



Patent dodatkowy
do patentu: _____

Zgłoszono: 24. IX. 1963 (P 102 607)

Pierwszeństwo: 26. IX. 1962 Francja

Opublikowano: 5. II. 1968

Kl. 40 a, 1/04

MKP C 22 b

1 1/04

UKD
669. 046. 42

Współtwórcy wynalazku: Maurice Noble, inż. Louis Ruelle

Właściciel patentu: Pechiney Compagnie de Produits Chimiques et Electrometallurgiques, Paryż (Francja)

Sposób ciągły selektywnego wypalania węgla w aglomeratach zanieczyszczonego azotku glinowego

1

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu i urządzenia przeznaczonego do selektywnego wypalania węgla w technicznym azotku glinowym, zawierającym węgiel jako zanieczyszczenie.

Znane jest wytwarzanie azotku glinowego zawierającego nadmiar węgla, który może dochodzić aż do 10%, i znane jest usuwanie tych pozostałości węgla za pomocą utlenienia przeprowadzanego w temperaturze, która nie osiąga nigdy 850°C, przy czym usuwanie to może być przeprowadzane w powietrzu rozrzedzonymi gazami obojętnymi.

W ramach takiego wytwarzania azotku glinowego zostało odkryte i wykonane selektywne wypalanie w cienkich warstwach surowego azotku glinowego zanieczyszczonego węglem. Tego rodzaju produkt był rozkładany na blachach metalowych lub blachach perforowanych, a prąd gorącego powietrza był wdmuchiwany na te warstwy i przedmuchiwany poprzez te warstwy przy temperaturze w granicach od 600 do 800°C. Cząstki azotku glinowego poddawane takiemu traktowaniu nie stykały się wzajemnie na całej wysokości napełnienia zamkniętego wnętrza pieca, ale były podzielone na szereg partii i (lub) były oddzielone od ścianek naczynia zamkniętego za pomocą elementów (blach, daszków metalowych itd.) rozdzielających wspomniane cienkie warstwy.

Stwierdzono jednakże, że w tym ostatnim sposobie regulowania temperatury, która ma zasadnicze znaczenie dla prawidłowego przebiegu procesu,

2

jest trudne, ponieważ mierzone temperatury są temperaturami strumienia powietrza, a rzeczywistymi temperaturami masy reagującej. Rozkład materiału wsadowego cienkimi warstwami sprawia, że urządzenie zajmuje dużo miejsca, wymaga bardzo wielu manipulacji i sprzyja tworzeniu się znacznych ilości pyłów.

Przedmiotem wynalazku jest sposób i urządzenie, które umożliwia usuwanie węgla z technicznego azotku glinowego przez wypalanie go, praktycznie bez naruszania samego azotku glinowego, oraz uzyskiwanie w ten sposób oczyszczonego produktu o dużej wartości przemysłowej, a zwłaszcza uzyskiwanie tego produktu w sposób niezawodny i regularny, przy bardzo dobrej wydajności odzyskiwanego materiału i bardzo dobrej sprawności cieplnej.

Sposób ciągłego wypalania węgla według wynalazku w którym wypalaniu poddaje się aglomeraty azotku glinowego, zawierające do 12% wagowo węgla przeprowadza się następująco:

Aglomeraty wprowadza się do zamkniętego naczynia praktycznie odizolowanego cieplnie od atmosfery zewnętrznej przy czym stykają się one ze sobą na całej wysokości napełnienia tego naczynia zamkniętego. Następnie przemieszcza się je ruchem postępowym, pod wpływem własnego ciężaru, w kierunku zasadniczo pionowym.

Aglomeraty stykają się w równoległych strumieniach z gorącą mieszaniną gazową składającą się z gazu obojętnego takiego jak dwutlenek węgla,

azot, ich mieszaniny itd., oraz z tlenu o zawartości procentowej co najmniej równej stechiometrycznej zawartości procentowej dla spalania węgla zawartego w tych aglomeratach i zostają doprowadzone do temperatury w granicach od 600 do 800°C dzięki wymianie ciepła z tą mieszaniną gazową.

