

Warszawa, 30 kwietnia 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



601d 3/18

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 26261.

Kl. ~~12 1, 4~~

126, 3/18

Pacific Coast Borax Company
(New York, N. Y., Stany Zjednoczone Ameryki).

Sposób ługowania soli potasowych z mieszaniny soli surowych.

Zgłoszono 12 maja 1936 r.

Udzielono 25 lutego 1938 r.

Wynalazek dotyczy otrzymywania soli czystej z pokładów naturalnych, zwłaszcza czystego chlorku potasowego z pokładów naturalnych, w których chlorek potasu występuje z domieszką chlorku sodowego $NaCl$ i materiału skały płonnej.

Sposób według wynalazku dotyczy prowadzenia rozpuszczalnika przez masę mieszaniny soli ze złożem oraz użytkowania złoża i soli albo kilku soli, które są nierozpuszczalne w rozpuszczalniku w warunkach obróbki, jako naturalnej warstwy filtrującej, służącej do klarowania roztworu zawierającego rozpuszczony chlorek potasu.

Przedewszystkim rozpuszczalnik, czy to woda, czy też ług macierzysty, musi być

gorący, żeby chlorek potasu można było odzyskiwać z nasyconego roztworu przez oziębienie. Ponieważ chlorek sodowy wykazuje zasadniczo taką samą rozpuszczalność w gorącej, jak i zimnej wodzie, chlorek potasu zaś jest o wiele lepiej rozpuszczalny w roztworze gorącym, niż w zimnym, przeto roztwór zawierający mieszaninę soli $NaCl$ i KCl można oziębic w celu strącenia KCl bez strącenia $NaCl$ albo też ze strąceniem zaledwie nieznacznych ilości $NaCl$, tak iż otrzymywanie produktu handlowego można osiągnąć wprost przez ekstrakcję gorącym roztworem, a następnie oziębianie roztworu w celu strącenia KCl .

Początkowo próbowano prowadzić lu-

gowanie przez przepuszczanie gorącej wody lub gorącego ługu macierzystego przez masę mieszaniny soli i złoza o temperaturze atmosferycznej. Wykryto jednakże, że szybkość przepływu rozpuszczalnika przez taką masę materiału wynosiła zaledwie około 76 litrów na minutę, a więc była zbyt mała przy pracy na skalę przemysłową.

Próby mieszania roztworu powodowały jedynie jego zanieczyszczenie obcym materiałem ze złoza, co pociągało za sobą konieczność osobnego sączenia.

Po dłuższej pracy doświadczalnej wykryto, że jeżeli masę mieszaniny soli i złoza starannie grzeje się, np. za pomocą pary wodnej pod ciśnieniem atmosferycznym w ciągu 25 — 45 minut, to szybkość przepływu roztworu wzrasta z 76 litrów na minutę do 798 litrów na minutę. Prócz tego stężenie KCl w wyciągu było znacznie wyższe po ogrzaniu, a zatem ilość wyciągniętego KCl wzrasta o wartość osiągniętą przez zwiększenie szybkości przepływu.

Zwiększenie szybkości przepływu, osiągnięte przez ogrzewanie materiału, można tłumaczyć tym, że gorący rozpuszczalnik, przechodzący przez górną warstwę masy mieszaniny soli i nasycony chlorkiem potasu, spływał w dół przez masę nieogrzaną i ulegał ostygnięciu, wskutek czego kryształki KCl strącały się w masie materiału wypełniając jego pory i szczeliny i tamując przepływ cieczy.

Aby z surowej mieszaniny KCl i $NaCl$ otrzymać chlorek potasu możliwie mało zanieczyszczony chlorkiem sodowym należy stężenie roztworu poddawanego krystalizacji utrzymywać na pewnym poziomie. W tym celu masa materiału musi być ługowana równomiernie podczas krążenia przez nią gorącego rozpuszczalnika. Jeśli masa surowej soli będzie zawierała kanały, będzie popękana albo wyżłobiona podczas przepływu przez nią rozpuszczalnika, to stężenie roztworu odprowadzanego będzie się zmieniało z minuty na minutę i dokład-

ne regulowanie w celu otrzymania maksymalnej czystości produktu ostatecznego będzie niemożliwe. Podobnie, jeśli surowe sole podda się obróbce przerywanej wprowadzając i usuwając ciekły rozpuszczalnik z dna aparatu do ługowania, to stężenie będzie się zmieniało od bardzo słabego roztworu na dnie aparatu do bardzo stężonego u góry, co oczywiście będzie wymagało wielokrotnego przestawiania zaworów wypustowych za każdym razem przy opróżnianiu aparatu.

Aby uniknąć tych trudności, według wynalazku masę materiału utrzymuje się całkowicie zanurzoną w rozpuszczalniku podczas całego procesu ługowania. Osiąga się to zalewając całkowicie masę materiału rozpuszczalnikiem, a następnie regulując dopływ świeżego rozpuszczalnika do zbiornika i odpływ roztworu z niego tak, żeby poziom cieczy w zbiorniku znajdował się zawsze ponad poziomem materiału.

Na rysunku zbiornik 11 jest zaopatrzony w izolację 12. Zbiornik ten posiada stożkowate dno 13 zakończone króćcem wypustowym 14, a poza tym posiada pokrywę 15 z otworem 16, przez który wprowadza się mieszaninę soli do zbiornika.

Otwór 16 jest zaopatrzony w odejmowalną pokrywę 17. Dno lub ruszt 18, osadzony w zbiorniku powyżej stożkowatego dna, podtrzymuje sito 19, na którym spoczywa masa materiału 20. Przez króciec 21 doprowadza się parę; nasycony zaś ług wypuszcza się przez króćce wypustowe 22 i 23 zaopatrzone w zawory 22' i 23'.

