

Octrooiraad



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8000306**

Nederland

⑱ NL

-
- ⑤④ **Werkwijze ter bereiding van aluminiumhydroxide.**
- ⑤① Int.Cl.³: C01F7/14.
- ⑦① Aanvrager: Aluminum Company of America te Pittsburgh, Pennsylvanië, Ver. St. v. Am.
- ⑦④ Gem.: Ir. G.H. Boelsma c.s.
Octroobureau Polak & Charlouis
Laan Copes van Cattenburch 80
2585 GD 's-Gravenhage.

-
- ②① Aanvraag Nr. 8000306.
- ②② Ingediend 17 januari 1980.
- ③② Voorrang vanaf 18 januari 1979.
- ③③ Land van voorrang: Ver. St. v. Am. (US).
- ③① Nummer van de voorrangsaanvraag: 4326 .
- ②③ --
- ⑥① --
- ⑥② --

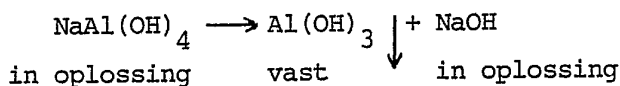
-
- ④③ Ter inzage gelegd 22 juli 1980.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Werkwijze ter bereiding van aluminiumhydroxide.

De uitvinding heeft betrekking op het bereiden van $\text{Al}(\text{OH})_3$ en meer in het bijzonder op het neerslaan van $\text{Al}(\text{OH})_3$ uit de bij het Bayer-proces verkregen "groene" vloeistof.

Bij de gebruikelijke winning van $\text{Al}(\text{OH})_3$ volgens het Bayer-proces, worden ruwe materialen, zoals bauxiet, gedigereerd in loog, gevolgd door verwijdering van het als residu optredende rode slik uit de verkregen "groene" of "beladen" vloeistof alvorens precipitatie plaatsvindt. Vervolgens voegt men entdeeltjes toe aan de groene vloeistof in een aantal precipitatievaten waarin goed geroerd wordt om entmateriaal en vloeistof met elkaar in contact te houden; in deze vaten vindt precipitatie plaats door hydrolyse volgens de onderstaande reactievergelijking:



De hydrolysereactie verloopt langzaam, normaliter in verloop van 20 - 60 uren; de reactiesnelheid is een functie van de temperatuur, het entoppervlak en de concentraties van loog, aluminiumoxide en verontreinigingen. Het $\text{Al}(\text{OH})_3$ wordt vervolgens geklassificeerd door hydraulisch elutriëren; de fractie met produktgrootte wordt gecalcineerd, waarbij het chemisch gebonden water bij hoge temperaturen wordt verdreven. Fijnere deeltjes worden als entmateriaal gerecirculeerd. De gebruikte vloeistof die de precipitatiezone verlaat, wordt ingedampt en naar de digereringsinrichting gerecirculeerd.

Hoewel deze werkwijze reeds vele jaren met succes wordt toegepast voor het bereiden van $\text{Al}(\text{OH})_3$ van hoge kwaliteit, dat geschikt is voor hiernavolgende calcineren en toepassing in een smeltinrichting voor de bereiding van metalliek aluminium, heeft deze werkwijze enige tekortkomingen. Wegens de bovengenoemde geringe reactiesnelheid zijn een aantal precipitatievaten nodig om het grote volume groene vloeistof te hanteren. Ook vereist de werkwijze een hiernavolgende klassificatiestap, waarbij grote, als produkt verkregen deeltjes gewonnen worden om uiteindelijk te worden gebruikt in een smeltinrichting of voor chemische toepassingen, terwijl de kleinere entdeeltjes naar de precipitatievaten teruggevoerd worden. In plaats hiervan kan filtratie worden toegepast om aluminiumoxide-hydraat van vloeistof te scheiden.

Alternatieve of gemodificeerde precipitatiemethoden zijn bekend. Zo worden bijvoorbeeld volgens het Amerikaanse octrooischrift 1.934.786 deeltjes aluminiumoxide-hydraat gesuspendeerd in een precipitatievat door vloeistof bij de bodem van het vat in te voeren. De vloeistof wordt ook

8000306

bovenin het vat gevoerd en vervolgens afgevoerd om bij de bodem in het vat te worden gepompt, hetgeen leidt tot mengen en praktisch uniforme concentraties in de vaten.

Het Amerikaanse octrooischrift 4.049.773 beschrijft een in een aantal
5 stappen verlopend precipitatieproces, waarbij moederloog of groene vloeistof in tegenstroom met toegevoerde aluminiumhydroxidekristallen door ten minste twee stappen gevoerd wordt. Dit Amerikaanse octrooischrift vermeldt turbulenzones, die verkregen kunnen worden door toepassing van een roerder, in elk van de precipiteerinrichtingen.

10 Volgens de uitvinding wordt in een precipitatievat een entbed van $\text{Al}(\text{OH})_3$ -deeltjes in vloeistof van het Bayer-proces verschaft. Deze vloeistof, die met betrekking tot $\text{NaAl}(\text{OH})_4$ oververzadigd is, wordt onderin het precipitatievat gevoerd met een zodanige snelheid dat het entbed geëxpandeerd en gesuspenderd wordt maar niet in turbulentie raakt of gefluideerd
15 seerd wordt. De vloeistofstroming door het entbed benadert een stroming met gelijkmatig snelheidsprofiel over de dwarsdoorsnede ("plug flow"), waardoor een concentratiegradiënt van $\text{NaAl}(\text{OH})_4$ wordt ingesteld die afneemt gaande van de bodem naar het boveninde van het vat. De opwaartse stroom dient ook om de vaste stof, bestaande uit entmateriaal en neergeslagen $\text{Al}(\text{OH})_3$, langzaam te klassificeren, zodat grove deeltjes uit de
20 onderzijde van het vat kunnen worden afgevoerd. Bovenin het precipitatievat wordt fijn entmateriaal toegevoegd om het bed van vaste stof te handhaven terwijl grof produkt afgevoerd wordt.

