

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

②

N° 81 23109

⑤④ Procédé pour traiter un gaz contenant un composé du fluor en vue de récupérer du fluorure d'aluminium.

⑤① Classification internationale (Int. Cl. ³). B 01 D 53/14, 53/34; C 01 F 7/50.

②② Date de dépôt..... 10 décembre 1981.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée : Japon, 11 décembre 1980, n° 174818/80.

④① Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 24 du 18-6-1982.

⑦① Déposant : Société dite : MITSUBISHI LIGHT METAL INDUSTRIES LIMITED, résidant au Japon.

⑦② Invention de : Susumu Tosaka, Tadamichi Abe, Hozumi Endo et Kiyohiro Ogawa.

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire : Cabinet Plasseraud,
84, rue d'Amsterdam, 75009 Paris.

Procédé pour traiter un gaz contenant un composé du fluor en vue de récupérer du fluorure d'aluminium

La présente invention se rapporte à un procédé pour traiter un gaz contenant un composé du fluor avec, pour objet principal, la production de fluorure d'aluminium avec des rendements élevés et pendant des durées prolongées dans des conditions stables.

Lorsqu'on traite un gaz contenant un composé du fluor, en particulier un gaz à basse concentration en composé du fluor, par exemple des gaz d'échappement d'un four électrolytique pour la production de l'aluminium qui contiennent des composés gazeux du fluor comme le fluorure d'hydrogène, le di-(fluorure d'hydrogène) et du fluorure de carbone, des composés du fluor en particules (c'est-à-dire en poussière) comme la cryolithe et le fluorure d'aluminium, ainsi que d'autres composés à l'état de gaz ou de particules comme l'anhydride carbonique, l'anhydride sulfureux, l'alumine et le carbone et des substances analogues, par absorption dans l'eau pure, non seulement l'efficacité d'absorption à la surface gaz-liquide en équilibre est faible mais on rencontre industriellement des difficultés à récupérer le fluor sous forme de fluorure d'aluminium parce que la concentration en fluor de la solution aqueuse absorbante est faible. Pour remédier à cet inconvénient, on a remplacé l'eau pure par une solution aqueuse contenant un sel hydrosoluble d'aluminium ; l'efficacité d'absorption est alors améliorée et la concentration du fluor dans la solution absorbante augmente, ce qui constitue un progrès technique considérable car le composé du fluor contenu dans le gaz est capté par la réaction avec le composé d'aluminium. Toutefois, comme on le verra ci-après, la valeur industrielle de ce procédé ne donne pas toujours entière satisfaction.

Ainsi, dans le procédé décrit dans la demande de brevet japonais publiée sous le n° 28 289/70 (désigné ci-après sous le nom de "premier procédé de la technique antérieure"), on utilise, comme absorbant, une

solution aqueuse contenant du sulfate d'aluminium et des composés analogues. D'après une étude de la demande, du fait que la concentration en radical sulfate dans cet absorbant est forte, atteignant 5 à 8% en poids, une partie ou la quasi-totalité du fluor est transformée en un sel hydrosoluble tel que $Al_2F_4SO_4$ ou un sel analogue dans l'opération d'absorption. Par suite, bien qu'il n'y ait pratiquement pas de formation ni d'adhérence de substances solides, le remède proposé présente l'inconvénient d'exiger de longues durées pour la production de fluorure d'aluminium hydraté et de composés analogues au stade production d'une phase solide et soulève, par conséquent, des difficultés d'industrialisation.

Un autre procédé décrit dans la demande de brevet japonais publiée sous le n° 21 399/78 (ci-après "deuxième procédé de la technique antérieure") utilise une solution aqueuse contenant du fluorure d'aluminium ou une solution aqueuse contenant du fluorure d'aluminium et de l'alumine ou de l'hydroxyde d'aluminium comme absorbant pour un gaz contenant un composé fluoré. Une étude effectuée par la demanderesse a montré que comme cet absorbant ne contient pas de radical sulfate, et même dans le cas où il y a des oxydes de soufre SO_x dans les gaz qui s'échappent de fours électrolytiques pour la production de l'aluminium, la concentration en SO_x est habituellement très faible, de l'ordre de 0,003 à 0,01%, et même si elle est plus forte, ces oxydes du soufre ne sont pratiquement pas retenus par l'absorbant dans les conditions opératoires observées, de sorte que la concentration en radical sulfate dans l'absorbant est négligeable, normalement de l'ordre de 0,1 g/l, et il n'y a pas de production de sels hydrosolubles comme $Al_2F_4SO_4$ et analogues à l'opération d'absorption. Ainsi donc, l'inconvénient du premier procédé de la technique antérieure, à savoir la longue durée nécessaire pour la production de la phase solide, a été résolu par le deuxième procédé de la technique antérieure dans lequel la réaction conduisant à la formation de la phase solide se

