



(21) Numer zgłoszenia: 292429

(51) IntCl⁵:
C01F 7/14

Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(22) Data zgłoszenia: 15.11.1991

(54) Sposób ciągłego hydrolitycznego rozkładu roztworów glinianu sodowego

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
04.05.1992 BUP 09/92

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
31.03.1995 WUP 03/95

(73) Uprawniony z patentu:
Akademia Górniczo-Hutnicza
im. Stanisława Staszica, Kraków, PL

(72) Twórcy wynalazku:
Anna Derdacka-Grzymek, Kraków, PL
Zofia Konik, Kraków, PL
Andrzej Stok, Kraków, PL
Janusz Iwanciw, Kraków, PL
Alfred Nowakowski, Kraków, PL

(74) Pełnomocnik:
Adamek-Obłąkowska Maria, Akademia
Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica

- (57) Sposób ciągłego hydrolitycznego rozkładu roztworów glinianu sodowego polegający na neutralizacji i krystalizacji w ciągłym przepływie w przeciwpłądzie gazem zawierającym dwutlenek węgla z równoczesnym doprowadzeniem zarodków, **znamienny tym**, że roztwór glinianu sodowego poddaje się wstępnej neutralizacji w reaktorze wstępnej karbonizacji w temperaturze 353K przy pomocy dwutlenku węgla niezaabsorbowanego na dalszych stopniach karbonizacji, dalszą neutralizację przeprowadza się na pierwszym stopniu karbonizacji przy użyciu CO₂ w temperaturze 348K, następnie roztwór z pierwszego stopnia karbonizacji podaje się systemem pneumatycznym przy pomocy CO₂ na drugi stopień karbonizacji, gdzie podaje się zarodki krystalizacyjne AL(OH)₃ zawierające nie więcej niż 20% ziarn poniżej 35 μm i nie więcej niż 15% ziarn powyżej 85 μm w ilości nie mniejszej niż 15% w stosunku do zawartości AL(OH)₃ w karbonizowanym roztworze, po czym karbonizuje dwutlenkiem węgla w temperaturze 343K, uzyskaną zawiesinę podaje się pneumatycznie na trzeci, a następnie czwarty stopień karbonizacji, w których następuje dalszy hydrolityczny rozkład glinianu sodowego w temperaturze 343K.

SPOSÓB CIĄGŁEGO HYDROLITYCZNEGO ROZKŁADU ROZTWORÓW GLINIANU SODOWEGO

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób ciągłego hydrolitycznego rozkładu roztworów glinianu sodowego polegający na neutralizacji i krystalizacji w ciągłym przepływie w przeciwnym kierunku gazem zawierającym dwutlenek węgla z równoczesnym doprowadzeniem zarodków, z n a m i e n n y t y m, że roztwór glinianu sodowego poddaje się wstępnej neutralizacji w reaktorze wstępnej karbonizacji w temperaturze 353K przy pomocy dwutlenku węgla niezaabsorbowanego na dalszych stopniach karbonizacji, dalszą neutralizację przeprowadza się na pierwszym stopniu karbonizacji przy użyciu CO_2 w temperaturze 348K, następnie roztwór z pierwszego stopnia karbonizacji podaje się systemem pneumatycznym przy pomocy CO_2 na drugi stopień karbonizacji, gdzie podaje się zarodki krystalizacyjne $\text{Al}(\text{OH})_3$ zawierające nie więcej niż 20% ziarn poniżej 35 μm i nie więcej niż 15% ziarn powyżej 85 μm w ilości nie mniejszej niż 15% w stosunku do zawartości $\text{Al}(\text{OH})_3$ w karbonizowanym roztworze, po czym karbonizuje dwutlenkiem węgla w temperaturze 343K, uzyskaną zawiesinę podaje się pneumatycznie na trzeci, a następnie czwarty stopień karbonizacji, w których następuje dalszy hydrolityczny rozkład glinianu sodowego w temperaturze 343K.

* * *

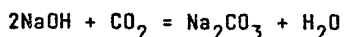
Przedmiotem wynalazku jest sposób ciągłego hydrolitycznego rozkładu roztworów glinianu sodowego, znajdujący zastosowanie do otrzymywania wodorotlenku glinu.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 103 361 sposób ciągłej karbonizacji polega na tym, że najpierw prowadzi się neutralizację roztworu w kolumnie absorpcyjnej z wypełnieniem, podając strumień masy dwutlenku węgla w ilości zapewniającej uzyskanie na wyjściu z kolumny stężenia jonów wodorotlenowych od 30% do 70% stężenia początkowego, a następnie częściowo zneutralizowany glinianowy roztwór poddaje się dalszemu procesowi karbonizacji w co najmniej jednym stopniu reakcyjnym, do którego gaz karbonizacyjny wprowadza się za pomocą strumienicy, w której jako czynnika roboczego używa się karbonizowanego roztworu glinianowego. W celu uzyskania optymalnej dla przebiegu krystalizacji temperatury, częściowo zneutralizowany roztwór glinianowy ogrzewa się do temperatury od 80 - 100°C przed dalszym procesem karbonizacji.

Inny znany z polskiego opisu patentowego nr 103 364 sposób ciągłej karbonizacji roztworów glinianowych polega na tym, że absorpcję dwutlenku węgla prowadzi się w roztworze uzyskiwanym po oddzieleniu osadu wodorotlenku glinowego, w którym utrzymuje się stężenie jonów glinianowych nie większe niż 5 kg/m^3 w przeliczeniu na tlenek glinowy, przy czym uzyskany roztwór zawierający jony wodorowęglanowe miesza się ze świeżym roztworem poddanym karbonizacji, zaś z tej mieszaniny reakcyjnej oddziela się osad wodorotlenku glinu.