In de bijgevoegde tekeningen is fig. 1 een schematische verticale
25 doorsnede van de onderhavige precipitatie-inrichting met dichte fase. Fig. 2 is een grafiek die de parameters van de uitvinding weergeeft.

In fig. 1 bevat het precipitatievat 2 een verticale cilinder 4 met een conisch of vlak bodemgedeelte 6 dat eindigt in een uitlaat 10. Bij de bovenzijde van de verticale cilinder bevindt zich een overloop-uitlaat 20.
30 In de cilinder 4 is een roterende spreidelinrichting 30 aangebracht. Deze verdeelinrichting omvat een verticale buis 32 en horizontale verdeelarmen 34. Het op de verticale buis 32 bevestigde rotatie-orgaan 36 doet de verdeelinrichting 30 roteren.

Tijdens het proces wordt groene vloeistof, die afkomstig is uit een
35 Bayer-digereringsproces, uit de leiding 40 in het precipitatievat 2 gevoerd door deze vloeistof in benedenwaartse richting door de verticale buis 32 in de armen 34 van de verdeelinrichting te voeren; de vloeistof stroomt uit de openingen 38 die zich op de armen van de verdeelinrichting bevinden. Tegelijkertijd wordt een brij van entmateriaal bovenin het precipitatievat

8000306

22 gevoerd. Men laat de armen van de verdeelinrichting langzaam roteren om de groene vloeistof gelijkmatig in het precipitatievat 2 te verdelen. De in het vat 2 binnenstromende groene vloeistof suspendeert de aluminiumhydroxidedeeltjes en verschaft tegelijkertijd een bron van aluminiumhydroxide die op de deeltjes neerslaat. De deeltjes entmateriaal die bovenin het uitdeeltjes bestaande bed worden gevoerd, groeien langzaam door contact met de vloeistof waaruit een verdere hoeveelheid aluminiumhydroxide op de entdeeltjes worden neergeslagen. Terwijl het deeltje aldus groeit, daalt het in het bed af en komt hierbij in contact met geconcentreerdere groene vloeistof. Ten slotte wordt het deeltje groot genoeg om in het bodemgedeelte 6 van het vat te vallen, vanwaaruit het vervolgens via de uitlaat 10 kan worden afgevoerd. Tegelijkertijd verliest de groene vloeistof, terwijl deze zich in bovenwaartse richting in het precipitatievat 2 beweegt, geleidelijk zijn gehalte aan opgelost aluminium door precipitatie. Boven het bed van deeltjes vormt de vloeistof een zone 22 die praktisch vrij is van deeltjes. Vervolgens loopt de vloeistof over en verlaat het precipitatievat 2 via de uitlaatopening 20. De gebruikte vloeistof kan vervolgens naar de digereringsinrichting gerecirculeerd worden.

Volgens de uitvinding is de concentratie van entdeeltjes binnen de precipitatie-inrichting veel groter dan in gebruikelijke precipitatie-inrichtingen. Zo kan bijvoorbeeld een representatieve precipitatie-inrichting een concentratie van de entcharge van circa 150 - 200 g/l bezitten, terwijl de onderhavige precipitatie-inrichting met dichte fase een concentratie van entdeeltjes van bijvoorbeeld circa 500 - 1100 g/l bezit. De concentratie hangt af van de deeltjesgrootte en de stroomsnelheid van de vloeistof. Een deel van de deeltjes van "entgrootte" wordt tijdens de precipitatie in het bed gevormd. Een verdere hoeveelheid entbrij dient echter constant in het bed gevoerd te worden om de gewenste hoge concentratie aan entdeeltjes te handhaven. Hoewel de hoeveelheid, die nodig is om de feitelijke precipitatie aan te vullen, uiteenloopt in afhankelijkheid van andere parameters van het betreffende precipitatievat, zoals de afmetingen, de temperatuur, de stroomsnelheid van de groene vloeistof, enz., dient een verdere hoeveelheid entbrij te worden toegevoegd, waarbij de vereiste hoeveelheid bepaald wordt door bewaken van de concentratie en de diepte van de brij in het precipitatievat.

De groene vloeistof die in het precipitatievat wordt gevoerd, is een oververzadigde, aluminaat bevattende vloeistof die bij voorkeur circa 0,560 - 0,680 g/l Al_2O_3 /gram/liter totale hoeveelheid loog (uitgedrukt als Na_2CO_3) bevat maar niet tot dit traject beperkt is. De invoersnelheid van

de groene vloeistof varieert in afhankelijkheid van de precipitatie. De stroom dient echter voldoende te zijn ter verschaffing van een schijnbare of gemiddelde snelheid ("superficial velocity") (de volume-stroomsnelheid gedeeld door de dwarsdoorsnede van het vat) die hoog genoeg is om de entdeeltjes te suspenderen. Normaliter ligt deze snelheid in het traject van 1,0 - 3,0 cm per minuut. Verder dient deze stroom voldoende te zijn om de vloeistof temidden van de deeltjes met een gelijkmatig snelheidsprofiel over de dwarsdoorsnede te laten stromen ("plug flow") in plaats van een turbulent gefluidiseerd bed te doen ontstaan waardoor een concentratiegradiënt door het gehele vat wordt gehandhaafd.

Terwijl de groene vloeistof door de verdeelinrichting en uit de openingen 38 van de verdeelinrichting stroomt, roteren de armen van de verdeelinrichting langzaam ter verschaffing van een praktisch uniforme verdeling van de groene vloeistof over de doorsnede van het precipitatievat. Hoewel dit in afhankelijkheid van de afmetingen van het vat varieert, is een snelheid, die ten minste circa 20 maal per minuut nieuwe vloeistof in elk doorsnede-element verschaft, bevredigend gebleken. Volgens de voorkeursuitvoeringsvorm van de uitvinding bevinden de openingen 38 in de armen van de verdeelinrichting zich aan de zijde van de rotatierichting van de armen. Gebleken is dat het hierdoor mogelijk wordt gemaakt dat de groene vloeistof, die de armen van de verdeelinrichting door de openingen 38 verlaat, een weg vrijmaakt door de deeltjes die de armen van de verdeelinrichting omgeven, waardoor het koppel, dat nodig is om de rotatie van de armen van de verdeelinrichting te handhaven, verlaagd wordt.

