniowo, traktując wodą mieszaninę tych związków w przeciwnym kierunku w temperaturze $50-85^\circ\text{C}$, przy czym na każdym stopniu baterii reaktorów mieszaninę soli z wodą, po kolejnym poddaniu jej reakcji, rozdziela się na substancję stałą stopniowo wzbogacaną w Na_2SO_4 i ciecz stopniowo wzbogacaną w MgCl_2 . Substancję stałą pochodzącą z n-tego stopnia miesza się, do uzyskania konsystencji papkowatej, z cieczą pochodzącą z n+2-ego stopnia. Produkt stały pochodzący z ostatniego stopnia suszy się uzyskując bezwodny Na_2SO_4 . Na każdym stopniu następuje więc wzbogacanie fazy ciekłej w chlorek magnezu, zaś faza stała stopniowo przekształca się w astrachanit ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot \text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) i chlorek sodowy a następnie przechodzi w wanhofit ($3 \text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot \text{MgSO}_4$) i chlorek sodowy, później w ansit ($\text{MgSO}_4 \cdot \text{NaCl} \cdot 9 \text{Na}_2\text{SO}_4$) i wreszcie w tenardyt (Na_2SO_4).

Według wynalazku do reakcji stosuje się kizeryt i chlorek sodowy w postaci mieszaniny stanowiącej łatwo dostępny uboczny produkt przy przeróbce soli potasowych, zwłaszcza soli twardych, karnalitu i soli mieszanych lub kainitu.

Sposób według wynalazku schematycznie przedstawiono na fig. 1 i 2, na których linią ciągłą

oznaczono drogę produktu stałego, linią przerywaną — cieczy, zaś linią „kropka — kreska” drogę substancji papkowatej. Proces prowadzi się w baterii reaktorów, przy czym każdy stopień baterii składa się z reaktora 1 zaopatrzonego w mieszadło 2, pompę 3 oraz w urządzenie zagęszczające 4. Kizeryt i chlorek sodu wprowadza się do reaktora 1 pierwszego stopnia baterii przewodem 11 i 12, zaś wodę wprowadza się do ostatniego stopnia baterii przewodem 13.

Produkt gotowy odbiera się z ostatniego stopnia przewodem 14, zaś z pierwszego stopnia odprowadza się przewodem 15 roztwór zawierający głównie chlorek magnezowy.

W każdym pośrednim stopniu wytwarza się papkę z substancji stałej wprowadzonej do reaktora 1 przewodem 17 i cieczy doprowadzanej przewodem 18 stanowiącej filtrat uzyskany z urządzenia zagęszczającego 4 następnego stopnia. Papkę przeladowuje się pompą 3 i przewodem 16 do urządzenia zagęszczającego 4, w którym oddziela się substancję stałą 17 i wprowadza ją do następnego stopnia baterii, a przesącz 18 kieruje się do wcześniejszego stopnia, zgodnie z zasadą przeciwpływu.

Siarczan sodowy opuszczający baterię przewodem 14 może niekiedy zawierać zanieczyszczenie, wówczas należy zwiększyć stopniowość urządzenia, bądź też zaopatrzyć je, tak jak to przedstawiono na fig. 2, w przenośnik ślimakowy 5. W przenośniku ślimakowym 5 zaopatrzonym w ślimak 6 produkt końcowy 14 opuszczający ostatni stopień baterii styka się w przeciwpływie z wodą doprowadzaną przewodem 13. W ten sposób wymywane są z produktu zanieczyszczenia bardziej rozpuszczalne, które przechodzą do fazy ciekłej 21 a fazę stałą 20 stanowi czysty produkt opuszczający ślimak przewodem 22. Faza ciekła opuszczająca przenośnik ślimakowy 5 kierowana jest przewodem 19 do ostatniego stopnia baterii reaktorów.

Gotowy produkt opuszczający baterię reaktorów odwirowuje się i suszy.

