DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) **Wirtschaftspatent**

(19) **DD** (11) **266 034 A1**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) B 01 J 20/14
B 01 J 20/30

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP B 01 J / 309 029 2	(22)	16.11.87	(44)	22.03.89

(71) VEB WTÖZ der Brau- und Malzindustrie, Alt-Stralau 52/54, Berlin, 1017, DD
(72) Fischer, Wolfgang, Dipl.-Ing.; Fischer, Wolfgang, Dr. Dipl.-Ing; Agotz, Dietrich, Dipl.-Ing.; Renger, Helmut, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zum dispersen, strukturbewahrenden korngrößensichernden Kalzinieren von Kieselgur

(55) Kieselgur, Kalzination, Filterhilfsmittel, tangentiales Einströmen, Heißgas, Wirbelschicht, dispers, Struktur, Verweilzeit, Wärmeaustausch

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur dispersen, strukturbewahrenden und korngrößensichernden Kalzination von Kieselgur in einem Apparat mit Heißgasspirale und ohne Anströmboden, insbesondere zur Herstellung von Filterhilfsmitteln. Die Erfindung bezieht sich auf die Veredelung von Kieselgur. Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zu energetisch günstigen Kalzination von Kieselgur in gering dimensionierten Apparaten bei großen Verweilzeiten und Sicherung disperser, korngrößenprogrammierter Endprodukte zu erreichen. Erfindungsgemäß wird die Kalzination so vollzogen, daß durch tangentiales Anströmen und die Zyklonwirkung im Konusbereich eine Heißgasspirale erzeugt wird, in deren Anfangsbereich die Kieselgur unter Überwindung ihres Antiwirbeleffektes dosiert wird, und über den entsprechenden langen Weg der Heißgasspirale der Wärmeaustausch Heißgas-Kieselgur mti den entsprechenden physikalisch-chemischen Reaktionen eintritt. Die Erfindung kann bei der Aufbereitung von Kieselgur als Filterhilfsmittel für die Getränke-, Speiseöl und Zuckerindustrie angewendet werden.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur dispersen, strukturbewahrenden und korngrößensichernden Kalzination von Kieselgur zur Weiterverarbeitung der Kieselgur zu Filterhilfsmitteln, in einem Apparat mit Heißgasspirale ohne Verwendung eines Anströmbodens und Apparatehöhen in großen Dimensionen, **gekennzeichnet dadurch,** daß der Wärmeträger tangential eingeströmt wird und durch die Ausbildung des unteren Teils des Kalzinators als Kegel das Heißgas, in das die Kieselgur eingespeist wird, spiralförmig gelenkt und kontrolliert über die Apparatehöhe geführt wird, so daß ein sehr langer Heißgas-Feststoff-Weg mit entsprechend langen Verweilzeiten eingehalten wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Kieselgur nach dem Heißgaserzeuger in dispersem Zustand kontrolliert und zielgerichtet in den Heißgasstrom eingespeist wird, so daß die Kieselgurteilchen von den Heißgasmolekülen mit dem Effekt des sofortigen Eintritts des Kalziniervorgangs durch Wärmeaustausch in Bruchteilen von Sekunden umspült werden und unerwünschte Agglomerationen sowie unzureichende Kalzinierergebnisse vermieden werden.
3. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die in einer klassischen Wirbelschicht nicht einbringbare Kieselgur gleichmäßig verteilt und zielgerichtet geführt im Heißgasstrom zur Durchführung der Kalzinierprozesse ohne Konzentrationsbedingungen transportiert wird, so daß Anbackungen vermieden werden.
4. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Umwandlung des amorphen SiO_2 der Kieselgur in Cristobalit über das steuerbare Temperatur-Zeit-Regime der Heißgasspirale sicher beeinflußbar und in den erforderlichen Grenzen haltbar ist, so daß sich eine kontrollierbare/programmierte Kalzination nach vorher ermittelten Parametern ergibt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung kann als Kalzinierverfahren für feindisperse, korngrößenprogrammierte Rohstoffe mit unzureichenden Wirbeleigenschaften, insbesondere für Kieselgur angewendet werden. Dabei bezieht sich die Erfindung auf Kieselguren, die als Filterhilfsmittel in der Getränke-, Speiseöl und Zuckerindustrie angewendet werden, und die maximale Erhaltung der Kieselgurkörper zur Sicherung der Durchflußeigenschaften der Gur zum Ziel haben.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Für das Kalzinieren von Kieselgur werden im Weltmaßstab Drehrohröfen mit einem zum Materialfluß gleich- oder gegengerichteten Heißgasdurchgang eingesetzt. Diese Drehrohröfen werden mit getrockneter, zerkleinerter und gereinigter Kieselgur beschickt. In den Drehrohröfen erfolgen wesentliche temperatur- und zeitabhängige Kalzinierprozesse, wie Dehydroxilierung des Tones, Verglühen organischer Bestandteile, Wandlung löslicher Eisenverbindungen in unlösliche, Veränderung der inneren Struktur und Umbildung der Kieselgurteilchen in Form des Eintretens kristalliner Formen u. a.
Das im Drehrohrofen im Schüttgutsystem behandelte und als Schüttgutstrom aus dem Drehrohrofen austretende Kieselgurmaterial ist dadurch gekennzeichnet, daß