De temperatuur in de precipiteerinrichting met dichte fase wordt bij voorkeur in het traject van circa 50° - 80°C gehouden.

De toevoersnelheid van de entbrij dient voldoende te zijn om binnen de precipiteerinrichting een dichtheid van 500 - 1500 g vaste stof per liter mengsel vaste stof-brij te handhaven. De entdeeltjes dienen een diameter van ten minste circa 20 micron en bij voorkeur van minder dan 150 micron te bezitten, afhankelijk van de gewenste grootte van het produkt en andere parameters. Het entmateriaal kan als dispersie in gebruikte vloeistof worden toegevoegd, bijvoorbeeld een vloeistof met een verhouding tussen aluminiumoxide (Al_2O_3) en loog (als Na_2CO_3) van bijvoorbeeld 0,360:1; ook kan het entmateriaal als filterkoek worden toegevoerd.

De groene vloeistof bezit een concentratie van circa 110 - 140 g Al_2O_3 per liter, een loogconcentratie (als Na_2CO_3) van circa 150 - 200 g per liter en een carbonaatconcentratie (Na_2CO_3) van 35 - 70 g/l. De verhouding tussen aluminiumoxide en loog bedraagt in een representatief geval

circa 0,630:1 maar kan uiteenlopen van 0,560:1 tot 0,680:1.

De deeltjesgrootte van het afgevoerde produkt kan geregeld worden door een juiste keuze van parameters zoals de deeltjesgrootte van het entmateriaal, de hoeveelheid entmateriaal en de stroomsnelheid van de groene vloeistof. Bij voorkeur bedraagt de deeltjesgrootte van het produkt 50 - 150 micron.

De groene vloeistof wordt in het bed gevoerd met een snelheid die voldoende is ter verschaffing van een gemiddelde snelheid van 1 - 3 cm/min. en bij voorkeur van circa 1,6 - 2 cm/min. Deze snelheid verschaft een stroming van de vloeistof die voldoende is om te bewerkstelligen dat het bed in lichte mate expandeert zodat een toestand van stroming met gelijkmatig snelheidsprofiel ("plug flow") wordt bewerkstelligd zonder turbulente fluidisatie van het deeltjesvormige materiaal. Onder deze omstandigheden bewegen de afzonderlijke deeltjes, die door de zich in bovenwaartse richting bewegende vloeistofstroom gesuspendeerd worden, op willekeurige wijze binnen een gebied dat begrensd wordt door naburige deeltjes. Het bed krijgt het uiterlijk van een zich in rust bevindende vloeistof die geen turbulentie of regelmatige patronen van beweging van deeltjes vertoont. In tegenstelling tot een gefluidiseerd bed met uniforme concentratie, worden dus gradiënten gehandhaafd. De kleinste deeltjes bovenin het bed bevinden zich in contact met vloeistof van geringe concentratie en bewegen zich in benedenwaartse richting terwijl ze groeien door precipitatie, terwijl de vloeistof het meest geconcentreerd is aan Al_2O_3 bij het invoeren nabij de bodem van het vat en geleidelijk een geringere Al_2O_3 -concentratie verkrijgt tijdens het stromen in bovenwaartse richting. De stroming van groene vloeistof en entmateriaal in tegengestelde richtingen verschaft dus het grootste oppervlak van entmateriaal bij de laagste concentratie van de vloeistof, waardoor de precipitatiesnelheid maximaal wordt.

De stroomsnelheden en contacttijden (parameters) zijn uiteraard afhankelijk van de doorsnede en de hoogte van het betreffende precipitatievat. De onderstaande Tabel A toont de onderlinge betrekking tussen de diameter van het vat, de schijnbare of gemiddelde snelheid en de stroming van de groene vloeistof:

8000306

TABEL A

	<u>Diameter, m</u>	<u>Schijnbare of gemiddelde snelheid, cm/min.</u>	<u>Stroming van groene vloeistof, m³/min.</u>
5	6	1,5	0,45
	6	2,4	0,70
	7	1,5	0,65
	7	2,4	1,00
	9	1,5	1,00
10	9	2,4	1,60

De keuze van de hoogte van het bed van het materiaal wordt groten-
deels beheerst door de deeltjesgrootte van het gewenste produkt en de uit
elk volume vloeistof te precipiteren hoeveelheid Al_2O_3 . Bij toename van de
grootte van het produkt, neemt de voor het verkrijgen van het geëxpandeerde
15 bed vereiste snelheid in bovenwaartse richting toe. Het entgebied per ge-
wichtseenheid entmateriaal dat voor precipitatie beschikbaar is, neemt af
wanneer de deeltjes grover worden. Derhalve vereist toename van de deeltjes-
grootte van het produkt een toename van de diepte van het bed van entmate-
riaal, zowel om de contacttijd tussen vloeistof en entmateriaal te hand-
20 haven als om een voldoende entgebied te verschaffen. Bij een bepaalde deel-
tjesgrootte van het produkt geeft een toename in de diepte van het bed van
entmateriaal een verhoging van de geprecipiteerde hoeveelheid Al_2O_3 , daar
de contacttijd tussen vloeistof en entmateriaal verlengd wordt.