Przykład. 1000 g kizerytu o następującym składzie:

siarczanu magnezu ($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	60 %
chlorku sodowego (NaCl)	25,5%
chlorku magnezu (MgCl_2)	3,7%

chlorku potasowego (KCl)	2,1%
wody (H_2O)	8,7%

5 wprowadza się w reakcję z 313 g 99%-owej soli kamiennej (NaCl) i 1530 g wody w przeciwpływie, w temperaturze 65°C , w baterii reaktorów według fig. 1. Oczyszczanie produktu końcowego następuje w przenośniku ślimakowym w przeciwpływie i otrzymuje się 423 g praktycznie czystego siarczanu sodowego o 47% wilgotności, którą usuwa się przez odwirowanie i suszenie.

Jednocześnie otrzymuje się 2410 g roztworu, o następującym składzie:

15 wody (H_2O)	69 %
chlorku magnezowego (MgCl_2)	13,9%
chlorku potasowego (KCl)	0,9%
20 siarczanu magnezowego (MgSO_4)	7,4%
chlorku sodowego (NaCl)	9,7%

Roztwór ten unosi w zawiesinie wszystkie nierozpuszczalne substancje, znajdujące się w kizerycie i w soli kamiennej dzięki temu, że gęstość ich jest mniejsza od gęstości fazy krystalicznej. A więc te nierozpuszczalne substancje zostają usunięte wraz z roztworem i siarczan sodowy otrzymuje się praktycznie wolny od nich, dzięki czemu może być stosowany w farbiarstwie.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania bezwodnego siarczanu sodowego przez reakcję kizerytu z chlorkiem sodowym, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się wielostopniowo, traktując mieszaninę kizerytu i chlorku sodowego wodą w przeciwpływie w temperaturze $50-85^\circ\text{C}$, przy czym na każdym stopniu baterii reaktorów mieszaninę soli z wodą po kolejnym poddaniu jej reakcji rozdziela się na substancję stałą, stopniowo wzbogacaną w Na_2SO_4 i ciecz, stopniowo wzbogacaną w MgCl_2 , po czym substancję stałą pochodzącą z n — tego stopnia miesza się do uzyskania konsystencji papkowatej z cieczą pochodzącą z n + 2-ego stopnia, a uzyskany w ostatnim stopniu stały produkt suszy się.

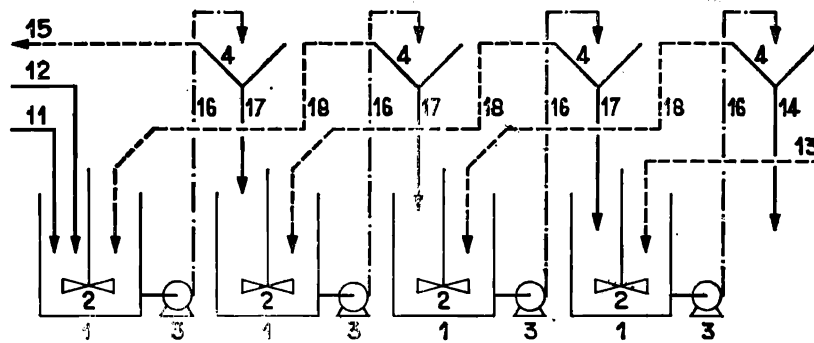


FIG.1

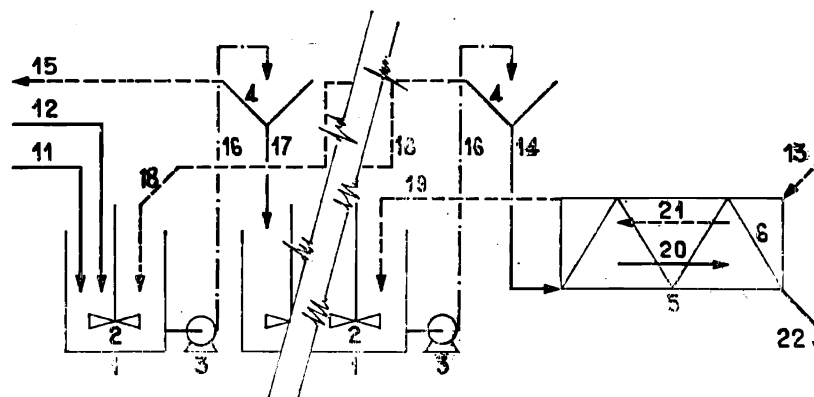


FIG. 2