déroule facilement, mais le deuxième procédé de la technique antérieure présente un autre inconvénient : une formation et une adhérence inévitables de matières solides dans l'opération d'absorption. Certes, on peut
5 amoindrir ces formations et adhérences de matières solides dans une certaine mesure en abaissant la quantité d'hydroxyde d'aluminium ou d'alumine ajoutée à la solution absorbante à un niveau inférieur à la quantité théorique, à savoir en augmentant l'acidité de l'absorbant de manière à former du fluorure acide d'aluminium
10 répondant à la formule $H_n AlF_{3+n}$ avec $0 < n \leq 3$ dans la solution, mais l'inconvénient réside alors en ce qu'il est difficile d'opérer dans de telles conditions pendant de longues durées et avec stabilité.

15 Par conséquent, ni le premier procédé ni le deuxième procédé de la technique antérieure ne peuvent être considérés comme des procédés industriels et il existe en fait très peu de cas d'exploitation réelle.

La présente invention concerne un procédé rentable
20 industriellement pour traiter un gaz contenant un composé du fluor tel que le fluorure d'hydrogène, procédé qui remédie aux inconvénients des procédés de la technique antérieure. Le procédé selon l'invention vise au traitement d'un gaz contenant un composé du fluor avec, pour
25 objet principal, la production de fluorure d'aluminium dans des opérations stables et de longue durée.

Le procédé selon l'invention pour traiter un gaz contenant un composé du fluor se caractérise en ce qu'il comprend les stades suivants :

30 on fait entrer le gaz en contact avec une solution aqueuse qui sert d'absorbant et qui contient du fluorure d'aluminium et le radical sulfate à une concentration de 3 à 30 g/litre, et qui absorbe le composé du fluor, on forme une phase solide comprenant du fluorure d'aluminium hydraté et/ou du fluorure d'aluminium basique en
35 ajoutant de l'hydroxyde d'aluminium et/ou de l'alumine à la solution aqueuse résultante obtenue au stade

absorption, et on sépare cette phase solide de la boue en dispersion qui la contient et qui a été obtenue au stade formation de la phase solide.

5 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront plus complètement de la description détaillée de l'invention donnée ci-après en référence aux figures du dessin annexé sur lequel,

la fig. 1 représente schématiquement un cycle opératoire complet dans un mode de réalisation du procédé selon l'invention et

10 la fig. 2 représente schématiquement un cycle opératoire du stade absorption dans un autre mode de réalisation du procédé selon l'invention.

Pour traiter en état stable un gaz contenant un composé du fluor par absorption au stade absorption du

15 procédé selon l'invention et produire efficacement du fluorure d'aluminium, il est nécessaire que la concentration du radical sulfate dans l'absorbant se situe dans l'intervalle de 3 à 30 g/l et, de préférence, de 5 à

20 15 g/l. Lorsque la concentration du radical sulfate est inférieure à 3 g/l, la quantité de fluorure d'aluminium trihydraté formée dans l'absorbant est si forte que l'on ne peut pas conduire une opération stabilisée pendant

25 de longues durées ; par contre, dans le cas où la concentration du radical sulfate est supérieure à 30 g/l, la formation de la phase solide au stade production est trop longue ; dans les deux cas, les conditions ne conviennent pas.

En dehors de l'acide sulfurique et du sulfate

30 d'aluminium, on peut utiliser avec un avantage particulier en tant que source du radical sulfate l'hydroxyde d'aluminium amorphe (non cristallisé) formé lors du traitement d'oxydation anodique des matériaux d'aluminium et qu'on désigne sous le nom de "boues de neutralisation"

35 (ci-après boues d'hydroxyde d'aluminium).