Fig. 2 toont de betrekkingen tussen de dichtheid van het bed van ent-
25 materiaal, de gemiddelde snelheid, de contacttijd tussen vloeistof en ent-
materiaal en de hoogte van het bed van entmateriaal. De twee stippellijnen
tonen dat in het geval van een bed van entmateriaal dat circa 900 g vaste
stof per liter bevat en een schijnbare of gemiddelde snelheid van 2,0 cm/min.,
een diepte van het bed van 18 m een contacttijd tussen vloeistof en ent-
30 materiaal van 10 uren verschaft. De werkelijke snelheid (volume-stroomsnel-
heid van de vloeistof gedeeld door het deel van de dwarsdoorsnede dat voor
de vloeistofstroom beschikbaar is = dwarsdoorsnede verminderd met het deel
van de doorsnede dat door de deeltjes wordt ingenomen) van de vloeistof is
groter dan de schijnbare of gemiddelde snelheid wegens het door het vaste
35 entmateriaal ingenomen volume.

Ter verschaffing van de gewenste suspensie van de deeltjes door invoe-
ren van de groene vloeistof bij de bodem van het precipitatievat zonder
het veroorzaken van ongewenste turbulentie (die de gewenste concentratie-
gradiënten van deeltjes en de verzaadiging van de vloeistof zou verstoren),
40 is het noodzakelijk een gelijkmatige verdeling van de groene vloeistof bij

de bodem van het vat te verschaffen. Hoewel dit waarschijnlijk tot stand zou kunnen worden gebracht door toepassing van een geschikt uitgevoerde verdeelplaat die verwijdering van de grote deeltjes mogelijk maakt, zou een dergelijke plaat onderhevig zijn aan het optreden van afzetting. Volgens een voorkeursmethode wordt de groene vloeistof via een roterende verdeelinrichting ingevoerd. De verdeelinrichting is voorzien van ten minste twee radiale armen die onder gelijke hoeken zijn aangebracht en openingen bezitten aan de zijde van de rotatierichting. De grootte en het aantal van de openingen worden zodanig gekozen dat de gewenste stroomsnelheid ver-
5 schaft wordt zonder dat een overmatige drukdaling optreedt en in overeenstemming met de afmetingen van het betreffende vat ter verkrijging van de gewenste snelheid in opwaartse richting van 1 - 3 cm/min. De afstand tussen de openingen, de rotatiesnelheid en het totale aantal armen aan de verdeelinrichting variëren tevens in afhankelijkheid van de diameter van het
15 vat. De rotatiesnelheid en het aantal armen dienen echter voldoende te zijn om iedere 3 seconden een vloeistofstroom naar ieder doorsnede-element van het precipitatievat te verschaffen.

De openingen in de armen van de verdeelinrichting bevinden zich aan de zijde van de rotatierichting van de armen ten einde het mogelijk te maken dat de stroom groene vloeistof de aluminiumoxidedeeltjes uit de weg
20 van de armen "wegwast", waardoor het rotatiekoppel verlaagd wordt, hetgeen op zijn beurt een vermindering geeft van de voor de rotatie van de verdeelinrichting benodigde energie alsmede van de neiging tot het verstopping van de openingen in de armen in het geval een onderbreking van de rotatie en/of
25 van de stroom groene vloeistof optreedt. Vermindering van het vereiste koppel maakt ook een lichtere constructie van de armen van de verdeelinrichting mogelijk. De openingen dienen zich op een zodanige afstand van elkaar te bevinden dat een ongeveer gelijke vloeistofstroom naar elk doorsnede-element van de precipitatie-inrichting verschaft wordt.

30 Ter verdere toelichting van de uitvinding voerde men in een precipiteerinrichting met dichte fase, die een hoogte van 9,1 m en een diameter van 5,08 cm bezat (deze afmetingen representeren een verticale doorsnede door een inrichting op industriële schaal met een veel grotere diameter) continu bij de bodem een industriële aluminaatoplossing van hoge concentratie (loog (als Na_2CO_3) ongeveer ingesteld op 170 g/l, Al_2O_3 ongeveer ingesteld op 114 g/l, en carbonaat (als Na_2CO_3) ongeveer 38 g/l). Aanvankelijk werd een 8 m hoge entbedsuspensie gevormd door toevoeging van gehydrateerd aluminiumoxide met een deeltjesgrootte van 74 - 105 micron (gemiddeld 90 micron). Vloeistof, die in bovenwaartse richting door het bed stroomde

met een schijnbare of gemiddelde snelheid van 1,6 cm/min. (toevoersnelheid circa 1,8 l/uur) diende voor het instellen van een geëxpandeerd bed met een gemiddelde dichtheid van circa 740 g/l vaste stof. De temperatuur van de overstromende vloeistof werd op 65°C geregeld door middel van een water-
5 mantel en circulerend gekoeld water. Geklassificeerd hydraat (gemiddeld 90 μ) in gebruikte vloeistofbrij werd bovenin de precipiteerinrichting als entmateriaal toegevoegd. De toevoeging van entmateriaal en het afvoeren van produkt werden met tussenpozen en op zodanige wijze uitgevoerd dat entmate-
10 afgevoerd, waardoor de hoogte van het bed van entmateriaal gehandhaafd werd.

Uit de resultaten met de precipiteerinrichting met dichte fase, waar-
mee gedurende 5 dagen met de bovenbeschreven opstelling werd gewerkt, bleek het snelheidsverbeterende effect van stroming van de groene vloeistof met
15 gelijkmatig snelheidsprofiel over de dwarsdoorsnede ("plug flow") door een geëxpandeerd bed van hydraat, dat een hoog gehalte aan vaste stof bezit (zie de Tabellen B en C). Zo kan bijvoorbeeld worden opgemerkt dat tijdens de tweede dag het Al_2O_3 -gehalte van groene vloeistof met een verhouding tussen aluminiumoxide en totale hoeveelheid loog van 0,667:1 verlaagd werd tot een verhouding van 0,398:1 in een 7,45 m hoog bed met een gemiddelde
20 dichtheid van de vaste stof van 810 g/l. Bij een gebruikelijke Bayer-precipitatie zou een dergelijke verandering ten minste een driemaal zo lange reactietijd hebben vereist. Tabel C bevat tevens verdere gegevens betreffende de werking van de precipiteerinrichting met dichte fase. Na de derde dag werd de inrichting buiten bedrijf gesteld ten gevolge van be-
25 drijfsmoeilijkheden en opnieuw in bedrijf gesteld onder toepassing van hetzelfde bed van entmateriaal. De invoer van gebruikte vloeistof vond gedurende een zodanige tijd plaats dat het bed opnieuw werd ingesteld alvorens over te schakelen van gebruikte vloeistof op groene vloeistof.

