

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

85 312

Patent dodatkowy

do patentu nr _____

Zgłoszono: 04.09.72 (P. 157 588)

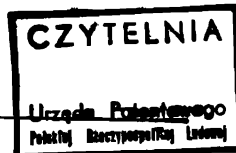
Pierwszeństwo: 11.02.72 Austria

Zgłoszenie ogłoszono: 25.05.73

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1976

MKP C01f 7/50

Int. Cl².
C01F 7/50



Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Chemie Linz Aktiengesellschaft, Linz (Austria)

Sposób odwadniania wodzianów fluorku glinowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób odwadniania wodzianów fluorku glinowego, zwłaszcza dwustopniowego odwadniania trójwodzianu fluorku glinowego pod wpływem ogrzewania.

Podczas krystalizacji fluorku glinowego z roztworów wodnych otrzymuje się wodziany tego fluorku, przede wszystkim trójwodzian fluorku glinowego, które należy następnie odwadniać.

Odwadnianie pod wpływem ogrzewania wymaga stosunkowo wysokiej temperatury, mianowicie nie przekraczającej 600°C i wiąże się ze stratami fluorku, zwłaszcza wtedy, gdy odwadniany produkt był przez dłuższy okres czasu wystawiony na działanie atmosfery zawierającej znaczne ilości pary wodnej.

Według austriackiego opisu patentowego nr 217009 opracowano sposób prażenia fluorku glinowego, w którym występują ledwo dostrzegalne straty fluorku i otrzymuje się co najmniej 96% fluorek glinowy. Sposób ten, posługujący się korzystnie prażeniem w warstwie fluidyzacyjnej, polega na tym, że fluorek glinowy w ciągu kilku sekund doprowadza się do potrzebnej temperatury odwadniania. Jeśli prowadzi się go kilkustopniowo, to temperaturę potrzebną w każdym stopniu należy uzyskać w ciągu potrzebnych kilku sekund.

Sposób według austriackiego opisu patentowego nr 217009 można np. bardzo korzystnie prowadzić w piecu fluidyzacyjnym, który ogrzewa się płaszczowymi strumienicami, stanowiącymi rury wyposażone w palniki podgrzewające opalane gazem

2

(porównaj austriacki opis patentowy nr 285533). W innej, przedstawionej w austriackim opisie patentowym nr 285536 konstrukcji pieca fluidyzacyjnego stosuje się ogrzewanie za pomocą gazów spalinywych przepływających rurą o kształcie U.

Wszystkie omówione konstrukcje pieca są zwłaszcza wówczas stosunkowo drogie i niełatwe do opanowania, gdy mają być stosowane w urządzeniu o wielkich zdolnościach wytwórczych. Powstaje zatem potrzeba znalezienia technicznie prostszego rozwiązania przede wszystkim w odniesieniu do procesu odwadniania trójwodzianu fluorku glinowego aż do stopnia półwodzianu, który to proces zachodzi już w temperaturze 200—300°C.

W wyłożeniowym opisie patentowym RFN nr 1936314 zaproponowano zatem prowadzenie odwadniania trójwodzianu fluorku glinowego aż do stopnia mono- lub półwodzianu w warunkach energicznego ruchu w suszarce pneumatycznej, np. w strumieniowej suszarce pneumatycznej. Zachodzi wówczas odwadnianie ponownie w stanie fluidalnym przy szybkim ogrzaniu produktu. Wada strumieniowej suszarki pneumatycznej polega jednak na stosunkowo silnym rozdrobieniu ziarna, które należy uwzględnić, gdyż utrudnia ono bardzo znacznie następujące później odwadnianie w złożu fluidalnym. W publikacji tej ponadto podano pogląd, że powolne odwadnianie tylko wtedy jest możliwe, gdy materiał odwadnia się w stosunkowo cienkich warstwach spoczynkowych, tak że ciągle powsta-

jąca wolną parę wodną można odprowadzać. Przewodzenie procesu w warstwie spoczynkowej przy większych ilościach produkcyjnych jest zbyt kosztowne.