- die Kieselgurteilchen unterschiedlich langen Zeiten mit wechselnd hohen Temperaturen ausgesetzt waren und dadurch unterschiedliche Kalzinierеffekte aufweisen
- die Tonbestandteile vorrangig im Zuge der Dehydroxilierung zu einer unerwünschten Verklumpung und Agglomeration der Kieselgurteilchen mit den Tonen und untereinander führten.

Zwangsläufig ergibt sich aus diesem Umstand die Notwendigkeit des Einsatzes von Zerkleinerungsaggregaten zum Mahlen der Agglomerate zum Erhalt eines dispersen weiterverarbeitbaren Pulvers. Dieser nachgeschaltete Mahlprozeß mit der Gesamtmasse der kalzinierten Kieselgur bedeutet die Zerstörung eines bedeutenden Teiles der ganzen Kieselgurkörper sowie die weitere Zerstörung bereits vorhandener Bruchstücke von Kieselgurpanzern und damit die bedeutsame Herabminderung der Filtrationseigenschaften der Kieselgur sowie des erhöhten Anfalls von Kieselgur, die nur als Abfallstoffe für andere, untergeordnetere Einsatzzwecke verwendbar ist.
Die Kieselgurpanzer (Diatomeenkörper) weisen infolge der nichtkontrollierbaren und ungleichmäßigen Temperatureinwirkung z. T. Erscheinungen der zu hohen Temperatureinwirkung (Schmelzen des SiO_2) bzw. zu niedrigen Temperatureinwirkung (fehlender Vollzug der temperatur- und zeitabhängigen Kalzinierprozesse) auf, die sich auf alle Qualitätsparameter und die Einsatzmöglichkeit der Kieselgur negativ auswirken.
Darüber hinaus verläuft der Kalzinierprozeß im Drehrohrofen zur Sicherung der physikalisch-chemischen Vorgänge der Kalzination mit einem Temperaturregime, das sich an der Grenze der erforderlichen Höchstkalziniertemperatur bewegt bzw. diese sogar überschreitet. Daraus resultierte die Umwandlung des amorphen SiO_2 (Kieselgur) in kristalline Erscheinungsformen (Cristobalit) in unerwünschten Größenordnungen und ohne Einflußmöglichkeit. Der Versuch von Produzenten und Forschungsinstituten im Weltmaßstab die Kalzination von Kieselgur mit dem Verfahren der klassischen Wirbelschicht durchzuführen, d. h. durch axiale Anströmung eines Wirbelschichtapparates mit Heißgasen über einen Wirbelboden und durch Eingabe der Kieselgur über dem Wirbelboden, scheiterten. Dies resultierte in erster Linie daraus, daß Kieselgur keine oder eine äußerst schlechte Wirbelfähigkeit aufweist und das sich deshalb über dem Wirbelboden keine Wirbelschicht herausbildete. Infolgedessen werden Kieselgurteilchen ohne die erforderliche thermische Behandlung mit dem Heißgasstrom sofort

mitgerissen und nach oben ausgetragen. Zur Sicherung des Wärmeübergangs vom Heißgas auf die Kieselgurteilchen und zur Sicherung der notwendigen Durcherhitzungszeiten für die einzelnen Kieselgurteilchen (Erreichen der erforderlichen Kalziniertemperatur) werden Verfahren mit unökonomischen Apparategrößen (Höhen) erforderlich. Darüber hinaus ergab sich durch die direkte Berührung der Heißgase mit dem Wirbelboden die Notwendigkeit des Einsatzes eines hochtemperaturfesten Materials für diesen Wirbelboden, der in relativ kurzen Zeitabständen dem Austausch unterliegt. Die Probleme des Auftretens ungleichmäßiger und unkontrollierbarer Gas-Feststoff-Ströme mit den Gefahren von unerwünschten Verfahrenserscheinungen im Apparat (Verstopfungen, Anbackungen, ungleichmäßiger Kalzinierеffekte u.a.) waren bei diesen Verfahren von erhöhter Bedeutung.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren zur energetisch günstigen und materiell ökonomischsten Kalzination von Kieselgur, mit *dessen Hilfe die definierten Ziele der Kalzination*
— Dehydroxilierung des Tones
— Verglühen der organischen Bestandteile
— Wandlung löslicher Eisenverbindungen in unlösliche
— Umbildung der inneren Struktur der Kieselgurteilchen
vollkommen bei weitestgehender Bewahrung von Korngrößenverteilung und dispersem Zustand der Kieselgur für alle Teilchen gleichmäßig erreicht wird. Durch die Erfindung soll die Verbesserung der Energieausnutzung und die Senkung des Energiebedarfes, die Verringerung der Baugröße des Apparates und damit die Senkung des Materialverbrauchs sowie des Eigengewichtes des Kalzinators erreicht werden.