Tabel D geeft de deeltjesgrootte van het hydraat en de slijtvastheid
30 voor het produkt dat tijdens de 5 dagen durende proef werd verkregen. Ge-
wezen wordt op de grofheid van het produkt dat van de bodem van de precipiteerinrichting werd verwijderd en de afwezigheid van fijne deeltjes, hetgeen de in de precipiteerinrichting plaatsvindende interne klassificatie toont. Verder wordt opgemerkt dat tijdens de laatste helft van de proef de
35 toevoegingssnelheid van het materiaal verhoogd werd ter vermindering van de hoeveelheid grove deeltjes in het produkt. In plaats hiervan zou men ook een minder grof produkt kunnen bereiden door toevoeging van fijner entmateriaal. De bestandheid van het gecalcineerde, als produkt verkregen hydraat tegen verkruimeling werd bepaald volgens een gemodificeerde Forsythe-

Hertwig-proef, waarbij men gecalcineerd produkt onder geregelde omstandigheden fluidiseerde en de vorming van fijne deeltjes bepaalde. De uit deze proeven berekende slijtindices zijn in de tabel vermeld, maar deze waarden dienen met voorzichtigheid beschouwd te worden. Opgemerkt wordt dat het
5 bij de produktiesnelheid van de eenheid ongeveer 80 uren zou duren om het aanvankelijke bed van entmateriaal volledig te vervangen. Derhalve wordt gedurende een groot deel van deze proef de betrekkelijk geringe weerstand tegen verkrumeling van het entmateriaal in het produkt weerspiegeld.

In de precipiteerinrichting met dichte fase, die onder invloed van
10 stroming van de vloeistof met gelijkmatig snelheidsprofiel door een geëxpandeerd bed werkt, wordt van het bovineinde tot de bodem een gradatie in de dichtheid van de vaste stof, de vloeistofconcentratie en de deeltjesgrootte van het hydraat ingesteld. Na het beëindigen van de 5 dagen durende proef werden monsters op de volgende wijze verkregen: Terwijl men de
15 stroom groene vloeistof handhaafde, werd snel brij portiegewijs bij de bodem van de precipiteerinrichting afgevoerd terwijl men het volume bepaalde. Uit ieder monster werden snel vloeistofmonsters genomen; deze vloeistofmonsters werden vóór de analyse gestabiliseerd. Men stabiliseerde brijen en filtreerde deze later ter bepaling van de bed-dichtheid en deeltjesgrootte van het hydraat bij een bepaald niveau bij de precipiteerinrichting. Bij deze methode wordt aangenomen dat de stroom uit de precipiteerinrichting met geringe diameter een gelijkmatig snelheidsprofiel over de dwarsdoorsnede ("plug flow") bezat. Het snelle nemen van monsters in combinatie met het handhaven van de stroom in bovenwaartse richting tijdens het afvoeren, diende ter verbetering van de monsternemingsmethode.
25 De gegevens in Tabel E tonen duidelijk de gradaties van het bovineinde naar de bodem in de precipiteerinrichting voor de dichtheid van de suspensie, de Al_2O_3 -concentratie en de deeltjesgrootte van het hydraat. Opgemerkt wordt dat de bestandheid van het aluminiumoxide tegen verkrumeling
30 hoger is voor monsters die bij de bodem van de precipiteerinrichting zijn genomen. Dit versterkt de stelling dat het produkt sterker wordt bij het afdalen door de precipiteerinrichting terwijl agglomeratie en groei plaatsvinden onder invloed van een steeds hogere aluminiumoxideconcentratie (oververzadiging).

8000306

5

TABEL B

Bedrijfsgegevens

Dag	Periode (uren)	Toegevoerde vloeistof ¹⁾			Overstromende vloeistof ¹⁾			Temp. °C
		Al ₂ O ₃ g/l	Totale hoeveelheid loog g/l	Verhouding aluminiumoxide/ totale hoeveel- heid loog	Al ₂ O ₃ g/l	Totale hoeveelheid loog g/l	Verhouding aluminiumoxide/ totale hoeveel- heid loog	
1	0-8	128,2	195,7	0,655	(2)	(2)	(2)	(2)
	8-16	142,8	217,9	0,655	80,0	102,8	0,396	62,5
10	16-24	115,6	175,9	0,657	92,2	215,6	0,428	61,1
2	24-32	126,6	189,1	0,669	92,0	222,1	0,416	64,4
	32-40	136,0	201,4	0,675	80,8	192,9	0,419	67,0
	40-48	126,8	190,0	0,667	81,2	203,7	0,398	63,9
3	48-56	130,5	195,0	0,669	78,5	189,9	0,413	73,2
	56-64	111,8	166,2	0,672	74,9	182,9	0,409	72,8
15	64-72	111,8	166,2	0,672	80,2	189,9	0,422	64,5
	Opnieuw in bedrijf gesteld							
4	72-80	117,1	180,6	0,648	(2)	(2)	(2)	(2)
	80-88	117,1	180,6	0,648	74,9	183,7	0,408	58,6
20	88-96	126,6	196,3	0,645	79,3	192,3	0,412	62,0
5	96-104	126,6	196,3	0,645	84,8	198,8	0,427	65,3
	104-112	126,6	196,3	0,645	79,7	192,0	0,415	65,1
	112-120	139,5	202,7	0,688	84,4	197,3	0,428	66,3

1) Alle waarden zijn het gemiddelde voor een 8 uren durende periode.

