



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202 603

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 19 06 78  
(21) PV 4005-78

(51) Int. Cl.<sup>7</sup> C 09 C 1/24

(40) Zveřejněno 30 04 80  
(45) Vydáno 01 06 83

(75)  
Autor vynálezu HEJL VLASTIMIL ing., PŘEROV, MEDEK JAROSLAV ing., BRNO, DADÁK VOJTĚCH ing.,  
KORYČÁNEK LADISLAV ing., ŠVÁB MILAN ing., PŘEROV, FOŘT IVAN ing. a  
VLČEK JIŘÍ ing., PRAHA

(54) Způsob zvětšování reaktoru pro výrobu železitých pigmentů

1

Známé postupy výroby železitých pigmentů, to je kysličníků a hydroxidů železa,  $\alpha$ -FeOOH,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> s pigmentovou velikostí primárních částic, jsou vyráběny oxidační hydrolyzou roztoků železnatých solí za přítomnosti zárodků. Jednotlivé technologické postupy se od sebe liší použitým oxidačním a neutralizačním činidlem. Při Pennimanově postupu je roztok železnaté soli oxidován probublávaným vzduchem za současné neutralizace kovovým železem. Při Haber - Kaufmannovu postupu je roztok železnaté soli oxidován dusičnany kovů nebo amoniakem a současně neutralizován zásadou. Béchampův způsob výroby železitých pigmentů využívá k oxidaci roztoku železnatých solí aromatických nitrolátů a k neutralizaci kovového železa. Při Martinově způsobu výroby je roztok železnaté soli oxidován vzdušným kyslíkem a neutralizován zásadou.

U obou postupů používaných jako oxidovadla vzdušný kyslík, Pennimanova a Martinova, je reakční rychlost oxidace odvislá od stupně rozptýlení vzduchu v reakční suspenzi. Se zmenšující se velikostí vzduchových bublin v suspenzi se zvyšuje mezifázový povrch vzduch - kapalina, vzrůstá rychlost přestupu kyslíku do suspenze a tím i rychlost reakce. Současně roste i stupeň využití kyslíku ze vzduchu a zmenšuje se objem plynů unikajících z reakce. Protože tyto plyny jsou nasyceny vodní parou při teplotě reakce, snižuje se i množství potřebného tepla k udržování reakční teploty.

Stupeň dispergace vzduchu v reakční suspenzi má tedy rozhodující vliv nejen na re-

202 803

akční rychlost, ale i na spotřebu tepla.

Pro rozptylování vzduchu v reakční suspenzi jsou používány různé způsoby. Při výrobě železitých pigmentů je nejčastěji používán rozptyl pomocí děrovaného dna.

Rozptyl vzduchu pomocí děrovaného dna má řadu nevýhod. Při velkých otvorech ve dně je účinnost rozptylu nízká a tím je nízká i reakční rychlost. Spotřeba tepla pro udržování reakční teploty je vysoká. Se zmenšujícím se rozměrem otvorů a tím i bublin vzduchu se sice reakční rychlost zvyšuje a spotřeba tepla snižuje, ale současně dochází k narůstání tlakového spádu na reaktor a k ucpání otvorů produkty reakce a tím k nerovnoměrnému rozptylu vzduchu v reakčním objemu.

Mnohem výhodnější je rozptyl vzduchu do reakční suspenze pomocí míchadla. Tímto způsobem je oproti předchozímu zvyšována například reakční rychlost při výrobě  $\text{FeOOH}$  z 1,4 na 8,0 g/l.h, využití kyslíku z 7 na 40 % a spotřeba páry klesá z 13 tun na 1 tunu  $\text{FeOOH}$  na nulu. Naopak je nutno část reakčního tepla odvádět chlazením.

Způsob výroby železitých pigmentů Martinovým postupem za použití dispergačního míchadla, kterým je rozptylován oxidační vzduch do reakční suspenze, je popsán například v autorském osvědčení číslo 168 915.

Ve válcové nádobě o průměru 400 mm a výšce 3100 mm je do reakční suspenze 232 l rozptylován vzduch pomocí míchadla o průměru 130 mm a počtu otáček  $2800 \text{ min}^{-1}$ . Na obvodu vnitřního pláště válce jsou umístěny 4 narážky, aby se zabránilo rotačnímu pohybu kapaliny. Na tomto zařízení bylo dosaženo při výrobě  $\text{FeOOH}$  a příkonu míchadla cca  $1,4 \text{ kW/m}^3$  suspenze reakční rychlosti zoxidovaného železa 9 g/l.h.

Při zvětšování zařízení na provozní velikost se projevují potíže s udržováním požadované reakční rychlosti. Neúměrně roste elektrický příkon pro pohon míchadla vztaženo na  $\text{m}^3$  suspenze, dochází k nehomogennímu rozdělení pH v suspenzi a klesá využití kyslíku.

Podstata vynálezu spočívá ve způsobu zvětšování reaktoru při zachování uvedených příznivých parametrů malého zařízení. Postupným zvětšováním zařízení z 250 litrů účinného objemu na  $25 \text{ m}^3$  a  $90 \text{ m}^3$  bylo vyvinuto zařízení provozní velikosti o takové geometrii vnitřního prostoru a chladicích hadů, u kterého jsou zachovány nebo zlepšeny kvalitativní parametry menšího zařízení, jako rychlost oxidace železnatého iontu, snížení specifického příkonu míchadla a zvětšeno využití kyslíku.