Stwierdzono, że odwadnianie wodzianów fluoru glinowego, zwłaszcza trójwodoru fluoru glinowego, aż do osiągnięcia zawartości wody poniżej 10% odpowiadającej stopniowi półwodoru jest możliwe w technicznie prostszej aparaturze i bez przymusowego wymagania utrzymania ekstremalnie krótkiego czasu ogrzewania lub bez wymagania wyznaczania ogrzewania w warstwie spoczynkowej, jeżeli prażenie prowadzi się w znany sposób w suszarce tarczowej i przy tym utrzymuje określone warunki sposobu.

Sposób odwadniania wodzianów fluoru glinowego, zwłaszcza dwuetapowego odwadniania trójwodoru fluoru glinowego pod wpływem ogrzewania, przy czym w pierwszym etapie prowadzi się odwadnianie surowca do zawartości wody co najwyżej 10% wagowych, polega według wynalazku na tym, że odwadnianie w pierwszym etapie odwadniania prowadzi się w suszarce tarczowej, w której utrzymując temperaturę tarcz 240—280°C materiał wyjściowy ogrzewa się kilkustopniowo w ciągu 10—20 minut do temperatury końcowej 190—220°C, natomiast powstającą parę wodną w sposób ciągły odprowadza się ze strefy odwadniania, za pomocą doprowadzanego gorącego powietrza, przy czym powietrze doprowadza się w takiej ilości, że atmosfera nad produktem ogrzonym do temperatury ponad 190°C zawiera co najwyżej 6% wagowych wody a zawartość wody w opuszczających poszczególne stopnie ogrzewania, zebranych oparach gorących z pierwszego etapu odwadniania nie przekracza łącznie 22% wagowych, po czym produkt, otrzymany po łącznie co najwyżej 30 minutowym przebywaniu w pierwszym etapie odwadniania, odwadnia się praktycznie całkowicie w warstwie fluidyzacyjnej w temperaturze nie przekraczającej 600°C w znany sposób.

Korzystnie dąży się do utrzymania 10—14% zawartości pary wodnej w zebranych oparach gorących, gdyż wówczas, co jest technicznie uzasadnione, można ilość powietrza płuczącego równomiernie rozprowadzić nad tarczami. Dzięki temu można w konstrukcji urządzenia zrezygnować ze skomplikowanych urządzeń pomiarowych i rozprowadzających dla powietrza płuczącego.

W przypadku szczególnie wielkich urządzeń suszących może być w zależności od rodzaju konstrukcji suszarki tarczowej, ze względów ekonomicznych korzystne podwyższenie zawartości pary wodnej w całych zebranych oparach gorących do wartości 22%, przy czym jednakże 22% stanowi najwyższą wartość.

W praktyce utrzymuje się 17—20% zawartości pary wodnej jako skuteczną przy takim suszeniu.

Ogólnie taki sposób postępowania wymaga równomiernego rozprowadzenia powietrza płuczącego nad tarczami, aby udział pary wodnej w atmosferze nad produktem ogrzonym do temperatury co najmniej 190°C nie przekroczył 6%.

W celu uniknięcia dochodzenia wilgotnego powietrza z górnych tarcz do wrażliwego produktu

korzystne jest wbudowanie półek dzielących w suszarce tarczowej. Dzięki temu można uniknąć zawróconego strumienia, a fluorek glinowy w krytycznym zakresie temperaturowym będzie płukany powietrzem o mniejszej niż 6% wilgotności.

Do prowadzenia sposobu według wynalazku odpowiednimi są suszarki tarczowe o konstrukcji znanego typu, z których większość składa się z połączonych jedna za drugą tarcz, do których kolejno trafia produkt. Można przy tym ogrzewanie do temperatury 190—220°C łatwo prowadzić kilkustopniowo. To stopniowe ogrzewanie ma istotne znaczenie dla wyników sposobu według wynalazku, ponieważ główne ilości wody są oddawane w temperaturze poniżej 190°C, przy której podwyższona zawartość pary wodnej w atmosferze otaczającej nie ma szkodliwego wpływu na produkt. Dopiero po osiągnięciu temperatury 190°C należy uważać, aby zawartość pary wodnej nad materiałem poddawany odwadnianiu nie przekraczała, jak już wspomniano, wartości 6%.