Par contre, le sulfate de sodium, le sulfate de potassium, le sulfate de calcium et les composés analogues provoquent la formation, en phase solide, de fluorure

- 5 -

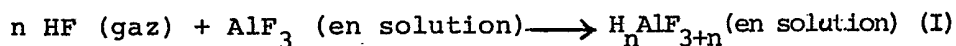
double de sodium et d'aluminium, de fluorure double de potassium et d'aluminium, de fluorure de calcium et de composés analogues au stade absorption, et la présence de ces composés en phase solide dans l'absorbant non seulement gêne l'opération d'absorption du gaz mais diminue la qualité du produit obtenu dans l'opération globale, c'est-à-dire le fluorure d'aluminium. Par conséquent, les sulfates en question ne conviennent pas à l'utilisation en tant que source de radical sulfate.

Le procédé selon l'invention comprend, comme on l'a dit, le stade d'absorption ("stade absorption"), le stade de production d'une phase solide ("stade production") et le stade de séparation des phases solide et liquide ("stade séparation"); ces divers stades seront décrits en détail successivement ci-après :

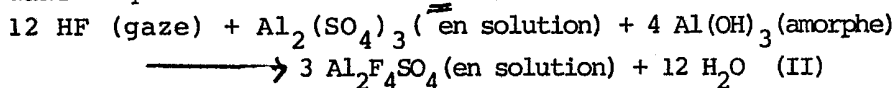
(A) Stade absorption

Au stade absorption, le gaz contenant un composé du fluor est introduit dans la section absorption d'un appareil dans laquelle on pulvérise sur le gaz l'absorbant comprenant une solution aqueuse qui contient de 3 à 30 g/l de radical sulfate et du fluorure d'aluminium. L'absorbant est une solution aqueuse de fluorure d'aluminium provenant du stade séparation des phases solide et liquide, ou une solution aqueuse de fluorure d'aluminium à laquelle on a ajouté une substance contenant le radical sulfate, par exemple du sulfate d'aluminium, de l'acide sulfurique, les boues d'hydroxyde d'aluminium, etc...

L'absorption des gaz dans la section absorption donne lieu aux réactions chimiques des équations I et II ci-après :



dans laquelle $0 < n < 3$.

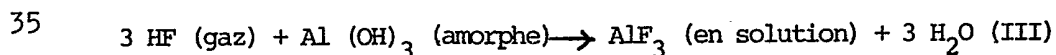


A l'absorption du gaz, la réaction principale est la réaction de l'équation I ; la réaction selon l'équation II est secondaire. Par conséquent, le principal composant obtenu par action de la solution absorbante est le fluorure d'aluminium acide (H_nAlF_{3+n} avec 0 < n ≤ 3) ; mais cette solution contient en tant que composants mineurs du fluosulfate d'aluminium et des composés analogues.

Lorsqu'on poursuit le traitement d'absorption du gaz contenant le composé du fluor dans la section absorption en recyclant l'absorbant dans un réservoir au moyen d'une pompe, la concentration du fluor augmente dans l'absorbant. Par conséquent, pour maintenir la concentration du fluor dans l'absorbant dans un intervalle de 30 à 150 g/l, de préférence de 50 à 120 g/l, on évacue une partie de l'absorbant qu'on envoie au stade formation de la phase solide. En outre, pour que, dans la formule H_nAlF_{3+n}, n satisfasse toujours à la relation 0 < n ≤ 3, on envoie au réservoir équipé d'une pompe la solution aqueuse de fluorure d'aluminium provenant du stade séparation des phases solide et liquide.

S'il subsiste un composé du fluor dans le gaz traité après le stade absorption et s'il est nécessaire de traiter à nouveau ce gaz, on peut relier une deuxième section d'absorption à la section d'absorption existante et procéder à une opération analogue d'absorption au moyen d'un absorbant à pH 1 à 4 consistant en une solution aqueuse de fluorure d'aluminium à laquelle on a ajouté des boues d'hydroxyde d'aluminium. Dans un tel cas, on parlera d'une première et d'une deuxième section d'absorption.

Dans la deuxième section d'absorption, il se produit la réaction chimique III ci-après :



- 7 -

En dehors de la réaction III, il se produit également la réaction II déjà mentionnée en référence à la première section d'absorption.