2) Tijdens eerste periode na het in bedrijf stellen werden geen monsters genomen.

8000306

TABEL C

Dag	Gemeten parameters ¹⁾				Bedrijfsgegevens				Berekende parameters ¹⁾		
	Periode (uren)	Vloeistof- snelheid	Entmateriaal (snelheid)	Bed- hoogte	Schijnbare snelheid	Gemiddelde beddichtheid	Retentie- tijd ⁴⁾	Produktie- snelheid	hydraat	g/u	
		ml/min.	g/u	(m)							cm/min.
1	0-8	31,8	30,0	7,85	1,57	740	8,34	(3)			
	8-16	28,2	30,0	7,55	1,39	750	9,04	140,8			
10	16-24	31,4	30,0	7,80	1,55	710	8,39	129,4			
2	24-32	37,3	30,0	7,41	1,84	740	6,71	178,3			
	32-40	33,9	45,0	7,12	1,67	810	7,09	157,2			
	40-48	32,5	30,0	7,45	1,70	810	7,74	158,1			
3	48-56	33,0	52,5	7,30	1,63	850	7,47	149,3			
	56-64	29,6	52,5	7,18	1,46	940	8,19	124,8			
15	64-72	35,6	45,0	6,87	1,76	1010	6,52	145,6			
Opnieuw in bedrijf gesteld											
4	72-80	38,4	52,5	7,85	1,89	590	6,91	(3)			
	80-88	37,0	45,0	8,08	1,82	550	7,38	148,7			
20	88-96	34,8	60,0	7,46	1,72	600	7,24	144,6			
5	96-104	34,8	82,5 ²⁾	7,31	1,72	600	7,10	127,7			
	104-112	35,9	120,0 ²⁾	7,78	1,77	600	7,32	147,3			
	112-120	36,0	120,0	7,50	1,78	680	7,04	172,0			

1) Alle waarden zijn het gemiddelde voor een periode van 8 uren.

2) Plus 908 g toegevoegd ter verhoging van het bedniveau.

3) Geen monsters genomen tijdens eerste periode na het in bedrijf stellen.

4) Retentietijd berekend op basis van het totale volume dat wordt ingenomen door bed van entmateriaal gedeeltelijk door toevoersnelheid van de vloeistof. De werkelijke contacttijd tussen vloeistof en entmateriaal bedraagt minder dan de aangegeven retentietijd wegens het door het entmateriaal ingenomen volume.

Produkt: 178,3 g hydraat/uur = 5,9.

Entmateriaal: 30 g hydraat/uur

TABEL D

Deeltjesgrootte en bestandheid tegen verkrumeling voor precipitatieproduct uit precipiteerinrichting met dichte fase

Dag	Periode uren	Toevoegings- snelheid entmateriaal g/uur	Deeltjesgrootte hydraat (gew.%)						Slijt- index ¹⁾	
			Micron	+149	-149	-105	-74	-53		-44
10	0-8	30,0	Entmateriaal ²⁾	0,54	99,46	96,22	36,02	10,28	3,88	9,70
	8-16	30,0		13,68	86,32	39,06	1,90	0,41	0,35	1,40
	16-24	30,0		17,00	83,00	42,20	1,56	0,12	0,08	4,28
15				35,28	64,72	9,22	0,14	0,03	0,03	2,50
	24-32	30,0		44,88	55,12	9,92	0,06	0,06	0,06	5,76
	32-40	45,0		50,98	49,02	4,02	0,04	0,04	0,04	11,60
	40-48	30,0		68,82	31,18	0,56	0,26	0,26	0,26	12,70
20	48-56	52,5		65,82	34,18	0,88	0,05	0,05	0,05	15,62
	56-64	52,5		51,92	48,08	9,42	0,60	0,06	0,06	7,54
	64-72	45,0					geen monster	genomen		
Opnieuw in bedrijf gesteld										
25	72-80	52,5		19,02	80,98	32,49	5,08	0,70	0,70	1,84
	80-88	45,0		20,50	79,50	28,84	2,12	0,14	0,14	2,04
	88-96	60,0		29,24	70,76	23,82	1,90	0,38	0,38	4,56
25	96-104	82,5		45,50	54,50	12,92	0,42	0,08	0,08	2,50
	104-112	120,0		60,10	39,90	5,10	0,48	0,18	0,18	4,19
	112-120	120,0		49,12	50,88	12,16	0,72	0,04	0,04	3,67

1) Gemodificeerde versie van de Forsythe-Hertwig-slijtproef.

Opmerking: Hydraatmonster werd vóór de proef bij 1040°C gecalcineerd.

2) Gemiddeld 90 micron.

800030

TABEL E

Gradaties voor concentratie, dichtheid van suspensie en deeltjesgrootte die worden ingesteld in precipiteerinrichting met dichte fase

Hoogte in bed	Dicht- heid	Verhouding aluminium- oxide/totale hoeveel- heid loog	Micron	Deeltjesgrootte hydraat (gew.%)					Slijt- index ¹⁾	
				+149	-149	-105	-74	-53		-44
0	702	0,621		39,24	60,76	25,46	3,80	0,36	0,18	4,51
1	721	0,561		24,72	75,28	64,68	6,80	3,46	0,36	6,06
2	672	0,500		9,00	91,00	72,62	22,42	3,46	0,68	7,27
3	686	0,476		3,58	96,42	87,36	26,90	16,90	1,38	10,13
4	691	0,488		7,08	92,92	79,90	31,02	4,96	1,02	8,92
5	634	0,478		3,72	96,28	88,52	37,90	20,52	2,10	15,18
6	516	0,459		0,70	99,30	95,48	59,54	13,82	4,58	9,73
7	496	0,450		0,40	99,60	96,90	69,02	43,78	8,04	26,57

1) Gemodificeerde versie van Forsythe-Hertwig-slijtproef.