Celowym jest także dobranie ilości materiału poddawanego prażeniu i czasów przebywania w poszczególnych stopniach suszarki tarczowej w ramach łącznego czasu przebywania w suszarce nie przekraczającego 30 minut, aby materiał odwadniany przy osiągnięciu temperatury produktu 190°C zawierał tylko około 12% wody. Wówczas maksymalna zawartość pary wodnej równa 6% nad tym materiałem bez doprowadzania nieekonomicznie wielkich ilości powietrza jest możliwa do utrzymania, zwłaszcza wtedy, gdy, co jest technicznie uzasadnione i korzystne, ilość powietrza rozdziela się równomiernie na wszystkie tarcze.

Maksymalna dopuszczalna zawartość pary wodnej w odprowadzanych gazach równa 22% jest wartością empiryczną, przy utrzymaniu której i przy zachowaniu pozostałych warunków temperaturowych i czasowych możliwe jest jeszcze zadawalające prowadzenie sposobu.

AlF₃ otrzymany sposobem według wynalazku zawierający jako pozostałość poniżej 10% wody można następnie odwozić w znany sposób w reaktorze ze złożem fluidalnym, np. takim jaki opisano w austriackim opisie patentowym nr 285533, przy czym temperaturę odwadniania należy osiągnąć w ciągu kilku sekund.

Podany niżej przykład objaśnia bliżej sposób według wynalazku.

Przykład. Do ogrzewanej olejem grzewczym suszarki tarczowej o 5 tarczach i o całkowitej powierzchni wymiany ciepła równej 3,8 m² wprowadza się w ciągu 1 godziny 48,8 kg trójwodoru fluoru glinowego o łącznej zawartości wody równej 46%. Temperatura tarcz wynosi 270°C, parę wodną odprowadza się w strumieniu powietrza o temperaturze 300°C doprowadzanego z prędkością 140 Nm³/godzinę, przy czym powietrze to rozprowadza się równomiernie na wszystkie 5 stopni ogrzewania. Zawartość wody w zebranych gazach odpadowych wynosi 9,4% wagowych. Po 15 minutowym przebywaniu w suszarce produkt osiąga temperaturę końcową 190°C, znajdując się na 3 stopniu ogrzewania. Atmosfera otaczająca ten stopień zawiera 4,8% pary wodnej.

Przy łącznym czasie przebywania w suszarce równym 30 minut, na godzinę otrzymuje się 29,4 kg fluorku glinowego o 8,7% zawartości wody.

Tak otrzymany produkt odwadnia się następnie całkowicie w piecu fluidyzacyjnym, ogrzewanym płaszczową strumienicą, w temperaturze 550°C. Na 1 godzinę otrzymuje się 26,8 kg produktu o 97,5% zawartości AlF_3 .

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odwadniania wodnianów fluorku glinowego, zwłaszcza dwuetapowego odwadniania fluorku glinowego pod wpływem ogrzewania, przy czym w pierwszym etapie prowadzi się odwadnianie surowca do zawartości wody co najwyżej 10% wagowych, **znamienny tym**, że wodziany fluorku glinowego odwadnia się w pierwszym etapie w suszarce tarczowej, w której utrzymuje się temperaturę tarcz 240—280°C, przy czym surowiec ogrzewa się kilkustopniowo w ciągu 10—20 minut do temperatury końcowej 190—220°C, natomiast powstającą parę wodną w sposób ciągły odprowadza

się ze strefy odwadniania za pomocą doprowadzanego gorącego powietrza, przy czym powietrze doprowadza się w takiej ilości, że pary nad produktem ogrzwanym do temperatury powyżej 190°C zawierają co najwyżej 6% wagowych wody a zawartość wody w opuszczających poszczególne stopnie ogrzewania, zebranych oparach gorących z pierwszego etapu odwadniania, nie przewyższa łącznie 22% wagowych, po czym produkt, otrzymany po łącznie co najwyżej 30 minutowym przebywaniu w pierwszym etapie odwadniania, odwadnia się praktycznie całkowicie w warstwie fluidyzacyjnej w temperaturze nie przekraczającej 600°C, w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że powietrze płuczące rozprowadza się równomiernie nad tarczami, utrzymując zawartość 10—14% wagowych pary wodnej w zebranych oparach gorących.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że powietrze płuczące rozprowadza się nierównomiernie nad tarczami, utrzymując zawartość 15—20% wagowych pary wodnej w zebranych oparach gorących.