W dalszym ciągu utrzymuje się je w tej temperaturze w zetknięciu z mieszaniną gazową przez okres czasu wystarczający co najmniej do zasadniczo zupełnego spalania węgla w nich zawartego a następnie w temperaturze najwyższej równej 800°C za pomocą takiego gazu obojętnego jak wymienione wyżej, zawartego w mieszaninie gazowej wprowadzanej do tego naczynia zamkniętego.

Zgodnie z niniejszym wynalazkiem wymiana ciepła pomiędzy ciałami stałymi i gazem, stykającymi się w naczyniu zamkniętym, jest bardzo istotna, ponieważ wyznaczone wyżej granice temperatur dotyczą tak samo gazu jak i ciał stałych.

Najkorzystniej jest gdy techniczny azotek glinowy jest wprowadzany do naczynia zamkniętego przy temperaturze otoczenia. Jednakże jest oczywiste, że może on być również wstępnie ogrzany.

Według korzystnej postaci wynalazku, gazy wypływające z dolnej części przestrzeni zamkniętej są uzupełniane tlenem, najkorzystniej w postaci powietrza, w ilości co najmniej równej ilości zużywanej do spalania węgla, a ilość gazów odprowadzanych na zewnątrz jest praktycznie równa co najmniej ilości dodawanego tlenu. Następnie gazy te są z powrotem wprowadzane do obiegu w górnej części naczynia zamkniętego i stykają się z przeznaczonymi do obróbki aglomeratami.

Sposób ten jest wyjątkowo korzystny ze względów termicznych, ponieważ zużycie energii cieplnej doprowadza się do zera, gdy zawartość procentowa węgla przeznaczonego do usunięcia za pomocą wypalania jest stosunkowo nieznaczna rzędu około 4%. Trzeba natomiast doprowadzać ciepło do obiegu gdy ta zawartość procentowa jest większa a to w celu utrzymywania temperatury w wyznaczonych wyżej granicach.

Według odmiany sposobu według wynalazku zawartość tlenu w gazie wchodzącym do górnej części pieca można regulować w granicach od 1,7 do 10% objętościowo. Zostało stwierdzone, że przy zawartości tlenu w gazie doprowadzanym do pieca poniżej 1,7%, zachodzi niebezpieczeństwo, że piec będzie pracował przy temperaturach zbyt wysokich, rzędu 800°C, a zatem będzie następowało utlenianie azotku glinowego. Tak samo jeżeli zostanie przekroczona zawartość 10%, to może zachodzić zbyt gwałtowne lokalne spalanie węgla i może to pociągać za sobą przegrzania a również utlenianie azotku glinowego.

Wypalony produkt wychodzący z dolnej części naczynia zamkniętego może być, najkorzystniej według wynalazku, poddawany ochładzaniu, jeszcze przed odprowadzeniem go z tego naczynia.

Przytoczone w dolnej części opisu rysunek i przykłady, są podane jedynie w celu ułatwienia

zrozumienia wynalazku i nie ograniczają jego zakresu.

Fig. 1 i 2 przedstawiają schematycznie w przekroju pionowym dwie odmiany realizacji sposobu według niniejszego wynalazku. Fig. 1 i przykład I przedstawiają wykonanie bez ponownego wprowadzania do obiegu gazów obciążonych produktem spalania przeprowadzonego w piecu. Fig. 2 i przykład II przedstawiają wykonanie z ponownym wprowadzaniem do obiegu tych gazów. Na fig. 1 i 2 te same odnośniki liczbowe dotyczą tych samych elementów składowych urządzenia.

