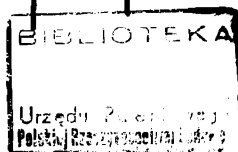


Warszawa, 24 listopada 1934 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20597.

Kl. 12 m, 7.

12 m, 7/76

Kalunite Company
(Philadelphia, Pennsylvania, Stany Zjednoczone Ameryki).

Sposób wytwarzania ałunu zasadowego.

Zgłoszono 4 kwietnia 1933 r.

Udzielono 10 października 1934 r.

Pierwszeństwo: 22 kwietnia 1932 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy strącania z roztworu ałunu normalnego osadu, złożonego z ałunu zasadowego. Pod nazwą ałun zasadowy rozumie się związek ałunowy potasowca, względnie siarczanu amonowego, albo mieszaniny obu tych siarczanów z zasadowym siarczanem glinowym i wodą.

Wiadomo, że roztwór ałunu normalnego, dostatecznie ogrzany, strąca ałun zasadowy, przyczem powstaje ług macierzysty, zawierający kwas siarkowy, wytworzony podczas reakcji i usunięty z normalnego siarczanu glinowego, stanowiącego składnik ałunu normalnego, wraz z częścią siarczanu potasowca lub siarczanu amonowego ałunu normalnego, która nie jest potrzeb-

na do wytworzenia ałunu zasadowego. Wiadomo również, że powyższa reakcja zostaje ułatwiona przez zmieszanie roztworu ałunu normalnego z roztworem siarczanu potasowca lub siarczanu amonowego, użytych (najlepiej) w ilości równoważnej w stosunku do ilości siarczanu potasowca lub siarczanu amonowego, zawartej w ałunie normalnym. Chociaż wyżej wspomniana reakcja jest znana, jednakże nie znalazła praktycznego zastosowania prawdopodobnie wskutek tego, że nie znano zadowalających metod jej wykonywania w skali przemysłowej.

W patencie Nr 20596 opisano sposób, zapomocą którego roztwór ałunu normalnego jest doprowadzany strumieniem

ciągłym do zbiornika przepływowego, odpowiednio wysokoprężnego, i ogrzewany podczas przepływu przez ten zbiornik przez wtryskiwanie do przepływającego roztworu ałunu wysokoprężnej pary wodnej.

Wynalazek niniejszy polega na utrzymywaniu w górnej części zbiornika przepływowego warstwy pary wysokoprężnej o właściwej temperaturze przez nieustanny jej dopływ. Ta warstwa pary znajduje się ponad cieczą, zawartą w dolnej części zbiornika przepływowego; ciecz zaś składa się z ługu macierzystego, z którego strąca się ałun zasadowy, oraz z mniejszej lub większej ilości nierozłożonego roztworu ałunu normalnego i zawiera w zawiesinie strącony ałun zasadowy. Wypływ tej cieczy ze zbiornika jest regulowany w celu utrzymywania stale jednakowej jej objętości i w przybliżeniu stałego poziomu oraz ilości. Zgodnie z tym procesem, roztwór ałunu wtryskuje się do zbiornika tak, iż spada on szeregiem strumieni przez warstwę pary wysokoprężnej oraz ogrzewa się, pochłaniając z pary ilość ciepła, dostateczną do podniesienia jego temperatury do punktu, w którym powstaje ałun zasadowy. Oczywiście, dopływ roztworu ałunu i pary reguluje się tak, żeby wypływ cieczy ze zbiornika przepływowego odpowiadał dopływowi roztworu oraz wody, pochodzącej ze skroplenia pary, wskutek czego objętość pary wysokoprężnej oraz poziom cieczy w zbiorniku pozostają w przybliżeniu stałe.

Temperatura, do której roztwór musi być ogrzany w celu praktycznego wytwarzania ałunu zasadowego, przekracza 140°C i okazało się, że trzeba ogrzać roztwór do temperatury w przybliżeniu 185 do 200°C , aby osiągnąć najlepsze wyniki. Podczas obróbki roztworu ałunu normalnego bez dodawania nadmiaru siarczanu potasowca lub siarczanu amonowego strącenie w tej najlepszej temperaturze jest nadzwyczaj szybkie i osiąga w przybliżeniu 85%

glinki, zawartej w materiale wyjściowym, przyczem następuje to w warunkach, w których roztwór przepływa przez zbiornik w ciągu 6 do 10 minut. Strącenie w przybliżeniu około 95% osiąga się, jeśli z roztworem ałunu zmieszać nadmiar siarczanu potasowca lub amonowego.