Opmerking: Hydraatmonster werd vóór de proef bij 1040°C gecalcineerd.

Bij deze proeven werd één enkele kolom gebruikt; bij commerciële uitvoering van de uitvinding gebruikt men bij voorkeur een aantal parallel-geschakelde enkelvoudige kolommen. Het zou mogelijk zijn een aantal kolommen, die minder diepe bedden van entmateriaal bevatten, in serie te schakelen ter vervanging van de enkele kolom.

Uit het bovenstaande blijkt dat de uitvinding een veel eenvoudiger precipitatieproces verschaft, waarbij minder apparatuur voor de precipitatie vereist is, de noodzaak tot klassificatie van het produkt opgeheven wordt, de voor een bepaalde opbrengst aan produkt benodigde hoeveelheid entmateriaal verminderd wordt, en een superieur precipitatieprodukt met verbeterde fysische eigenschappen verkregen wordt.

8000306

C O N C L U S I E S:

1. Werkwijze voor het neerslaan van $\text{Al}(\text{OH})_3$ uit een oververzadigde groene vloeistof, met het kenmerk dat men:
 - a) de oververzadigde groene vloeistof onderin een precipitatiekamer
5 voert die een suspensie van vloeistof en entdeeltjes bevat;
 - b) $\text{Al}(\text{OH})_3$ -entdeeltjes bovenin de precipitatiekamer invoert met een snelheid die voldoende is om een dichtheid van 500 - 1500 g/l in de kamer en een betrekkelijk constante hoogte van het bed van entmateriaal te handhaven;
 - 10 c) de stroom groene vloeistof, die onderin de reactiekamer wordt gevoerd, op een snelheid houdt die voldoende is om de entdeeltjes in suspensie te houden terwijl in de kamer een concentratiegradiënt wordt gehandhaafd;
 - d) neergeslagen $\text{Al}(\text{OH})_3$ uit de kamer isoleert; en
 - 15 e) gebruikte vloeistof bovenuit de precipitatiekamer laat overlopen.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk dat de stroomsnelheid van de groene vloeistof, die onderin de kamer wordt ingevoerd, zodanig wordt gekozen dat de $\text{Al}(\text{OH})_3$ -deeltjes in suspensie worden gehouden zonder het optreden van een turbulent gefluidiseerd bed.
- 20 3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk dat de dichtheid in het bed 500 - 1100 g/l bedraagt.
4. Werkwijze volgens conclusies 1 - 3, met het kenmerk dat de deeltjes entmateriaal een deeltjesgrootte van meer dan 20 micron bezitten.
5. Werkwijze volgens conclusie 4, met het kenmerk dat de deeltjes-
25 grootte van het entmateriaal meer dan 20 micron en ten hoogste 150 micron bedraagt.
6. Werkwijze volgens conclusies 1 - 5, met het kenmerk dat de schijnbare of gemiddelde snelheid van de vloeistofstroom binnen de kamer 1 - 3 cm/min. bedraagt.
- 30 7. Werkwijze volgens conclusies 1 - 6, met het kenmerk dat men de ingevoerde groene vloeistof gelijkmatig over het bodemgebied van de kamer verdeelt.
8. Werkwijze volgens conclusie 7, met het kenmerk dat men de uniforme verdeling van de groene vloeistof tot stand brengt met een roterende ver-
35 deelinrichting.
9. Werkwijze volgens conclusie 8, met het kenmerk dat de roterende verdeelinrichting een voldoende aantal armen, een voldoende rotatiesnelheid en openingen van geschikte afmeting in de armen heeft om ten minste elke 3 seconden een stroom vloeistof naar elk doorsnede-element van de kamer te