Liczbą 1 oznaczono zamkniętą przestrzeń pieca do stosowania sposobu według wynalazku, przy czym część zakreskowana oznacza ciało stałe zawarte w tej przestrzeni zamkniętej. Liczbami 2 i 3 oznaczono górną i dolną część naczynia zamkniętego, liczbami 4 i 5 — otwór i urządzenie doprowadzające do naczynia zamkniętego surowy azotek glinowy, liczbami 6 i 7 — otwór i urządzenie doprowadzające poza naczynie zamknięte oczyszczony azotek glinowy, liczbami 8 i 9 — wlot i wylot gazu, liczbą 10 — urządzenie ogrzewające gaz, liczbą 11 — pomocnicze rurociągi gazu, liczbą 12 — rurociąg łączący wlot i wylot gazu, liczbą 13 — osłonę termometru umieszczoną w osi symetrii naczynia zamkniętego, liczbami 14 i 15 — poziomy: początku i końca procesu selektywnego wypalania węgla z surowego azotku glinowego.

W przytoczonych dalej przykładach, ilości procentowe zastosowanych materiałów wejściowych odpowiadają wprowadzaniu 4 kg/godz. zanieczyszczonego azotku glinowego do zamkniętego naczynia 1. Podane objętości gazu odnoszą się jak zawsze do objętości zajmowanych przez te gazy w temperaturze 0°C przy ciśnieniu 760 mm słupa rtęci. Podane temperatury, jeżeli nie zostanie zaznaczone inaczej dotyczą ustalonych warunków działania pieca i są takie same w obydwóch przykładach. Jakość oczyszczzonego azotku glinowego jest taka sama w obydwóch przykładach.

Przykład I. Przeznaczony do wypalania materiał wsadowy jest zanieczyszczonym azotkiem glinowym o składzie: 6% wagowo węgla, 92,5% wagowo azotku glinowego i 1,5% wagowo tlenu glinowego.

Utworzona z tlenu i azotu mieszanina gazowa jest ogrzana w baterii ogrzewczej 10 i następnie przy temperaturze 700°C jest wprowadzana przez rurociąg 8 do zamkniętego naczynia 1, wykonanego ze stali nierdzewnej, zasadniczo w ilości 5000 litrów powietrza i 48040 litrów azotu. Takie ilości procentowe odpowiadają zawartości około 1,9 części objętościowych tlenu na 100 części objętościowych gazu doprowadzanego.

Azot i powietrze są doprowadzane do baterii ogrzewczej 10 przez rurociągi pomocnicze 11.

Zanieczyszczony azotek glinowy jest wprowadzany przy temperaturze otoczenia do urządzenia zasilającego 5, co umożliwia zasilanie przestrzeni zamkniętej 1 w sposób zapewniający gazoszczelność.

Materiał wsadowy wprowadzany jest do walco-

wego pionowego naczynia zamkniętego 1, przez otwór zasilający 4 umieszczony u samej góry tego naczynia.

Produkt przesuwa się ruchem postępowym, dzięki grawitacji, do naczynia zamkniętego, a jest odprowadzany przez otwór opróżniający 6, umieszczony w dnie naczynia.

Surowy azotek glinowy zostaje doprowadzony przez wymianę ciepła z gazem, do temperatury 650°C już na poziomie 14 naczynia zamkniętego 1, znajdującym się poniżej poziomu 2 rurociągu 8 doprowadzającego gaz do tego naczynia. W tej temperaturze zaczyna się palić zawarty w surowym azotku glinowym węgiel. Jego spalanie kończy się gdy produkt osiąga poziom 15 w zamkniętym naczyniu 1. Temperatura wsadu podnosi się stopniowo od temperatury 650°C do temperatury 740°C podczas przesuwania się go w zamkniętym naczyniu od poziomu 14 do poziomu 15. Temperatura 740°C nie jest przekraczana w żadnym miejscu masy wsadu, w czasie jego przesuwania się w naczyniu zamkniętym

Oczyszczony już azotek glinowy przesuwa się poniżej poziomu 3 rurociągu 9 i zostaje ochłodzony zanim zostanie odprowadzony do urządzenia 7, które pracuje przy zachowywaniu gazoszczelności.

Oczyszczony produkt ma następujący skład: 0,3% wagowo pozostałości węgla, 1,7% wagowo tlenku glinowego i 98% wagowo azotku glinowego.