La caractéristique de la deuxième section d'absorption réside en ce que, du fait que les boues d'hydroxyde d'aluminium sont bien solubles dans l'absorbant, on peut travailler avec un excès d'aluminium par rapport à la composition du fluorure d'aluminium (AlF_3) et par exemple on peut maintenir le rapport molaire F/Al à un niveau de 2 à 3 même si le pH de l'absorbant est de 1 à 4.

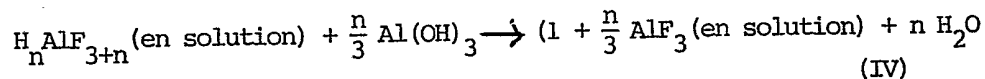
Du fait que dans ces conditions, la concentration d'un composé du fluor dans la phase gazeuse à l'équilibre gaz-liquide est pratiquement nulle, on peut capter presque totalement le composant fluoré du gaz traité dans la deuxième section d'absorption.

Au fur et à mesure qu'on poursuit l'opération dans la deuxième section d'absorption, la concentration en fluor de l'absorbant augmente et, par conséquent, on évacue une partie de l'absorbant qu'on combine avec celui de la première section d'absorption afin de maintenir la concentration en fluor de l'absorbant à la deuxième section d'absorption inférieure à 100 g/l, de préférence inférieure à 50 g/l. L'absorbant combiné dans ces conditions absorbe le gaz contenant du fluor dans la première section d'absorption selon la réaction représentée par l'équation 1.

Lorsque la deuxième section d'absorption est installée comme ci-dessus, on peut éviter d'introduire une substance contenant le radical sulfate dans la première section d'absorption. En outre, on règle la quantité des boues d'hydroxyde d'aluminium introduite dans la deuxième section d'absorption de manière à maintenir le pH de l'absorbant dans l'intervalle de 1 à 4, de préférence de 1,5 à 3,0 à la deuxième section d'absorption.

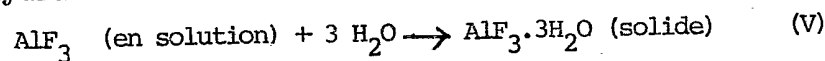
(B) Stade production :

Lorsqu'on ajoute de l'hydroxyde d'aluminium à l'absorbant évacué du stade d'absorption dans le réacteur, on forme une solution aqueuse de fluorure d'aluminium selon l'équation IV ci-après :



dans laquelle $0 < n \leq 3$.

Bien qu'on puisse utiliser, à cet effet, l'hydroxyde d'aluminium sous une forme quelconque, l'hydroxyde d'aluminium cristallisé du commerce est pratique. La solution aqueuse de fluorure d'aluminium se transforme alors en une dispersion dans laquelle le fluor en solution aqueuse a été converti en fluorure d'alumine trihydraté solide selon l'équation V ci-après :



Du fait qu'on utilise les liqueurs mères de la dispersion comme absorbant au stade absorption, elles doivent toujours contenir du fluorure d'aluminium en solution et, par conséquent, il est nécessaire de régler les progrès de la réaction de formation de la matière solide ; on peut y parvenir à volonté en réglant de manière voulue les conditions de réaction dans l'intervalle de température de 40 à 90°C et dans l'intervalle des durées de réaction de 1 à 8 heures.

Lorsqu'on, dans la réaction IV, on introduit de l'hydroxyde d'aluminium en quantité supérieure à la quantité équivalente, la réaction conduisant à la phase solide donne lieu à la formation de fluorures d'aluminium basiques autres que le fluorure d'aluminium trihydraté, ces fluorures d'aluminium basiques répondant, par exemple aux formules $16 \text{ AlF}_{1,65}(\text{OH})_{1,35} \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ et $\text{AlF}_{1,95}(\text{OH})_{1,05}$ et analogues.

La dispersion obtenue lorsque la réaction de formation de la phase solide est finie, c'est-à-dire une solution aqueuse de fluorure d'aluminium contenant à l'état solide du fluorure d'aluminium trihydraté est envoyée au stade séparation.

(C) Stade séparation :

Dans ce stade, on sépare la matière solide de la dispersion et on envoie cette matière solide à un autre stade pour préparation du fluorure d'aluminium recherché,

cependant que les liqueurs mères sont envoyées au stade absorption où elles servent d'absorbant. Lorsque c'est nécessaire, on évacue une partie des liqueurs mères pour traitement à un autre stade.