Okazało się, że proces powyższy przebiega bez zakłóceń i nadaje się do wytwarzania strąconego ałunu zasadowego o nadzwyczajnie drobnych cząstkach, co jest pożądane do pewnych celów handlowych, np. do wytwarzania pigmentów lub materiałów wypełniających i do szybkiego uskutecznienia pewnych chemicznych reakcji ałunów zasadowych z ciałami stałymi lub cieczami. Rozmiary cząstek można regulować, dobierając grubość warstwy pary sprężonej, przez którą spada roztwór. W razie, gdyby w ciągu opadania roztworu przez parę nie nastąpiło całkowite strącenie, można je prowadzić w dalszym ciągu w cieczy i w tym przypadku do cieczy należy wpuszczać dodatkowo parę sprężoną, w celu podniesienia i utrzymywania temperatury cieczy w ciągu całego strącania w warunkach korzystnych. Jeśli proces powyższy jest prowadzony w warunkach opisanych, to podczas przelotu strumienia roztworu przez parę powstają drobne kryształki strąconego ałunu zasadowego, wzrastające, dzięki strącaniu dodatkowego ałunu zasadowego, w warstwie cieczy.

Podczas pracy ze zbiornikiem przepływowym, w którym grubość warstwy pary wynosiła około 3 m, a roztwór normalnego ałunu amonowego, zmieszany z roztworem siarczanu amonowego, użytym w ilości równoważnej w stosunku do ilości tego związku, zawartej w ałunie amonowym, wtryskiwano od góry do warstwy pary około 30 strumieniami, uchodzącymi z otworów zraszalnika o średnicy 2,5 mm, przeciętna średnica cząstek strąconego zasadowego ałunu amonowego wynosiła w przybliżeniu $1\ \mu$, przyczem reakcja osią-

gnęła praktycznie stan równowagi. W razie zmniejszenia grubości warstwy parowej i odpowiednio zwiększenia grubości warstwy cieczy w praktyce zwiększają się znacznie rozmiary cząstek strąconego osadu. W takich warunkach podczas przelotu roztworu przez parę nie zachodzi strącenie całkowite, lecz odbywa się ono w dalszym ciągu w warstwie cieczy, znajdującej się pod parą, dzięki czemu drobne kryształki, wytworzone w roztworze podczas jego przejścia przez parę, narastają wskutek dalszego strącania ałunu zasadowego z warstwy cieczy.

W procesie niniejszym zużycie pary nasyconej w przybliżeniu pod ciśnieniem wzorcowym 13,5 at wynosi około 4,2 kg na 1 kg glinki, strąconej w postaci ałunu zasadowego, jeśli początkowe stężenie roztworu ałunu wynosiło 80% i jeśli roztwór ten wprowadzono do zbiornika przepływowego w temperaturze 100°C. Można również wpuszczać większą ilość pary, przy czym strącanie ałunu zasadowego zostaje przyspieszone oraz zwiększa się szybkość przepływu roztworu przez zbiornik. Zastosowanie mniejszej ilości pary powoduje oczywiście słabsze strącanie ałunu zasadowego, a w celu strącenia całkowitego trzeba szybkość przepływu roztworu przez zbiornik odpowiednio zmniejszyć.

Na rysunku fig. 1 przedstawia przekrój pionowy zbiornika przepływowego, odpowiedniego do użycia w praktyce w myśl wynalazku; przekrój jest wykonany wzdłuż linii, na której rury parowe wchodzi do zbiornika. Fig. 2 przedstawia przekrój poprzeczny wzdłuż linii 2—2 na fig. 1.

A oznacza płaszcz zewnętrzny zbiornika lub autoklawu, wykonany najlepiej ze stali i dostatecznie odporny na ciśnienie, jakiemu podlega. A_1 oznacza górny koniec autoklawu, A_2 zaś — dolny koniec. Litera B oznacza powłokę z kwasoodpornego metalu, najlepiej z ołowiu, a C — okładzinę wewnętrzną z kwasoodpornego, obojętne-

go materiału ogniotrwałego, np. cegieł kwasoodpornych. D oznacza przewód wpu-
stowy, przez który roztwór ałunu jest wprowadzany bez przerwy do autoklawu pod ciśnieniem, nieco przewyższającym ciśnienie, panujące w autoklawie. Przewód ten kończy się najlepiej w górnym końcu zbiornika przepływowego wylotem dziurkowanym D_3 . Litera D_1 oznacza pompę, tłoczącą roztwór do zbiornika, a D_2 — zawór, regulujący przepływ roztworu do zbiornika, E — przewód wypustowy, prowadzący od dna autoklawu, F zaś — zawór, regulujący przewód, przez który ciecz jest spuszczana ze zbiornika przepływowego. G oznacza zbiornik, do którego roztwór i wytworzony zeń osad spływają z otworu wypustowego autoklawu i z którego uchodzi para w odpowiednio uregulowanych warunkach, dzięki którym temperatura roztworu zostaje szybko obniżona.