Zawierające dwutlenek węgla gazy są odprowadzane przez rurociąg 9, przy temperaturze 740°C.

Trzy termometry umieszczone na różnych poziomach w osłonie 13, wykonanej ze stali nierdzewnej, umożliwiają zasadniczo określanie temperatury masy ciała stałego na omawianych poziomach.

Rozchód energii elektrycznej wymagany do zapewnienia równowagi cieplnej tego procesu jest rzędu 5,6 kWh na kg zanieczyszczonego azotku glinowego wprowadzanego do naczynia zamkniętego.

W celu uruchomienia pieca zamyka się najpierw wszystkie dopływy tlenu aż do tej chwili, gdy zanieczyszczony azotek glinowy zawarty w naczyniu zamkniętym zostanie doprowadzony w sposób konwencjonalny, za pomocą gorącego gazu wpływającego do tego naczynia zamkniętego do temperatury 650°C a następnie wprowadza się stopniowo tlen pod postacią powietrza aż do wskazanej wyżej zawartości procentowej.

Przykład II. W celu doprowadzenia pieca do normalnej temperatury pracy, gazy są ogrzewane za pomocą elektrycznej baterii ogrzewczej nie pokazanej na fig. 2.

Gdy normalny obieg gazów zostaje ustalony i gdy osiągnięte zostaną normalne temperatury pracy, przez jeden z rurociągów 11 do obiegu 9—12—8 gazów wprowadza się gaz w objętości wynoszącej 2440 litrów.

Gaz wprowadzony do naczynia zamkniętego

przez rurociąg 8 ma objętość 53040 litrów i stanowi mieszaninę tlenu, azotu i dwutlenku węgla pochodzącego ze spalania węgla zanieczyszczającego surowy azotek glinowy. Zawartość tlenu w tym gazie wynosi około 5% objętościowo a sprawność wykorzystywania tlenu wynosi około 25%.

W przeciwieństwie do przykładu I nie jest konieczne rozchodowanie energii elektrycznej dla zapewnienia zbilansowania cieplnego procesu, a nawet trzeba odprowadzać częściowo ciepło z obiegu 9—12—8 gazów, ażeby usunąć nadmiar ciepła.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ciągły selektywnego wypalania węgla w aglomeratach zanieczyszczonego azotku glinowego, zawierającego co najwyżej 12% wagowo węgla, znamienny tym, że aglomeraty te wprowadza się do naczynia zamkniętego, praktycznie odizolowanego cieplnie od atmosfery zewnętrznej, przy wzajemnym stykaniu się ich na całej wysokości napełniania tego naczynia zamkniętego; przesuwa się je ruchem postępowym dzięki grawitacji w kierunku zasadniczo pionowym; doprowadza się do zetknięcia w równoległych strumieniach z gorącą mieszaniną gazową składającą się z gazu obojętnego, takiego jak dwutlenek węgla, azot lub ich mieszaniny i z tlenku o zawartości procentowej co najmniej równej stechiometrycznej zawartości procentowej dla spalania węgla zawartego w tych aglomeratach i doprowadza się je do temperatury w granicach od 600 do 800°C za pomocą wymiany ciepła z tą mieszaniną gazową, utrzymuje się w zetknięciu z tą mieszaniną gazową w czasie wystarczającym do zasadniczo zupełnego spalania węgla zawartego w tych aglomeratach, przy czym aglomeruje się w temperaturze niższej od 800°C za pomocą takiego gazu obojętnego jak wymienione wyżej, zawartego w mieszaninie gazowej wprowadzanej do naczynia zamkniętego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że gazy wychodzące z dolnej części naczynia zamkniętego uzupełnia się tlenem, najkorzystniej w postaci powietrza i w ilości równej co najmniej ilości zużywanej do spalania węgla, a ponadto z gazów tych odprowadza się na zewnątrz ich ilość praktycznie równą objętości dodawanego tlenu, a następnie gazy te wprowadza się z powrotem do obiegu w górnej części naczynia zamkniętego i doprowadza się do zetknięcia się ich z przeznaczonymi do przeróbki aglomeratami.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamienny tym, że zawartość tlenu w gazie wpływającym do górnej części pieca reguluje się w granicach od 1,7 do 10% objętościowo.