Wesen der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, bei der Kalzination in kürzesten Zeiträumen die Erhitzung und das Durchglühen der Kieselgurteilchen nach dem vorgegebenen Temperaturregime bei Beibehaltung der dispersen, korngrößenprogrammierten Struktur Kieselgurmaterials zu erreichen und dadurch die vorgesehenen Kalzinationsprozesse zu vollziehen.
Erfindungsgemäß werden für die Kalzination folgende Verfahrensschritte festgelegt:
Die Heißgase werden in den Apparat tangential eingeströmt, so daß ein Anström- oder Wirbelboden entfallen kann. Der untere Teil des Apparates wird kegelförmig ausgebildet, so daß sich Heißgasspirale ausbildet, die sich im Apparat nach oben bewegt. *Der obere Teil des Apparates ist nach der Ausbildung der Heißgasspirale zylinderförmig zu gestalten und mit dem tangentialen* Austritt am Apparatekopf abzuschließen.
Die Kieselgur wird nach der Heißgaserzeugungsanlage in den Heißgasstrom eingespeist und in der Heißgasspirale nach oben geführt.
In Abhängigkeit von der erforderlichen Verweilzeit, die von den mit der Kalzination zu erreichenden Paramtern bestimmt wird, ist die Höhe des Apparates entsprechend dem Weg der Heißgasspirale zu ermitteln. Durch die disperse Eingabe der Kieselgur in den Heißgasstrom ist die Übergabe der Wärmeenergie von den Heißgasmolekülen auf die im µm-Bereich liegenden Kieselgurteilchen in Bruchteilen einer Sekunde vollzogen, jedes Teilchen maximal durchglüht und der vollkommene Vollzug der Kalzinierprozesse in kürzesten Zeiteinheiten möglich. Die spiralförmige Bahn des Heißgas-Gur-Gemisches sichert die erforderliche Verweilzeit für das Eintreten des Kalzinierеffektes und verhindert das Eintreten von unkontrollierten Fremdwirbeln, die zu verschlechterten Kalzinierеffekten oder unerwünschten Anbackungen führen. Tonanteile bleiben überwiegend als Einzelpartikel von Gasstrom umhüllt in der Kalzinationsphase und erreichen ihren gewünschten Endzustand infolge der Schnellreaktion ohne bedeutende Agglomerationen und bei Freibleiben der Poren der Kieselgur.
Die ansonsten auftretende Problematik der sehr hohen Apparate zur Sicherung der Verweilzeit bei Auftreten unkontrollierter und ungleichmäßiger Gas-Feststoff-Ströme wird ausgeschaltet. Ebenso entfällt die unterschiedliche Konzentration der Kieselgurteilchen im Heißgasstrom und die nachfolgenden technologischen Probleme, wie sie bei deren Einspeisung über dem Anströmboden der klassischen Wirbelschicht eintreten würden.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert:
Die getrocknete und gereinigte Kieselgur gelangt dispers in ihrer natürlichen Korngrößenzusammensetzung in den Anströmkanal des Kalzinators. Das in den Anströmkanal fallende Kieselgurmaterial wird vom Heißgasstrom in disperser Form mitgerissen, gleichzeitig über den Stromquerschnitt verteilt und in den unteren Eintritt des Kalzinators tangential eingeströmt. Durch das kegelförmige Unterteil des Kalzinators wird die durch den tangentialen Eintritt des Heißgas-Kieselgur-Gemisches begonnene Stromform fortgesetzt und als Gas-Feststoff-Spirale ausgebildet. Die Heißgas-Kieselgur-Spirale setzt sich nach dem kegelförmigen Bodenteil des Kalzinators über das zylinderförmige Oberteil des Kalzinators fort und wird am Kalzinatorkopf über eine im Mantel des Zylinders befindliche Öffnung in einen Abscheidezyklon zur Trennung des Heißgasstromes von den festen Kieselgurteilchen eingeleitet. Im Laufe des Aufenthaltes des Kieselgur im Heißgasstrom werden die geforderten Kalziniervorgänge vollzogen.