5 Pour ce qui concerne l'endroit où l'on introduit l'hydroxyde d'aluminium mentionné ci-dessus, on peut, si on le désire, l'introduire au stade absorption ou au stade production, mais, du point de vue des facilités opératoires, on l'introduit, de préférence, au stade
10 production. En effet, lorsqu'on introduit l'hydroxyde d'aluminium au stade absorption, il arrive qu'il se produise localement une réaction avec formation d'une phase solide ou qu'une phase solide non encore dissoute subsiste dans l'absorbant.

15 Les exemples qui suivent illustrent l'invention sans toutefois en limiter la portée ; dans ces exemples, les indications de parties ou de pourcentages s'entendent en poids sauf mention contraire.

Exemple 1

20 L'opération de cet exemple sera décrite en référence à la fig. 1 du dessin annexé qui illustre le cycle opératoire observé dans un mode de réalisation du procédé selon l'invention.

On traite des gaz résiduaux contenant 564,5 mg
25 par mètre cube normal de fluor sous la forme de composés gazeux du fluor (principalement du fluorure d'hydrogène) et 12,5 mg par mètre cube normal de fluor sous la forme de composés du fluor en particules (principalement de la cryolithe) ainsi que d'autres poussières
30 telles que de l'alumine, la quantité totale de poussière, y compris les composés du fluor en particules, étant de 53,9 mg/m³ normal. En référence maintenant à la fig. 1 du dessin annexé, les gaz résiduaux à traiter sont introduits par le conduit 4 dans la
35 section d'absorption 1 ; après absorption dans cette section par l'absorbant 2a provenant du réservoir 2 par la pompe 3 et le conduit 8, les gaz résiduaux traités s'échappent par la tête de la section d'absorption

1 et le conduit 5. D'autre part, l'absorbant 2a qui a absorbé le composant fluoré est renvoyé au réservoir 2 par le conduit 9. La température de l'absorbant 2a renvoyé au réservoir 2 est de 35 à 40°C en cours d'opération.

5 La solution aqueuse de fluorure d'aluminium est envoyée au réservoir 2 par le conduit 6 et la matière contenant un radical sulfate sous forme par exemple de sulfate d'aluminium, de boues d'hydroxydes d'aluminium
10 ou sous une forme analogue est envoyée au réservoir 2 par le conduit 7. La quantité de fluorure d'aluminium contenue dans la solution aqueuse de fluorure d'aluminium envoyée au réservoir 2 par le conduit 6 a été réglée de manière que l'absorbant 2a reste à l'état
15 de solution aqueuse de fluorure d'aluminium acide ($H_n AlF_{3+n}$ avec $0 < n \leq 3$), et la quantité de la matière contenant le radical sulfate envoyée au réservoir 2 par le conduit 7 est réglée de manière que la concentration du radical sulfate dans l'absorbant 2a reste
20 à 10 g/l.

La concentration du fluor dans l'absorbant 2a dépend de la quantité de gaz contenant du fluor introduite par le conduit 4, de la quantité de l'absorbant 2a retenue et de la quantité d'absorbant
25 évacuée du courant principal d'absorbant 2a de la section d'absorption 1 et envoyée au stade production par le conduit 10, et la concentration en fluor est réglée dans un intervalle de 60 à 80 g/l.

Le traitement du gaz par absorption réalisé à la
30 concentration de fluor ainsi réglée dans l'absorbant 2a se déroule dans des conditions très stables et on a pu faire fonctionner l'appareillage pendant plus de six mois.

Lorsqu'on ajoute l'hydroxyde d'aluminium introduit
35 par le conduit 12 dans la partie de l'absorbant 2a évacuée du réservoir 2 par le conduit 8 et introduite dans le réacteur 11 par le conduit 10 et qu'on fait

réagir le mélange obtenu dans le réacteur 11 à 60° pendant 1/2 heure sous agitation, le fluorure d'aluminium acide contenu dans le mélange liquide est converti entièrement en fluorure d'aluminium. En poursuivant l'agitation du mélange de réaction pendant encore 3,5 heures, 50% du fluor contenu dans le mélange liquide sont convertis en fluorure d'aluminium trihydraté solide, le solde restant encore à l'état liquide. La quantité qui reste correspond à peu près à celle qui est nécessaire à la section d'absorption 1.