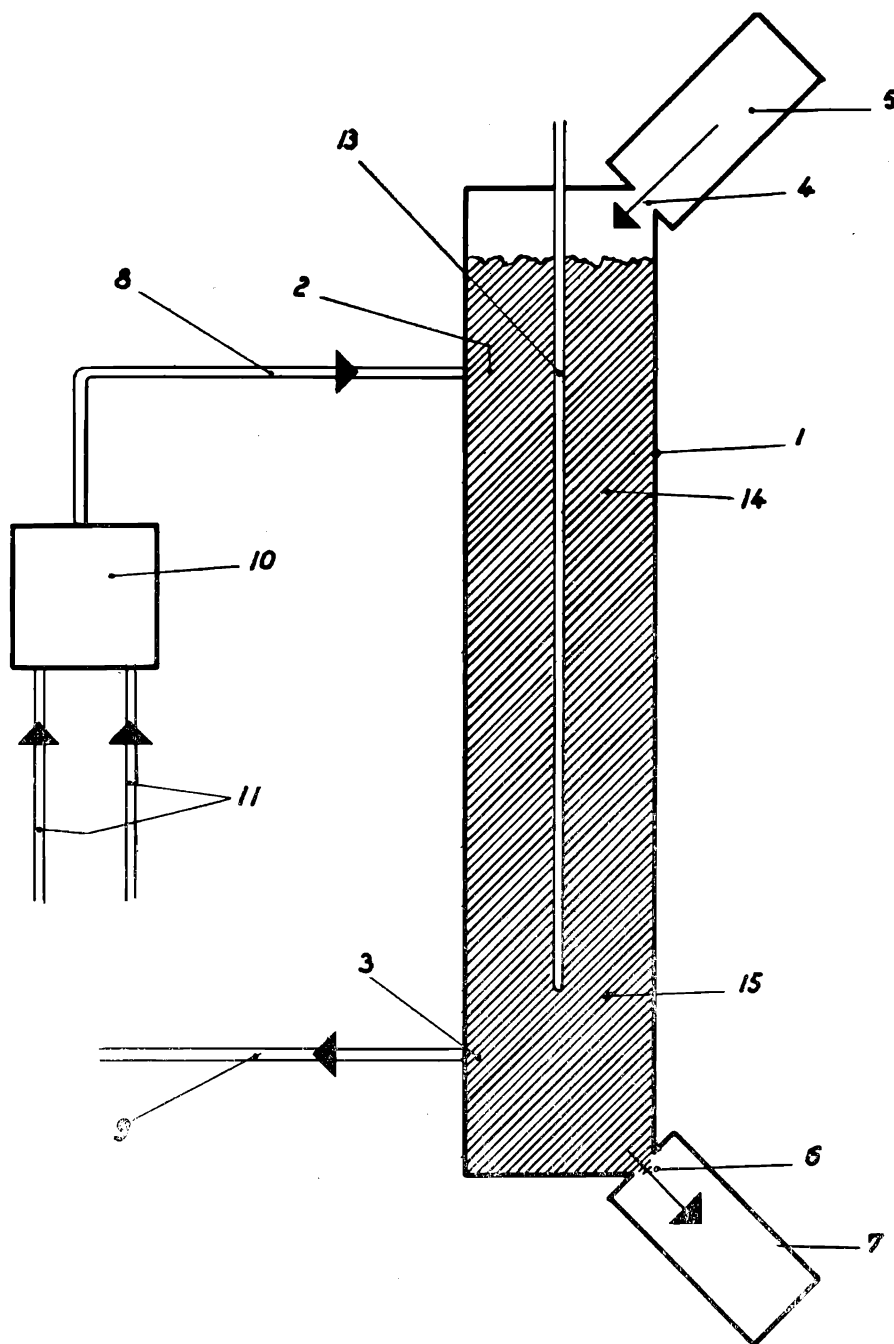


Fig. 1

