



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

201968
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 01 D 1/44

(22) Přihlášeno 05 03 79
(21) (PV 1443-79)

(40) Zveřejněno 31 03 80

(45) Vydáno 15 10 82

(75)

Autor vynálezu

DUNDR VLADIMÍR ing. CSc. a TRYZUBSKÝ VÁCLAV, ÚSTÍ NAD
LABEM

(54) Způsob výroby pecičkových hydroxidů sodného a draselného z jejich tavenin

Vynález se týká způsobu výroby pecičkových hydroxidů sodného a hydroxidů draselného z jeho taveniny o obsahu 95 až 99,8 % hmot. NaOH nebo 83 až 89 % hmot. KOH ochlazením taveniny, získané například odpařením roztoku hydroxidů, a jejím nakapáváním na chlazenou plochu.

Hydroxidy alkalických kovů se vyrábějí průmyslově elektrolýzou příslušných halogenidů, při níž se získá vodný roztok hydroxidů, který se dále zahušťuje odpařováním. Získaná tavenina se pak zpracuje do požadované formy, jíž je vesměs pevný hydroxid ve formě peciček. Tvar, velikost a stejnoměrnost peciček mají značný význam při laboratorní aplikaci hydroxidů.

Při dosavadním způsobu výroby peciček hydroxidů se vede tavenina, po případném ochlazení, do nakapávací vany opatřené ve dnu tryskami, kterými tavenina odkapává na pohybující se chlazený kovový povrch. V ose trysky bývají někdy umístěny kónické jehly, takže průtok taveniny tryskou je řízen plochou mezikruží mezi jehlou a otvorem, ovladatelnou vertikálním posunem jehly. Pro velkokapacitní výrobu pecičkových hydroxidů se užívají trysky, u nichž je výtok taveniny řízen vertikálním kmitavým pohybem kónických jehel s frekvencí asi 10 s^{-1} , které v dol-

ní poloze uzavírají otvor trysky. Ve všech případech je podmínkou dosažení stejnoměrnosti peciček udržení konstantní hladiny v nakapávací vaně. Při granulaci nekorozivních tavenin jako syntetických pryskyřic, dimethyltereftalátu apod., jež mají navíc větší teplotu tuhnutí než hydroxidy alkalických kovů, se hladina taveniny v nakapávací vaně ovládá regulací přítoku taveniny do vany od její hladiny pomocí regulačního ventilu. V případě hydroxidů však dopravu taveniny, ať už pomocí čerpadla nebo samospádem, přes regulační ventil nelze použít, neboť naráží na nepřekonatelné obtíže, jako je koroze exponovaných částí čerpadel a ventilů, rychlé porušení ucpávek čerpadel a ventilů, ztráta funkce ventilu vlivem usazování pevných nečistot a tuhnutí taveniny v komoře ventilu, atd. Proto jsou nakapávací vany vesměs opatřeny přepadem a do vany se přivádí nadbytečné množství taveniny. Vracení neustále přetékající taveniny zpět do výrobního cyklu je, vzhledem k obtížím s čerpáním taveniny, prakticky nemožné, a proto se přetékající tavenina nechává ztuhnout a používá jako méně hodnotný produkt, tzv. litý hydroxid. Tento nedostatek je zvláště výrazný u velkokapacitních výrob, kdy vzniká také značné množství litých hydroxidů. Další ne-

výhoda tohoto řešení spočívá v tom, že výška hladiny je pevně dána přepadem a nelze jejím nastavením ovlivňovat parametry procesu.

Velikost a tvar peciček závisí rovněž na teplotě taveniny při nakapávání. Vzhledem k tomu, že viskozita taveniny hydroxidů s rostoucí teplotou klesá, získají se při vyšších teplotách taveniny příliš ploché pecičky, zatímco při teplotách blízkých bodu tuhnutí taveniny může docházet k nepříjemnému zatuňování taveniny v kritických místech zařízení. Optimální teplotní mez pro teplotu taveniny při nakapávání nebyla dosud nalezena.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby pecičkových hydroxidů sodného a draselného podle vynálezu z jejich tavenin o obsahu 95 až 99,8 % hmot. NaOH nebo 83 až 89 % hmot. KOH ochlazením taveniny, získané například zahuštěním vodného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného odpařováním, a jejím nakapáváním otvory, nad nimiž se udržuje konstantní výška hladiny taveniny, na chlazenou kovovou plochu, který spočívá v tom, že se tavenina hydroxidu sodného nebo draselného chladí na teplotu nejvýše o 50 °C vyšší, než je její teplota tuhnutí v systému, v němž doba prodlení taveniny činí 0,2 až 5 h. a vytéká z něho měnitelným průřezem spojitě ovládaným od výšky hladiny taveniny nad nakapávacími otvory, přičemž výška sloupce taveniny nad měnitelným průřezem je nejvýše 1 m.