Króciec wypustowy 22 jest połączony odpowiednimi przewodami z kilkoma zbiornikami zapasowymi A, B i D, uwidocznionymi schematycznie w miejscu 24, oraz ze zbiornikiem ługu macierzystego C. Króciec wpustowy 25 jest połączony z kilkoma przewodami 26, 27 i 28 zaopatrzonymi w zawory. Przez te przewody do zbiornika roboczego 11 wprowadza się roztwory o różnym stężeniu.

Zbiornik jest zaopatrzony w manometr 30 oraz w wylot do gazów 31 z zaworem, tak iż w zbiorniku można regulować ciśnienie pary, w celu zaś obserwacji i regulowania poziomu cieczy w zbiorniku umieszczony jest przyrząd pływakowy 32. W celu wykonywania sposobu przy pomocy aparatu przedstawionego na rysunku zbiornik 11 załadowuje się najpierw materiałem 20, wprowadzanym w takiej ilości, żeby nie wystawał poza normalny poziom cieczy, jaki ma być utrzymywany po załadowaniu zbiornika, nakłada się na miejsce pokrywą 17 i przez rurę 21 przy otwartym zaworze 31 doprowadza się parę w celu usunięcia powietrza, następnie zamyka się zawór 31 w celu utrzymaniażądanego ciśnienia pary w zbiorniku 11. Gdy materiał już rozgrzał się (po 20 — 45 minutach), przerywa się dopływ pary i wprowadza do zbiornika stężony roztwór ze zbiornika A przez przewód 26, aż do podniesienia się pływaka dożądanego poziomu. Zaleca się moczenie materiału w tej cieczy przez czas krótki, po czym otwiera się zawór 22', a zawory w układzie zbiorników 24 nastawia się tak, żeby roztwór, dopływający ze zbiornika 11, wchodził najpierw do zbiornika A przeznaczonego na stężone ciecze płuczące. Roztwór ten jest nieco mętny, wobec czego pozwala się mu spływać najpierw do zbiornika A, zanim zostanie sklarowany, co wymaga około jednej minuty. Skoro uchodzący roztwór sklaruje się, zawory w układzie zbiorników 24 nastawia się tak, żeby skierować roztwór do zbiornika B przeznaczonego na stężony wyciąg. W tym czasie dodatkowy roztwór gorący odprowadza się ze zbiornika A do zbiornika 11 przewodem 26. Roztwór, dopływający ze zbiornika B, ma stężenie najwyższe, czyli jest nasycony chlorkiem potasu. Roztwór ten prowadzi się następnie do oziębialnika, w którym chlorek potasu strąca się, a ług macierzysty wraca do zbiornika C przewodem 28'.

Gdy ciecze płuczące ze zbiornika A zostaną usunięte w żądanym stopniu, zamyka się zawór umieszczony w przewodzie 26 i otwiera zawór umieszczony w przewodzie 27, aby skierować słaby roztwór ze zbiornika D przewodem 27 do zbiornika 11. Trwa to dopóty, aż do zbiornika D odprowadzona zostanie żądana część roztworu, po czym zamyka się zawór umieszczony w przewodzie 27 i otwiera zawór, umieszczony w przewodzie 28, w celu odprowadzenia ługu macierzystego ze zbiornika C do zbiornika 11. W określonych odstępach czasu oznacza się ciężar właściwy roztworu pochodzącego z przewodu wypustowego 22. Gdy stężenie roztworu względem KCl osiągnie z góry określoną wartość, zawory w układzie przewodów 24 nastawia się tak, żeby skierować roztwór, dopływający ze zbiornika 11, do zbiornika A. Gdy stężenie osiągnie mniejszą wartość, kieruje się roztwór do zbiornika D. Roztwór kieruje się do zbiornika D dopóty, aż stężenie tego roztworu wykaże, iż ługowanie dobiegło końca.

Jak zaznaczono uprzednio, wszystkie roztwory, wlewane do zbiornika 11, są stężone względem chlorku sodowego tak, iż podczas ługowania rozpuszcza się dodatkowozaledwie mała ilość tego chlorku. Z tego wynika, że materiał pozostający w zbiorniku 11 stanowi mieszaninę chlorku sodowego ze złożem. Materiał ten usuwa się doprowadzając wodę przewodem płucznym 33 albo kilkoma takimi przewodami w celu rozpuszczenia soli; roztwór soli czyli solankę usuwa się przewodem 23 zaopatrzonym w zawór. Złoże, które nie przechodzi przez sito na ruszcie, usuwa się od czasu do czasu przez właz 34.

Strumień rozpuszczalnika reguluje się za pomocą zaworu wypustowego 22' oraz zaworu, umieszczonego w przewodzie, przez który doprowadza się ciecz do zbiornika, tak iż poziom cieczy wewnątrz zbiornika, wskazywany za pomocą pływaka 31, znajduje się zawsze powyżej poziomu, zaj-

ługowanego przez powierzchnię materiału ługowanego.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób ługowania soli potasowych z mieszaniny soli surowych, znamienny tym, że masę surowego materiału ogrzewa się parą, pokrywa się tę masę całkowicie gorącym rozpuszczalnikiem, a następnie do

cieczy pokrywającej materiał doprowadza się świeży rozpuszczalnik z góry, a jednocześnie z dołu odprowadza się stężony roztwór z taką szybkością, iż masa materiału jest stale pokryta cieczą.

Pacific Coast
Borax Company.
Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.