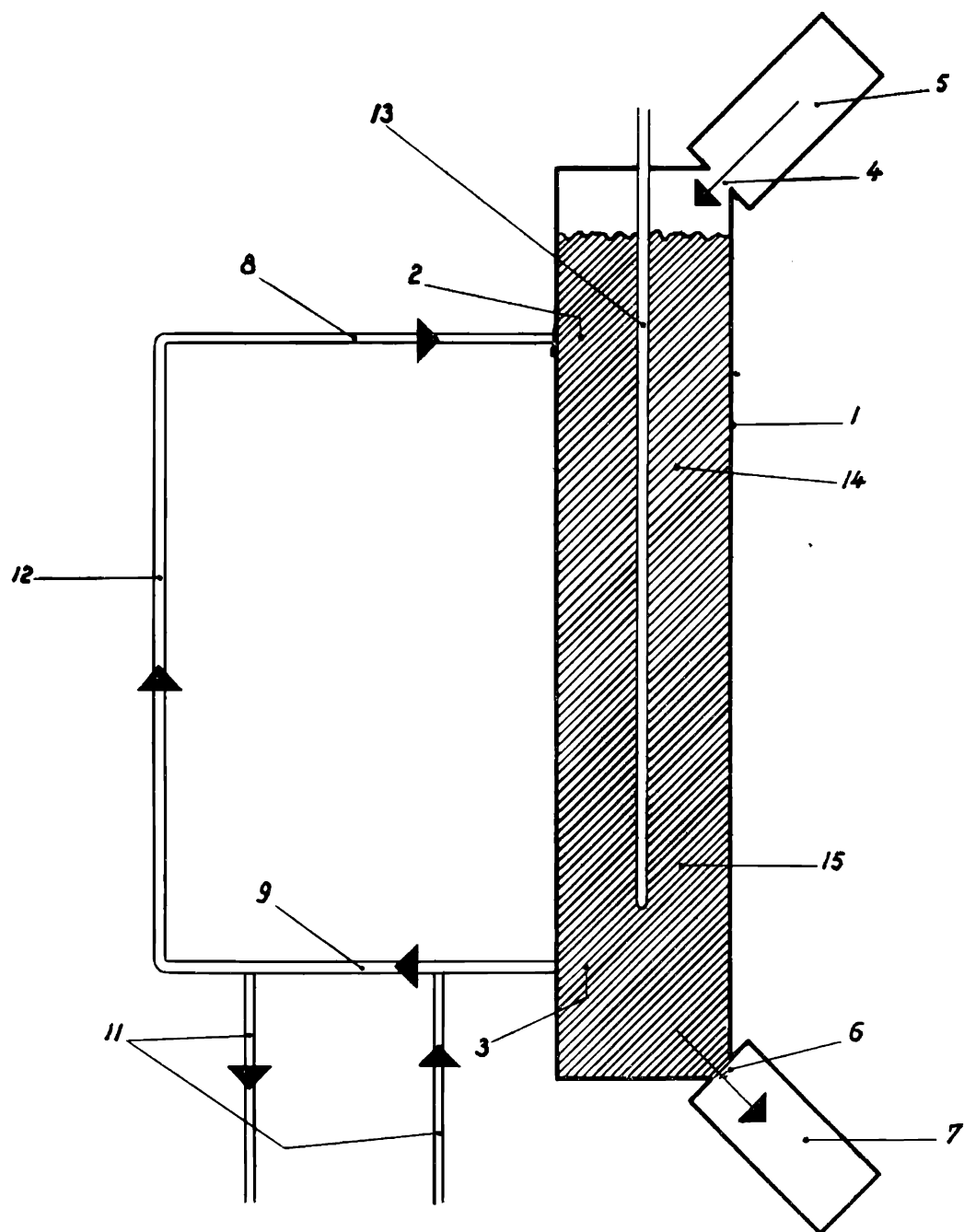


Fig. 2