



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 08.02.77 (P. 195906)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 14.08.78

Opis patentowy opublikowano: 31.10.1981

CZYTELNIKA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.²

C22C 1/00
C22C 21/00//
C01F 7/74

Twórcy wynalazku: Tadeusz Kaczmarek, Jadwiga Jurkiewicz, Adam Chajduga, Irena Kustra, Tadeusz Kończyk, Jadwiga Rokita, Augustyn Pindur, Henryk Dopierała, Jerzy Engländer, Ryszard Budzisz, Tadeusz Skrzyński

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice; Wrocławskie Zakłady Przemysłu Nieorganicznego, Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania stopu siarczanu glinowego i urządzenie do stosowania tego sposobu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania stopu siarczanu glinowego i urządzenie do stosowania tego sposobu.

Obecnie proces wytwarzania stopu siarczanu glinowego prowadzi się w okresowo działających reaktorach przez rozpuszczenie wodorotlenku glinowego w rozcieńczonym kwasie siarkowym i następnie przez zateżnienie otrzymanego roztworu siarczanu glinowego do stężenia 14% wagowych Al_2O_3 . Neutralizację wodorotlenku kwasem prowadzi się w temperaturze 110–115°C mieszając reagenty „żywą” parą wodną.

Ze względu na nierównomierny przebieg reakcji, duże zużycie pary oraz konieczność zateżniania roztworu dla uzyskania stopu jest to metoda długotrwała i pracochłonna. Ulepszone metody okresowe polegają na działaniu rozcieńczonego kwasu siarkowego na wodorotlenek glinowy w reaktorach ciśnieniowych.

Metoda ciągła opisana w japońskim opisie patentowym nr 75 105 596 polega na prowadzeniu procesu w reaktorze rurowym o wymiarach 25 mm x 10 m. Zawiesziny wodorotlenku glinowego lub minerału zawierającego Al_2O_3 traktuje się kwasem siarkowym w dwóch punktach umiejscowionych na początku i środku długości reaktora. Znaczne długości i stosunkowo małe przekroje tych reaktorów są przyczyną dużych trudności eksploatacyjnych.

Jak podaje publikacja w *Chimicz. Technol.* nr

2

4, 3–8 (1974 r.) prowadzone są badania nad ciągłą metodą wytwarzania stopu siarczanu glinowego w reaktorach obrotowych lub w reaktorach kaskadowych przez neutralizację wodnej zawiesiny wodorotlenku glinowego stężonym kwasem siarkowym. W wyniku tak prowadzonego procesu otrzymuje się stop o zawartości do 13,5% Al_2O_3 , który granuluje się w aparacie fluidalnym.

Sposób według wynalazku polega na tym, że do stopu siarczanu glinowego wprowadza się mieszaninę stężonego kwasu siarkowego i wodnej zawiesiny wodorotlenku glinowego lub uwodnionego tlenku glinowego. Ciepła neutralizacji i rozcieńczania stężonego kwasu siarkowego woda powodują wzrost temperatury mieszaniny reakcyjnej do 120°C, którą utrzymuje się w celu uniknięcia powstawania stałych produktów pośrednich. Występujące w czasie reakcji pienienie spowodowane intensywnym rozkładem hydratów siarczanu glinowego eliminuje się przez mieszanie reagentów mieszadłami o przeciwnych kierunkach ruchu i różnej ilości obrotów. Otrzymanie stopu siarczanu glinowego o zawartości 14,3–16,3% wagowych Al_2O_3 zapewnia się przez utrzymanie stałego stosunku tlenku glinowego do kwasu siarkowego.

Urządzenie według wynalazku posiada wiele komór pracujących szeregowo, a wykonanych z materiału odpornego na korozję. Ilość komór uzależniona jest od stopnia reaktywności wodoro-

tlenku glinowego. Dwie pierwsze to komory reakcyjne, a następnie służą do dojrzewania i zateżania stopu. Pierwsza z komór reakcyjnych posiada chłodnicę zwrotną i cyklonowy mieszalnik. Poszczególne komory mają kształt cylindryczny, posiadają mieszadła o zróżnicowanej ilości obrotów i przeciwnych kierunkach ruchu.

Komory urządzenia połączone są ze sobą króćcami w sposób, który umożliwia wypływ stopu z komory do komory z różnych poziomów oraz zmianę kierunku i szybkości wypływu.

Zaletą sposobu według wynalazku jest otrzymanie w sposób ciągły stopu siarczanu glinowego zawierającego co najmniej 14,3% wagowych Al_2O_3 .