1) Přizvětšování reaktoru bylo zjištěno, že zůstane zachována vysoká účinnost rozptylu vzduchu a homogenita rozptylu neutralizačního činidla v reakční suspenzi, které jsou podmínkou vysoké reakční rychlosti, kvality vyráběného pigmentu při současně nízké spotřebě elektrické energie pro rozptyl vzduchu a tepelné energie pro udržování reakční teploty vztažené na  $1 \text{ m}^3$  suspenze, když jsou zachována následující kritéria zvětšování reaktoru :

1. Poměr průměru A ku výšce B reaktoru 1 ;  $A : B = 0,5 - 1,0$
2. Poměr průměru C míchadla 3 k průměru A reaktoru 1 ;  $C : A = 0,1 - 0,3$
3. Poměr výšky D míchadla 3 nade dnem reaktoru 1 k průměru C míchadla 3 ;  
 $D : C = 0,5 - 2,0$

4. Poměr výšky E narážky 6 k průměru A reaktoru 1 ;  $E : A = 0,8 - 1,2$  a potom poměr šířky F narážky 6 k průměru A reaktoru 1 ;  $F : A = 0,05 - 0,2$  při počtu 4 - 8 narážek na vnitřním obvodu reaktoru a vzestupné rychlosti plynu  $0,5 \cdot 10^{-2}$  až  $5,0 \cdot 10^{-2}$  m/s.

Popsaným způsobem zvětšování reaktoru bylo dosaženo podstatného zlepšení ekonomických parametrů výroby, především úspory energie v důsledku snížení specifického příkonu míchadla a snížení spotřeby tlakového vzduchu v důsledku zvýšení využití kyslíku k oxidaci železnatého iontu a snížením odparu vody ze suspenze během reakce. Byly nalezeny matematické vztahy pro zvětšování reaktoru.

Vynález je zobrazen na připojeném výkresu, kde A znamená průměr reaktoru, B výšku reaktoru, C průměr míchadla, D výšku míchadla nade dnem reaktoru, E výšku narážek, F šířku narážek, 1 reaktor, 2 rozdělovač vzduchu, 3 míchadlo, 4 přívod zásady, 5 topný a chladič had, 6 narážky.

#### Příklad I.

Do reaktoru o účinném klidovém objemu  $25 \text{ m}^3$ , poměru průměru reaktoru A ku výšce reaktoru B,  $A : B = 0,6287$ , poměru průměru dispergačního míchadla C k průměru reaktoru A ;  $C : A = 0,1447$  a poměru výšky míchadla nade dnem reaktoru D k průměru míchadla C ;  $D : C = 0,64$ , bylo načerpáno požadované množství suspenze goethitového zárodku a roztoku síranu železnatého. Po vyhřátí reakční suspenze na  $40^\circ \text{C}$  byla zahájena oxidačně neutralizační reakce. K rozptýlu oxidačního vzduchu bylo použito turbinového míchadla podle ON 6910 21 o otáčkách 500/min. Během operace bylo dosaženo následujících parametrů :  
Oxidační rychlosti železnatého iontu  $6,2 \text{ g Fe/l.h.}$ , specifického příkonu míchadla  $1,1 \text{ KW/m}^3$  klidové suspenze, využití kyslíku v oxidačním vzduchu  $27,7 \%$  a hodnota pH suspenze v celém objemu kolísala v rozmezí  $\pm 0,2$  pH. Spotřeba oxidačního vzduchu činila  $317 \text{ Nm}^3/\text{h}$ , což odpovídá vzestupné rychlosti plynu  $9,5 \cdot 10^{-3} \text{ m/s}$ .

#### Příklad II.

Do reaktoru o účinném klidovém objemu  $90 \text{ m}^3$ , poměru průměru reaktoru A ku výšce reaktoru B,  $A : B = 0,625$ , poměru průměru dispergačního míchadla C k průměru reaktoru A,  $C : A = 0,15$  a poměru výšky míchadla nade dnem reaktoru D k průměru míchadla C,  $D : C = 1,20$ , bylo načerpáno požadované množství suspenze goethitového zárodku a roztoku síranu železnatého. Po vyhřátí suspenze na  $40^\circ \text{C}$  byla zahájena oxidačně neutralizační reakce. K rozptýlu oxidačního vzduchu bylo použito turbinového míchadla podle ON 6910 21 o otáčkách 300/min. Během reakce bylo dosaženo následujících kvalitativních parametrů. Oxidační rychlosti železnatého iontu  $7,6 \text{ g Fe/l.h.}$ , specifického příkonu  $0,77 \text{ KW/m}^3$  klidové suspenze, využití kyslíku v oxidačním vzduchu  $41,7 \%$  a hodnota pH suspenze v celém objemu reaktoru kolísala v rozmezí  $\pm 0,2$  pH. Spotřeba oxidačního vzduchu činila  $810,2 \text{ Nm}^3/\text{h}$ , což odpovídá vzestupné rychlosti plynu  $1,1 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ .

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob zvětšování reaktoru pro výrobu železitých pigmentů zárodkovanou oxidačně neutralizační hydrolýzou roztoků železnatých solí, který je opatřen narážkami, topnými a chladicími hady, ve spodní části míchadlem, vyznačující se tím, že při zvětšování reaktoru činí poměr průměru (A) ku výšce (B) reaktoru (1) 0,5 - 1,0, poměr průměru (C) míchadla (3) k průměru (A) reaktoru (1) 0,1 - 0,3, poměr výšky (D) míchadla (3) nade dnem reaktoru (1) k průměru (C) míchadla (3) 0,5 - 2,0, poměr výšky (E) narážky (6) k průměru (A) reaktoru (1) 0,8 - 1,2, poměr šířky (F) narážky (6) k průměru (A) reaktoru (1) 0,05 - 0,2 při počtu 4 - 8 narážek a vzestupné rychlosti plynu  $0,5 \cdot 10^{-2}$  až  $5,0 \cdot 10^{-2}$  m/s.

1 výkres