La dispersion contenue dans le réacteur 11 et qui contient donc le fluorure d'aluminium trihydraté formé est envoyée au séparateur solide-liquide 14 par le conduit 13 et le fluorure d'aluminium trihydraté séparé dans cet appareil est évacué par le conduit 15. Les liqueurs mères séparées dans l'appareil 14, c'est-à-dire une solution aqueuse de fluorure d'aluminium, sont recyclées au réservoir d'absorbant 2 par le conduit 6. Une partie des liqueurs mères est évacuée par le conduit 16.

Exemple comparatif 1

Le cycle opératoire, dans cet exemple comparatif, est le même que dans l'exemple 1 et, par conséquent, les opérations seront donc décrites également en référence à la fig. 1 du dessin annexé. Dans cet exemple comparatif, les opérations sont conduites de la même manière que dans l'exemple 1 sauf qu'on n'introduit pas de matière contenant le radical sulfate par le conduit 7. Les résultats obtenus sont différents de ceux de l'exemple 1.

Juste après le début de l'opération, il commence à apparaître du fluorure d'aluminium trihydraté solide dans l'absorbant 2a qui se transforme donc en une espèce de dispersion. Lorsqu'on poursuit les opérations, le fluorure d'aluminium trihydraté adhère aux parois intérieures de la section d'absorption 1, du réservoir 2, de la pompe 3 et du conduit 8 et il est alors

nécessaire d'arrêter les opérations au moins une fois par mois pour évacuer la matière qui adhère à ces appareils.

D'autre part, la réaction de formation de la phase solide dans le réacteur 11 se déroule correctement et 80% du fluor sont convertis en fluorure d'aluminium trihydraté, le solde (20%) restant dans la phase liquide. Dans un tel cas, du fait que la quantité de fluorure d'aluminium contenue dans l'absorbant 2a est insuffisante pour le fonctionnement de la section d'absorption 1, la durée de réaction dans le réacteur 11 est limitée à 1 heure de manière à limiter à 50% la proportion du fluor convertie en fluorure d'aluminium trihydraté. Toutefois, en raison de sa forte réactivité, le fluorure d'aluminium trihydraté adhère sur les surfaces intérieures du conduit 13, du séparateur solide-liquide 14, du conduit 6 et des appareils analogues et il est nécessaire d'arrêter les opérations et d'éliminer fréquemment les substances adhérentes. On n'évacue pas les liqueurs mères 2a par le conduit 16.

Exemple comparatif 2

Le cycle opératoire, dans cet exemple comparatif, est le même que dans l'exemple 1, et l'appareillage est toujours celui représenté schématiquement dans la fig. 1 du dessin annexé. On opère comme dans l'exemple 1 mais on n'envoie pas de matière contenant un radical sulfate et d'autre part la concentration du fluor dans l'absorbant 2a est réglée à un niveau de 52 à 72 g/l, soit une concentration inférieure de 8 g/l à celle de l'exemple 1, correspondant à 10 g/l de la concentration du radical sulfate (à l'état de $Al_2F_4SO_4$) dans l'exemple 1. Les résultats obtenus dans cet exemple sont les mêmes que dans l'exemple comparatif 1.

Exemple comparatif 3

Le cycle opératoire est le même que dans l'exemple 1, et l'appareillage est toujours celui représenté dans la fig. 1 du dessin annexé. On opère comme dans

l'exemple 1 mais on n'envoie pas de matière contenant le radical sulfate et on maintient la concentration en fluor de l'absorbant 2a à un niveau de 30 à 40 g/l.

5 Les résultats sont pratiquement les mêmes que dans l'exemple comparatif 1.

Si l'on examine les effets atteints conformément à l'invention telle qu'illustrée par l'opération de l'exemple 1, c'est-à-dire l'effet de l'introduction d'un radical sulfate dans l'absorbant, par examen
10 des résultats obtenus dans les exemples comparatifs 1, 2 et 3, on constate que les avantages obtenus conformément à l'invention ont un grand intérêt industriel :

(1) Dans la solution aqueuse qui sert d'absorbant au stade absorption à une température de 35 à 40°C, peu
15 différente de la température ordinaire, la concentration apparente en AlF_3 est diminuée au-delà du niveau où il risque d'apparaître une phase solide et correspond à la quantité nécessaire pour produire $Al_2F_4SO_4$ qui est très soluble dans l'eau. Par conséquent, on
20 peut poursuivre des opérations stables pendant de longues durées sans apparition ni adhérences de matières solides au stade absorption même à une concentration en fluor dans l'absorbant suffisamment forte pour que, en l'absence de radical sulfate, comme
25 dans les exemples comparatifs 1, 2 et 3, il y ait un risque de formation et de déposition de matières solides.