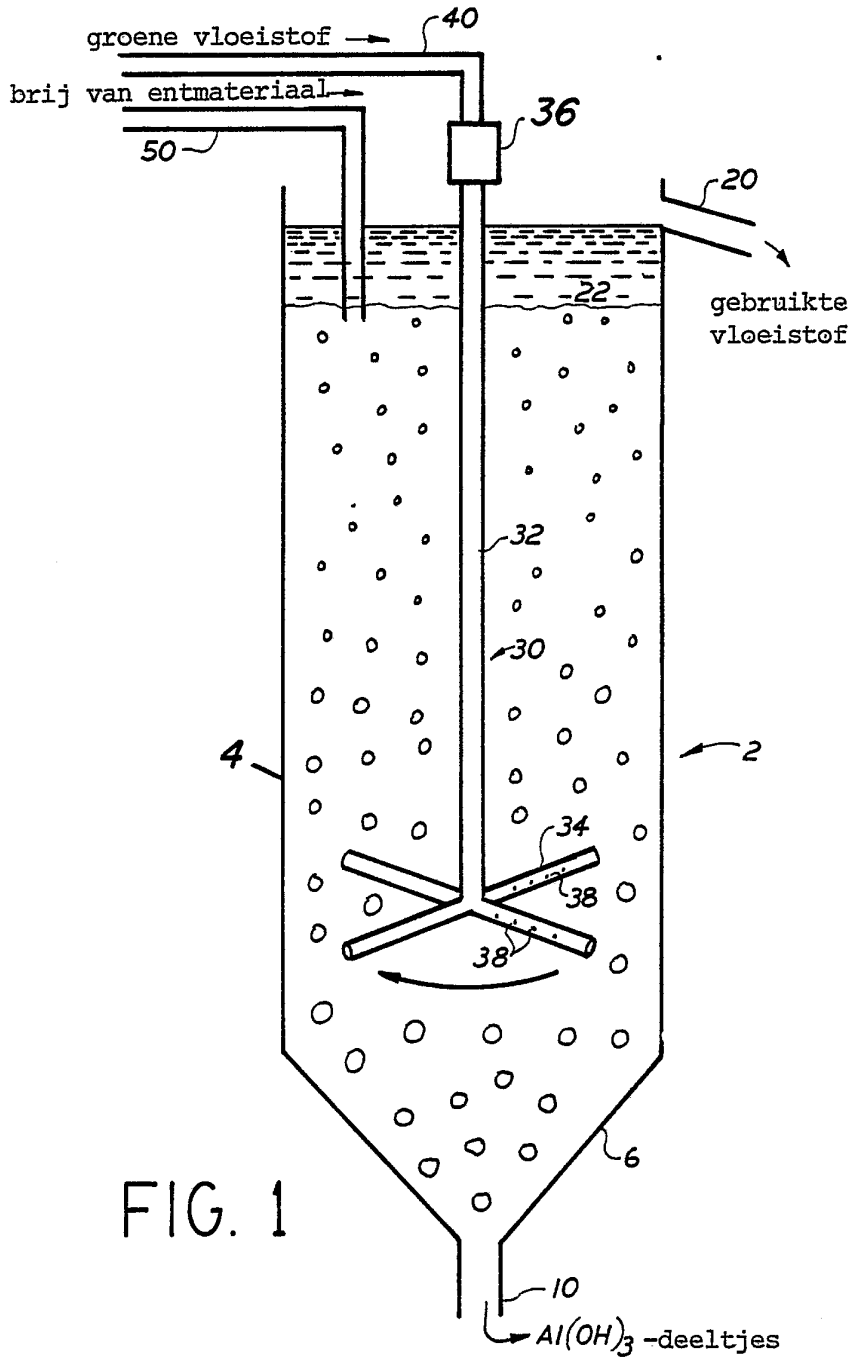
8000306

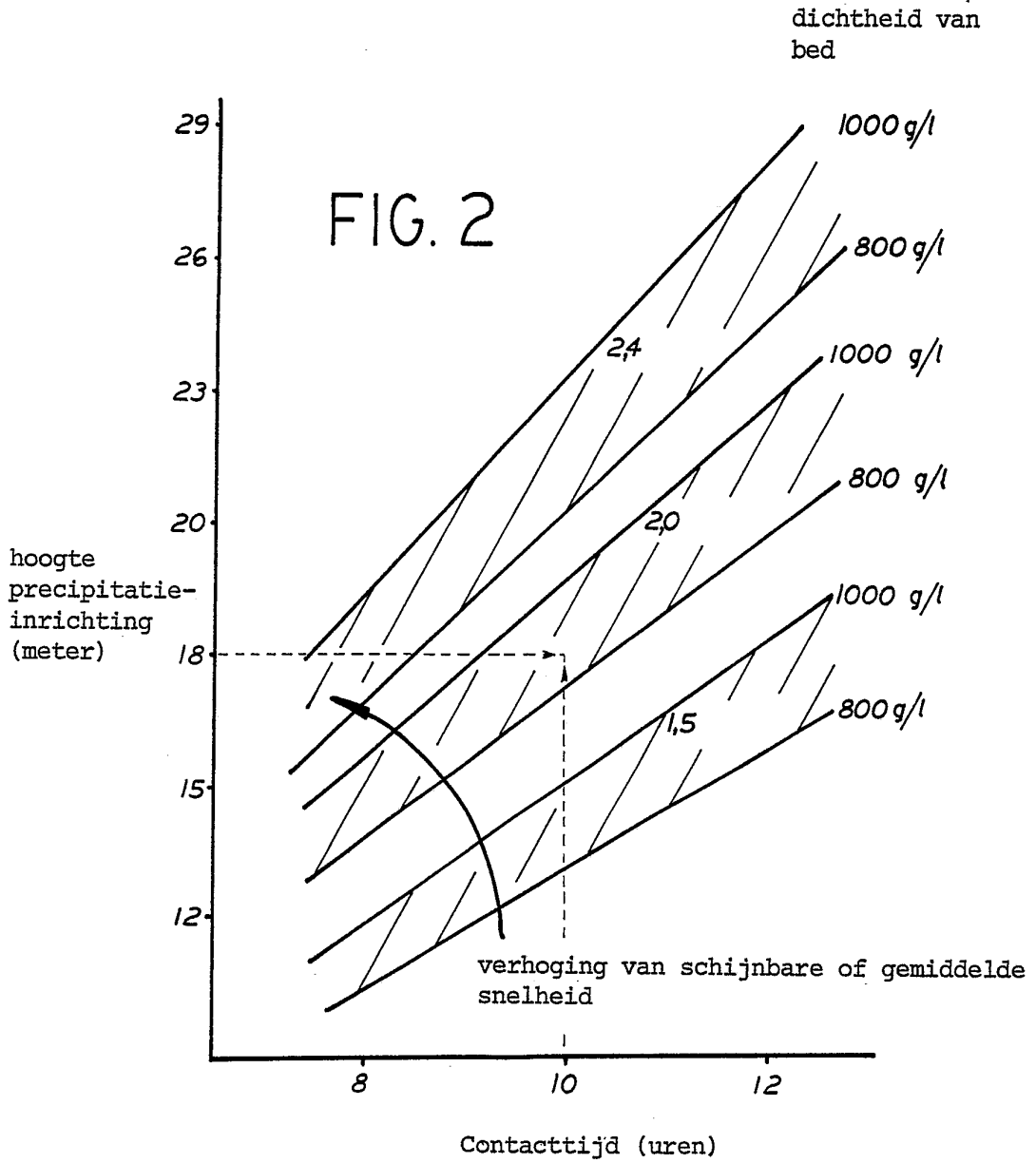
verschaffen.

10. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk dat de openingen in de armen van de verdeelinrichting zich bevinden aan de zijde van de rotatie-richting van de armen ten einde bij te dragen aan de rotatie van de armen.

8000306

Aluminum Company of America te Pittsburgh,
Pennsylvania, Verenigde Staten van Amerika





8000306