H oznacza rurę parową, połączoną ze źródłem pary pod ciśnieniem, przewyższającym ciśnienie w autoklawie. H_1 oznacza rurę parową, prowadzącą parę z rury H do górnej części zbiornika przepływowego, t. j. do części, która w niniejszym zastosowaniu aparatu jest wypełniona parą wysokopiętną. H_2 jest drugim przewodem parowym, prowadzącym z rury H do dolnej części zbiornika przepływowego, t. j. do części, w której znajduje się ładunek cieczy. Ta dolna rura parowa jest zwinięta w pierścień H_3 , umieszczony wewnątrz zbiornika i posiadający otwory wypustowe, zaopatrzone (najlepiej) w tulejki H_4 . Każda z tych rur H_1 i H_2 jest zaopatrzona w zawór regulujący J , w przewodzie zaś, prowadzącym do rury H , jest przewidziany zawór K , regulujący ciśnienie. Litera M oznacza warstwę cieczy, znajdującą się w dolnej części zbiornika przepływowego, N zaś — parę wysokopiętną, zawartą w górnej części zbiornika przepływowego.

Rozpoczynając pracę z tym aparatem, zbiornik przepływowy załadunkuje się cie-

czą w przybliżeniu do $\frac{1}{3}$ jego wysokości; do górnej jego części wpuszcza się parę pod ciśnieniem około 17 at, a także doprowadza się ją do wypełnionej cieczą dolnej części zbiornika w ilości, dostatecznej do podniesienia temperatury cieczy do około 200°C. Następnie otwiera się zawór wypustowy, żeby wytworzyć otwór spustowy o uregulowanej odpowiednio średnicy i osiągnąć wypływ ze zbiornika równy dopływowi doń roztworu wraz z wodą, powstałą przez skroplenie pary; następnie do górnej części zbiornika przepływowego wtłacza się roztwór ałunu normalnego, który przez przestrzeń, wypełnioną parą, spada wieloma strumieniami, ogrzewającymi się w tej przestrzeni parowej w przybliżeniu do 200°C.

W tej temperaturze strącanie ałunu zasadowego z roztworu ałunu normalnego następuje bardzo szybko i oczywiście odbywa się w dalszym ciągu w warstwie cieczy, znajdującej się w dolnej części zbiornika przepływowego i utrzymywanej we właściwej temperaturze reakcji przez doprowadzanie pary rurą parową H_2 w razie, jeśli reakcja nie osiągnęła stanu równowagi podczas przejścia roztworu przez strefę parową.

Zmniejszając ilość pary, wprowadzanej do przestrzeni parowej, i proporcjonalnie zwiększając ilość pary, dostarczanej do dolnej części aparatu, napełnionej cieczą, osiąga się zwykle zwiększenie cząstek osadu, przyczem rozmiar tych cząstek zmienia się zależnie od szybkości reakcji ich powstawania.

W praktyce okazało się, że w wymienionych warunkach roztwór zostanie ogrzany do właściwej temperatury reakcji, jeśli przepływ jego przez zbiornik jest uregulowany tak, iż trwa 6 do 10 minut.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania ałunu zasadowego w postaci strąconej, znamienny tem, że w odpowiednim wysokoprężnym zbiorniku przepływowym utrzymuje się warstwę pary wysokoprężnej, pod w przybliżeniu jednakowem ciśnieniem i w jednakowej objętości przez stałe doprowadzanie pary do zbiornika, przyczem przez zbiornik ten przepływa warstwa cieczy, zawierająca strącony ałun zasadowy i utrzymywana w przybliżeniu na jednakowym poziomie przez regulowanie szybkości jej wypływu ze zbiornika i dopływu doń roztworu ałunu normalnego, dzięki czemu temperatura roztworu ałunowego podnosi się przez absorbcję ciepła z pary.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że parę wysokoprężną wprowadza się dodatkowo do warstwy cieczy, znajdującej się w dolnej części zbiornika przepływowego, w celu utrzymywania tej cieczy w temperaturze, w której z roztworu ałunu normalnego strąca się ałun zasadowy.

Kalunite Company.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