(2) Au stade production, l'addition d' $Al(OH)_3$ conduit à une augmentation de la concentration en AlF_3
30 dans l'absorbant en raison de la conversion de H_nAlF_{3+n} en AlF_3 , d'où une formation plus aisée de $AlF_3 \cdot 3H_2O$. Cette tendance est accélérée par l'augmentation de température de l'absorbant. Toutefois, par le réglage approprié de la concentration en radical
35 sulfate de l'absorbant, non seulement on peut contrôler facilement la vitesse de production de la phase solide mais on peut éviter des incidents de fonctionnement.

- 14 -

Exemple comparatif 4

Dans cet exemple, le cycle opératoire est le même que dans l'exemple 1 et l'appareillage est celui représenté schématiquement dans la fig. 1 du dessin annexé. On opère comme dans l'exemple 1 mais avec une concentration en radical sulfate dans l'absorbant 2a qui est de 50 g/l. Les résultats obtenus diffèrent de ceux obtenus dans l'exemple 1 par les points suivants :

(1) Comme la réaction de formation de la phase solide dans le réacteur 11 ne marque pratiquement aucun progrès, on porte la température du liquide contenu dans le réacteur à 80°C et on poursuit l'agitation pendant encore 6 heures. Or 10% seulement du fluor contenu dans le liquide sont convertis en $AlF_3 \cdot 3H_2O$ et le solde reste en phase liquide.

(2) Par rapport au bilan matière total, la quantité de liqueurs mères évacuée par le conduit 16 est trop forte.

Exemple 2

Sauf pour le stade absorption, les opérations dans cet exemple sont les mêmes que dans l'exemple 1 et l'appareillage est celui de la fig. 1 ; par contre, le cycle opératoire au stade absorption de l'exemple 2 est celui représenté schématiquement dans la fig. 2 ; les numéros de référence de la fig. 2 désignent les mêmes parties d'appareil que dans la fig. 1. Quoique, dans la fig. 2, on ait omis le stade opératoire faisant suite directement au conduit 10, ce stade opératoire est le même que dans l'exemple 1 et il est illustré dans la fig. 1. En outre, dans l'exemple 2, la section d'absorption 1 de l'exemple 1 est appelée "section d'absorption antérieure 1" dans l'exemple 2.

Les différences entre l'exemple 2 et l'exemple 1 sont les suivantes :

Dans la fig. 2, le traitement du gaz contenant un composé du fluor est effectué dans la section antérieure d'absorption 1, à l'aide de l'absorbant 2a et le gaz traité une fois mais qui contient toujours des composés

- 15 -

du fluor, évacué par le conduit 5, est introduit dans la deuxième section d'absorption 21 par le conduit 24. Dans cette deuxième section d'absorption 21, le gaz est traité par absorption dans l'absorbant 22a envoyé du
5 réservoir d'absorbant 22 par la pompe 23 et le conduit 18. Le gaz traité est ensuite évacué à l'atmosphère par le conduit 25 et l'absorbant 22a est renvoyé au réservoir 22 par le conduit 19.

10 D'autre part, les boues d'hydroxyde d'aluminium sont envoyées au réservoir 22 par le conduit 20 à un débit réglé de manière que le pH de l'absorbant 22a reste à un niveau de 1,5 à 2,0.

15 La concentration du fluor dans l'absorbant 22a dépend de la quantité de composant fluoré contenue dans le gaz introduit par le conduit 24, de la quantité d'absorbant retenue et de la quantité de l'absorbant 22a évacuée sur le réservoir 2 par le conduit 17, et la concentration du fluor est réglée dans l'intervalle de 30 à 40 g/l.

20 Dans cet exemple 2, l'introduction de la substance contenant le radical sulfate effectuée dans l'exemple 1 par le conduit 7 n'est plus nécessaire.