K chlazení taveniny při postupu podle vynálezu se použije např. chlazená nádoba opatřená mechanickým míchadlem, v níž se obsah zároveň homogenizuje a jejíž pracovní objem se zvolí podle kapacity výroby takový, že se zajistí střední doba prodlení taveniny v této nádobě 0,2 až 5 h. Větší objem chladicího systému (větší doba prodlení) není při postupu způsobem podle vynálezu na závadu, ale zbytečně zvyšuje investiční náklady na toto zařízení. Chladicí systém funguje zároveň jako kapacitní člen, který svým velkým objemem vyrovnává nerovnoměrnosti průtoku a teploty přitékající taveniny, a k této funkci plně postačuje objem vyplývající z uvedeného rozmezí doby prodlení. Z chladicího systému vytéká tavenina měnitelným průřezem spojitě ovládaným od výšky hladiny v nakapávací vaně, čímž se zajišťuje její konstantní hodnota. Měnitelný průřez lze realizovat např. přímo ve dnu nádoby kruhovým otvorem, do něhož dosedá pohyblivá kuželovitá jehla, zhotovená např. z mechanicky odolné slitiny stříbra s niklem, vedená niklovou tyčí. Chladicí systém může být rovněž zhotoven z více jednotek, ať už paralelně nebo sériově zapojených (v druhém případě mohou být specializované, např. jako chladicí člen a homogenizační člen), přičemž objem systému daný dobou prodlení je pak součtem objemů všech

jednotek. Při postupu způsobem podle vynálezu je hladina nakapávací vany nastavitelná. Nakapávací vana může být opatřena také nouzovým přepadem pro případ selhání regulačního obvodu.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že prakticky zcela odstraňuje ztráty vzniklé přepadáním taveniny. Vzhledem k možnosti volby a udržení vhodné konstantní hladiny a teploty taveniny rovněž zajišťuje vysokou stejnoměrnost peciček hydroxidů. Regulační prvek k realizaci způsobu podle vynálezu je velmi jednoduchý a nevyžaduje utěsnění vodicí tyče, jaké je nezbytné u regulačních ventilů. Způsob podle vynálezu zvyšuje mimoto spolehlivost celého technologického procesu a může tak přispět k dalšímu zvýšení produktivity práce.

Příklad 1

Do míchaného chladiče o průměru 800 mm s duplikátorem pro vzdušné chlazení, opatřeného indikací výšky hladiny a automatickou regulací průtoku chladicího vzduchu podle nastavené teploty v chladiči, přitéká z (koncového stupně) odparky 500 l/h taveniny hydroxidu sodného o koncentraci 99 % NaOH a o teplotě 415 °C. Výtok taveniny zchlazené na 325 °C je umístěn ve výši 300 mm nade dnem chladiče a nouzový přepad z chladiče je ve výši 600 mm nade dnem. Tavenina vytéká přes měnitelný průřez o maximální velikosti 600 mm², spojitě ovládaný od výšky taveniny v nakapávací vaně, čímž se výška taveniny ve vaně udržuje na konstantní hodnotě 60 mm.

Všechny vyrobené pecičky mají průměr v rozmezí 7,7 až 8,4 mm a výšku od 2,5 do 2,8 mm. Směrodatná odchylka činí 0,22 mm pro průměr peciček a 0,12 mm pro jejich výšku.

Příklad 2

Do míchaného chladiče o průměru 1000 mm s duplikátorem pro vzdušné chlazení opatřeného indikací výšky hladiny a automatickou regulací průtoku chladicího vzduchu podle nastavené teploty v chladiči přitéká z odparky 630 l/h taveniny hydroxidu draselného o koncentraci 87 % KOH a o teplotě 347 °C. Výtok taveniny zchlazené na 165 °C je umístěn ve výši 250 mm nade dnem chladiče a nouzový přepad z chladiče je ve výši 600 mm nade dnem. Tavenina vytéká přes měnitelný průřez o maximální velikosti 600 mm², spojitě ovládaný od výšky taveniny v nakapávací vaně, čímž se výška taveniny ve vaně udržuje na konstantní hodnotě 50 mm.

Všechny vyrobené pecičky mají průměr v rozmezí 8,3 až 8,8 mm a výšku 2,7 až 3 mm. Směrodatná odchylka je 0,19 mm pro průměr peciček a 0,11 mm pro jejich výšku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby pecičkových hydroxidů sodného a draselného z jejich tavenin o obsahu 95 až 99,8 % hmot. NaOH nebo 83 až 89 % hmot. KOH ochlazením taveniny, získané například zahuštěním vodného roztoku hydroxidu sodného nebo draselného odpařováním, a jejím nakapáváním otvory, nad nimiž se udržuje konstantní výška hladiny taveniny, na chlazenou kovovou plochu, vyzna-

čený tím, že se tavenina hydroxidu sodného nebo draselného chladí na teplotu nejvýše o 50 °C vyšší, než je její teplota tuhnutí v systému, v němž doba prodlení taveniny činí 0,2 až 5 h, nechá se z něho vytékat měnitelným průřezem spojitě ovládaným od výšky hladiny taveniny nad nakapávacími otvory, přičemž výška sloupce taveniny nad měnitelným průřezem je nejvýše 1 m.