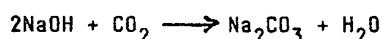
Celem wynalazku jest opracowanie takiego sposobu, który pozwoli uzyskać wodorotlenek glinu o wysokiej czystości i żądanym uziarnieniu.

Istota wynalazku polega na tym, że wstępnej neutralizacji roztworu glinianu sodowego, polegającej na częściowym przeprowadzeniu NaOH w Na_2CO_3 dokonuje się w reaktorze wstępnej karbonizacji w temperaturze 353K przy użyciu dwutlenku węgla niezaabsorbowanego przez roztwór glinianu sodowego na poszczególnych stopniach karbonizacji oraz podczas transportu roztworu. Dalszą neutralizację przeprowadza się w reaktorze na pierwszym stopniu karbonizacji przy użyciu dwutlenku węgla w temperaturze 348K. Zachodzi wówczas reakcja:



Roztwór z pierwszego stopnia karbonizacji, w którym rozpoczyna się na skutek obniżania modułu kaustycznego hydrolityczny rozkład glinianu sodowego, podaje się pneumatycznie przy

pomocy CO_2 do reaktora drugiego stopnia karbonizacji, utrzymując temperaturę 343K. Do roztworu na drugim stopniu karbonizacji podaje się zarodki krystalizacji w postaci wodorotlenku glinu zawierającego nie więcej niż 20% ziaren poniżej 35 μm i nie więcej niż 15% ziaren powyżej 85 μm w ilości nie mniejszej niż 15% w stosunku do zawartości $\text{Al}(\text{OH})_3$ w karbonizowanym roztworze, uzyskaną zawiesinę podaje się pneumatycznie do trzeciego, a następnie czwartego reaktora karbonizacji, w których następuje dalszy hydrolityczny rozkład glinianu sodowego w temperaturze 343K zgodnie z reakcją:



Zaletą sposobu według wynalazku jest uzyskanie wysokiej czystości wodorotlenku glinu o składzie ziarnowym, zapewniającym po poddaniu go procesowi kalcynacji uzyskanie specjalnych tlenków glinu oraz tlenku glinu dla nowoczesnych typów elektrolizerów. Ponadto sposób według wynalazku pozwala na wykorzystanie gazu CO_2 niezaabsorbowanego w procesie hydrolitycznego rozkładu roztworu, do wstępnej neutralizacji NaOH , oraz wyeliminowanie pomp do transportu roztworu i zawiesin pomiędzy reaktorami.

Sposób według wynalazku ilustruje rysunek, który przedstawia schemat technologiczny realizacji sposobu.

Przykładowe rozwiązanie sposobu przedstawia się następująco.

Odkrzemowany roztwór glinianu sodowego, zawierający 30 g/l Al_2O_3 , 15,8 g/l NaOH i 10 mg/l SiO_2 podaje się instalacją 1 od góry do reaktora wstępnej karbonizacji 2, a niezaabsorbowany w procesie właściwego hydrolitycznego rozkładu w reaktorach 3, 4, 5, 6 i z separatorów 7, 8 i 9 gaz CO_2 podaje się od dołu zbiornika 2, gdzie spotyka się w przeciwprądzie z roztworem glinianu sodowego. W ten sposób 25% NaOH znajdującego się w roztworze przereagowuje na Na_2CO_3 . Mała ilość CO_2 nie zaabsorbowana w reaktorze wstępnej karbonizacji 2 uchodzi do atmosfery.

Roztwór glinianu sodowego z reaktora 2 spływa instalacją 10 od góry do reaktora pierwszego stopnia karbonizacji 3, a gaz CO_2 doprowadzony jest od dołu instalacją 11 w takiej ilości aby pozostała ilość NaOH przereagowała na Na_2CO_3 .

Roztwór glinianu sodowego z reaktora pierwszego stopnia karbonizacji 3 podawany jest pneumatycznie przy użyciu gazu CO_2 rurociągiem 12 od góry do reaktora drugiego stopnia 4. Gaz CO_2 podawany jest od dołu do reaktora 4. Równocześnie do reaktora drugiego stopnia 4 poprzez króciec 13 wprowadza się od góry zarodki $\text{Al}(\text{OH})_3$ w ilości 20% w stosunku do zawartości $\text{Al}(\text{OH})_3$ w karbonizowanym roztworze, przy czym uziarnienie $\text{Al}(\text{OH})_3$ wprowadzanego do reaktora jest następujące:

ziarna poniżej 35 μm	-	10,2%
ziarna 35 - 85 μm	-	84,2%
ziarna powyżej 85 μm	-	5,6%

W reaktorze drugiego stopnia utrzymuje się temperaturę 343K. Zawiesina z reaktora drugiego stopnia 4 podawana jest pneumatycznie przy użyciu CO_2 do reaktora stopnia trzeciego 5, do którego gaz CO_2 doprowadzany jest od dołu.

Transport zawiesiny do reaktora czwartego stopnia odbywa się w taki sam sposób i karbonizacja zachodzi w takich samych warunkach. Wszystkie reaktory 3, 4, 5 i 6 wyposażone są w mieszadła 14 mechaniczne.

Po procesie hydrolitycznego rozkładu uzyskuje się wodorotlenek glinu o następującej charakterystyce:

ziarna poniżej 45 μm	-	17,5%
ziarna 4 - 80 μm	-	73,1%
ziarna powyżej 150 μm	-	9,4%

Ilość zanieczyszczeń wodorotlenku glinu:

SiO_2	-	0,015%
Fe_2O_3	-	0,008%
Na_2O	-	0,15%

Odprowadzony po karbonizacji roztwór zawiera 0,45 g Al_2O_3 /l oraz 54,2 g Na_2CO_3 /l.