Urządzenie do stosowania sposobu według wynalazku w porównaniu z dotychczas stosowanymi pozwala na pełniejszą konwersję tlenku glinowego.

Urządzenie według wynalazku jest uwidoczni-
ne w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia urządzenie w schemacie ogólnym. Do reakcyjnej komory 1 wypełnionej częściowo stopem siarczanu glinowego doprowadza się w sposób ciągły z cyklonowego mieszalnika 2 mieszaninę wodnej zawiesiny wodorotlenku glinowego i stężonego kwasu siarkowego. Z komory 1 króćcem 3 umieszczonym w dolnej jej części mieszanina reakcyjna kierowana jest do reakcyjnej komory 4. W komorze 1 i 4 zachodzi proces neutralizacji, w czasie którego występuje silne pienienie. Komora 1 zaopatrzona jest w chłodnicę 5 zwrotną, która pozwala utrzymać w głównej przestrzeni reakcyjnej stały stosunek wody do kwasu siarkowego i tlenku glinowego. Z komory 4 króćcem 6, umieszczonym w górnej części, stop przechodzi do komory 7, gdzie następuje dojrzewanie, skąd króćcem 8 umieszczonym w dolnej części komory 7 stop kierowany jest do zateżania, które odbywa się w komorze 9. Wydzielającą się w komorze 4 parę wodną odprowadza się króćcem 11, a z ogrzewanych przeponowo komór 7 i 9 króćcem 12 i 13. Zainstalowane w komorach mieszadła o zróżnicowanej ilości obrotów i przeciwnych kierunkach ruchu powodują dokładne wymieszanie reagentów, a jednocześnie eliminują pienienie. Gotowy produkt odprowadza się króćcem 10 umieszczonym w górnej części komory 9.

Przykład. Do częściowo wypełnionej stopem siarczanu glinowego komory reakcyjnej z pracu-

jącym mieszadłem i załączoną chłodnicą zwrotną doprowadza się w sposób ciągły w temperaturze $20^{\circ}C$ przez mieszalnik cyklonowy 1540g/godzinę 96% kwasu siarkowego oraz 2066 g/godzinę wodnej zawiesiny wodorotlenku glinowego, w której faza stała stanowi 40%. Jednocześnie utrzymuje się stały stosunek $H_2O : Al_2O_3 : H_2SO_4$, który w przypadku otrzymania stopu siarczanu glinowego zawierającego 16,3% wagowych Al_2O_3 powinien wynosić 0,43 : 0,16 : 0,47.

W wyniku zachodzących reakcji temperatura w nieogrzewanej komorze reakcyjnej utrzymuje się w granicach $95-120^{\circ}C$, a konwersji ulega 90% wodorotlenku glinowego, reszta przereagowuje podczas dojrzewania. Z komory dojrzewania roztwór kierowany jest do komory zateżania, skąd odprowadza się 3021 g/godzinę stopu siarczanu glinowego o temperaturze $115-120^{\circ}C$, który zawiera 16,3% wagowych Al_2O_3 .

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania stopu siarczanu glinowego z wodnej zawiesiny wodorotlenku glinowego lub uwodnionego tlenku glinowego i stężonego kwasu siarkowego, **znamienny tym**, że substraty wprowadza się jednocześnie w sposób ciągły do przestrzeni reakcyjnej, skąd wytworzony stop kieruje się do przestrzeni dojrzewania i zateżania, przy czym reagenty dozują się z takim natężeniem przepływu, aby stosunek wody do tlenku glinowego i kwasu siarkowego w mieszaninie reakcyjnej wynosił 1,14 do 1,39, a temperatura reakcji utrzymywała się w zakresie $95-120^{\circ}C$.

2. Urządzenie do wytwarzania stopu siarczanu glinowego z wodnej zawiesiny wodorotlenku glinowego lub uwodnionego tlenku glinowego i stężonego kwasu siarkowego, **znamiennie tym**, że składa się z połączonych ze sobą dwóch komór reakcyjnych (1 i 4), z których pierwsza zaopatrzona jest w mieszalnik cyklonowy (2), chłodnicę zwrotną (5), co najmniej jednej komory do dojrzewania (7) i co najmniej jednej komory do zateżania stopu (9) a króćce (3, 6, 8) łączące poszczególne komory umieszczone są na przemian w dolnej i górnej części, przy czym komory mają zainstalowane mieszadło o przeciwnym kierunku ruchu w stosunku do mieszadła w poprzedniej komorze korzystnie o różnej ilości obrotów.

