



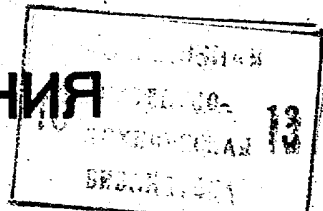
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1017676 A

3(51) C 01 F 7/56

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



- (21) 7770665/23-26
(89) 137575 ГДР
(22) 05.07.79
(46) 15.05.83. Бюл. № 18
(72) Цигенбалг-Зигфрид, Фишер Герхард
и Штёлцел Волфганг (ГДР)
(71) "ФЕБ Мансфелдский комбинат
"Вильхелм Пик" (ГДР)
(32) 31.07.78
(33) ГДР
(31) W. P. C. 01 F/207030
(53) 661.862.321(088.8)

(54) (57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГЕКСА-
ГИДРАТА ХЛОРИДА АЛЮМИНИЯ в виде крис-
таллизата из загрязненных растворов
хлорида алюминия, путем крупнозернист-
той кристаллизации с принудительной

циркуляцией суспензии кристаллов и
промывки на центрифуге с помощью ис-
ходного раствора с низким содержанием
примесей, о т л и ч а ю щ и й с я *
тем, что процесс ведут в многоступен-
чатых кристаллизационных установках,
и получаемую при центрифугировании и
промывке смесь из маточного и исход-
ного растворов подают на ступень про-
цесса кристаллизации с наиболее низ-
кой температурой, затем с противотоке
перекачивают на ступень с самой высо-
кой температурой, из которой выводят
загрязненный маточный раствор.

2. Способ по п.1, о т л и ч а ю -
щ и й с я тем, что пульпу кристаллов
выводят из каждого кристаллизатора от-
дельно.

(19) SU (11) 1017676 A

Изобретение касается способа получения гексагидрата хлорида алюминия в виде кристаллизата, термическим разложением которого получают глинозем, достаточно чистый для производства алюминия.

Известен способ получения достаточно чистого гексагидрата хлорида алюминия ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) в виде кристаллизата путем многократной кристаллизации. По известному способу загрязненный кристаллизат, получаемый при испарении исходного раствора, опять растворяют в воде и путем многократного испарения производят более чистый продукт. Растворение кристаллизата и испарение раствора повторяют столько раз, сколько требуется для получения кристаллизата достаточной чистоты. Многократная кристаллизация, с одной стороны, позволяет получить алюминиевую соль высокой чистоты, с другой стороны, выпаривание большого количества воды требует большого объема аппаратуры, повышает расход энергии и удорожает процесс.

Известно, что испаряемое количество воды гораздо ниже, если для получения гексагидрата хлорида алюминия применяют многоступенчатый процесс фракционированной кристаллизации.

По известному способу в результате неполного испарения на первой ступени процесса получают достаточно чистый кристаллизат. Остаточный раствор, обогащенный примесями, загружают на вторую ступень процесса. Получаемый на этой стадии кристаллизат пониженной чистоты возвращают на первую ступень процесса, а более загрязненный остаточный раствор направляют на третью ступень процесса кристаллизации, где он дальше испаряется.

Кристаллизат весьма низкой чистоты возвращают на вторую ступень кристаллизации, а сильно загрязненный остаточный раствор выбрасывают.

По известному способу отпадает повторное растворение кристаллизата, но зато необходимо наличие трех комплектов кристаллизационных установок, включая испаритель, теплообменник и центрифугу. Сюда относятся еще два аппарата с мешалкой и обогревом для переведения кристаллизата второй и третьей ступеней в пульпу. Из этих трех кристаллизационных установок достаточно чистый кристаллизат производится только на первой ступе-

ни, остальные две ступени служат только для концентрирования примесей в выбрасываемом растворе возможно меньшего объема.

Известно также, что достаточно чистый гексагидрат хлорида алюминия ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) в виде кристаллизата можно получить путем крупнозернистой кристаллизации по способу псевдооживления и промывки концентрированной соляной кислотой на центрифуге.

Крупнозернистая кристаллизация гексагидрата хлорида алюминия-кристаллизата осложняется наличием узкой метастабильной области и высокой скоростью образования зародышей. Кроме того, конечная скорость выпадения кристаллов в растворе из-за высокой вязкости раствора и небольшого различия в плотности между кристаллами и раствором очень мала. При кристаллизации в псевдооживленном слое это приводит к небольшой скорости течения пересыщенного раствора в кипящем слое кристаллов, к получению небольших количеств кристаллов на 1 м^3 пересыщенного раствора, а также к низкой удельной производительности кристаллизации. Другим недостатком известного способа является необходимость регенерации концентрированной соляной кислоты из загрязненного промывочного раствора.