25 Lorsqu'on traite un gaz contenant un composé du fluor comme décrit ci-dessus, on peut poursuivre des opérations extrêmement stables pendant de longues durées comme dans l'exemple 1.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé pour traiter un gaz contenant un composé du fluor, caractérisé en ce qu'il comprend les stades suivants :

5 on met le gaz en contact avec une solution aqueuse contenant du fluorure d'aluminium et le radical sulfate à une concentration de 3 à 30 g/l et qui sert d'absorbant du composé du fluor,

10 on forme une phase solide comprenant du fluorure d'aluminium hydraté et/ou du fluorure d'aluminium basique en ajoutant de l'hydroxyde d'aluminium et/ou de l'alumine à la solution aqueuse obtenue au stade absorption et on sépare la phase solide de la dispersion obtenue.

15 2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la concentration du radical sulfate dans la solution aqueuse qui sert d'absorbant est maintenue à une valeur déterminée par addition d'une matière contenant le radical sulfate à l'absorbant au stade absorption.

20 3. - Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que la substance contenant le radical sulfate est l'acide sulfurique ou le sulfate d'aluminium.

4.- Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que la substance contenant le radical sulfate est un hydroxyde d'aluminium amorphe contenant le radical sulfate.

25 5.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le stade absorption comprend un premier stade d'absorption dans lequel le gaz contenant un composé du fluor est traité par une solution aqueuse, premier absorbant, contenant du fluorure d'aluminium et le radical sulfate à une concentration de 3 à 30 g/l, et un
30 deuxième stade d'absorption dans lequel le gaz traité une fois et contenant le composé du fluor, après avoir passé au premier stade d'absorption, est à nouveau traité par une solution aqueuse, deuxième absorbant, à pH 1 à 4,
35 contenant de l'hydroxyde d'aluminium amorphe.

6.- Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'hydroxyde d'aluminium amorphe à ajouter au deuxième absorbant contient le radical sulfate.

- 17 -

7.- Procédé selon la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce qu'une partie du deuxième absorbant est évacuée et la partie évacuée combinée avec le premier absorbant.

FIG. 1

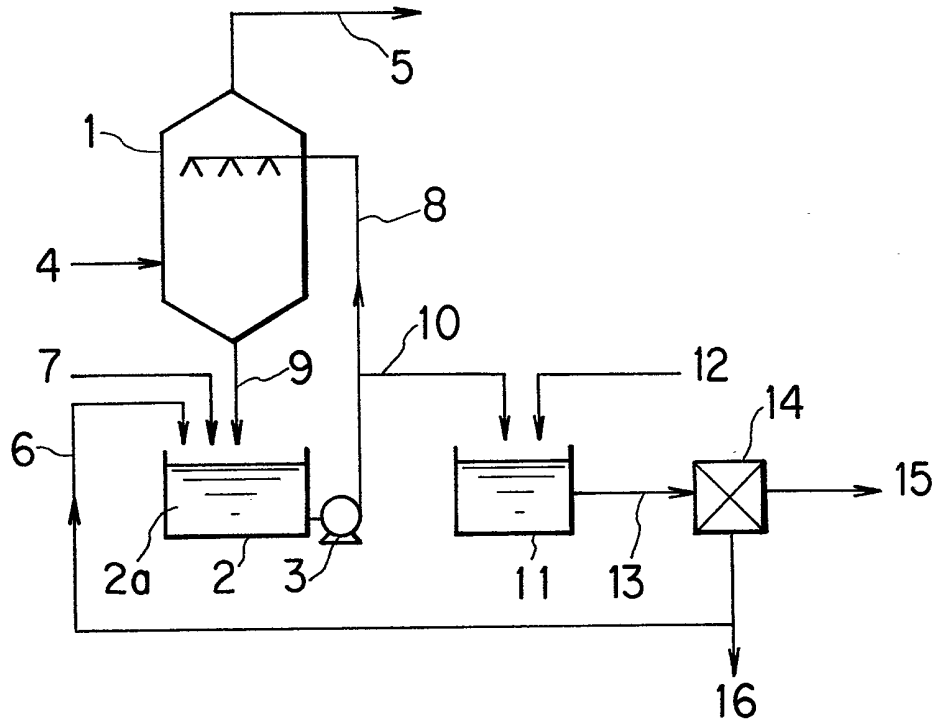


FIG. 2