Известен также способ получения достаточно чистого гексагидрата хлорида алюминия в виде кристаллизата из загрязненных растворов хлорида алюминия, который в результате принудительной циркуляции суспензии кристаллов в зоне кипения кристаллизатора создает такую поверхность кристаллов, которая достаточна для снижения пересыщения раствора за счет роста кристаллов. В результате этого получают сыпучий крупнозернистый кристаллизат с небольшой остаточной влажностью, который можно чистить промывкой мало-загрязненным исходным раствором на центрифуге. Из-за того, что при этом способе растворимость гексагидрата хлорида алюминия практически независима от температуры, получают пересыщение раствора хлорида алюминия путем изотермического испарения раствора.

Однако по теплотехническим причинам это требует проведения многоступенчатого кристаллизационного процесса, в котором обогрев на низкотемпературных ступенях осуществляется преимущественно за счет выпара, получае-

мого на высокотемпературных ступенях, а греющий пар используется преимущественно для обогрева на ступенях с наиболее высокой температурой.

Целью изобретения является создание многоступенчатого способа кристаллизации для получения достаточно чистого кристаллизата при низком расходе энергии.

Для достижения цели смесь из маточного раствора (центрифугата) и исходного (промывочного) раствора, получаемую после центрифугирования и промывки, загружают на ту ступень кристаллизации, температура которой наиболее низкая, а затем перекачивают в противотоке на ступень с наиболее высокой температурой. Выход примесей с выбрасываемым маточным раствором осуществляется только на этой ступени, а пульпа кристаллов выводится отдельно из каждого кристаллизатора. Выпуском маточного раствора из кристаллизаторов концентрация примесей устанавливается с таким расчетом, что при испарении помимо гексагидрата хлорида алюминия не выкристаллизовываются фазы, содержащие много примесей.

Особое значение при этом имеет паразитизм двух солей: $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{KCl}$, так как при обычных содержаниях KCl в исходном растворе, составляющих примерно 0,5 вес.%, KCl выпадает быстрее всего. Тогда маточный раствор при 55°C содержит примерно 3,7 вес.% KCl , а при 85°C — примерно 5,6 вес.% KCl . Следовательно, повышенная температура выбрасываемого маточного раствора при направлении раствора в противотоке позволяет более высокое концентрирование примесей. В результате этого необходимое количество выбрасываемого раствора становится меньше, а извлечение AlCl_3 в кристаллизате в отношении к концентрации AlCl_3 в исходном растворе растет. Последнему способствует еще тот факт, что повышение концентрации MgCl_2 и других легко растворимых примесей в результате высаливания приводит к получению более низкой концентрации AlCl_3 в выбрасываемом маточном растворе.

Благодаря отдельному выводу пульпы кристаллов из каждой ступени процесса кристаллизации можно избежать контакт между кристаллами, образовавшимися из маточного раствора с низким содержанием примеси в низкотемпературной ступени с более загрязненным маточным раствором из высокотемпературных ступеней. В результате этого концентрация примесей повысилась бы не только в прилипающем после центрифугирования маточном растворе, но и в самих кристаллах, поскольку FeCl_3 , FeCl_2 и MgCl_2 образуют с $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ твердые растворы, удовлетворяющие закону распределения Нернста.

Используют двухступенчатую кристаллизационную установку. Для промывки кристаллизата на центрифуге служит горячий насыщенный исходный раствор с содержанием 29 вес.% AlCl_3 и, например, вес.%: NaCl 0,2; KCl 0,5; MgCl_2 0,4; CaCl_2 0,25; FeCl_3 0,012; SiO_2 0,003; TiO_2 0,003 и V_2O_5 0,004.

Получаемую смесь из центрифугата и промывочного раствора не полностью испаряют в низкотемпературной (65°C) кристаллизационной ступени, а остаточный раствор перекачивают в высокотемпературную (95°C) ступень процесса кристаллизации. Из нее выводят 8% маточного раствора от количества исходного раствора. Обусловленные этим потери AlCl_3 составляют ~7% от исходного его содержания. Кристаллизат обеих ступеней через аппарат для переведения кристаллизата в пульпу поступает в центрифугу и после промывки исходным раствором содержит, вес.%: NaCl 0,02; KCl 0,05; MgCl_2 0,05; CaCl_2 0,025; FeCl_3 0,0014; SiO_2 0,0003; TiO_2 0,0003 и V_2O_5 0,0004. Теплообменник высокотемпературной ступени обогревают паром низкого давления. Теплоемкость получаемых выпаров используют для испарения растворителя в низкотемпературной ступени кристаллизации. Расход пара составляет 0,6 т/т кристаллизата.

Признано изобретением по результатам экспертизы, осуществленной ведомством по изобретательству Германской Демократической Республики.