

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 8.

N° 748.584

1949

Procédé et appareil pour purifier et régénérer les matières siliceuses.

M. FRANZ KRCZIL résidant en Tchécoslovaquie.

Demandé le 7 janvier 1933, à 11^h 30^m, à Paris.

Délivré le 18 avril 1933. — Publié le 6 juillet 1933.

(2 demandes de brevets déposées en Allemagne les 8 janvier et 4 avril 1932. — Déclaration du déposant.)

On sait que les matières siliceuses naturelles telles que le kieselgur, la terre d'infusoires, le tripoli, la farine fossile, le kaolin, l'argile, etc., ne conviennent pas pour des opérations d'adsorption, ou analogues à cause de la présence d'impuretés organiques et inorganiques (et en particulier de composés du fer) et aussi parce que leur teneur en eau varie avec le temps. En vue de telles opérations on doit tout d'abord éliminer les matières nuisibles.

Pour enlever la partie nuisible des impuretés organiques les matières sont ordinairement soumises à une opération de grillage ou de calcination à une température déterminée et, pour ôter les impuretés inorganiques on a recours à des produits chimiques (par exemple alcalins ou alcalino-terreux) à température ordinaire ou élevée.

En particulier, l'élimination des impuretés organiques présente de grandes difficultés dues à ce que d'une part ces matières conduisent mal la chaleur et que d'autre part, elles sont volumineuses, de telle sorte que, dans la calcination, la chaleur et la chambre de chauffage sont mal utilisées. Il faut ajouter que la matière traitée se présente très irrégulièrement dans une telle opération et par suite certaines parties sont exagérément calcinées et s'agglutinent alors

que les autres parties sont incomplètement débarrassées de leurs impuretés.

Les mêmes difficultés se rencontrent quand ces matières siliceuses sont traitées à température élevée par des matières chimiques appropriées (de nature organique ou inorganique), dans le but d'éliminer les impuretés inorganiques ou d'effectuer une purification. Évidemment les matières siliceuses ainsi purifiées sont très coûteuses.

Ces inconvénients sont évités lorsqu'on purifie les matières siliceuses conformément à la présente invention, qui permet d'exécuter la purification plus économiquement qu'auparavant tout en livrant à la consommation un produit plus pur que précédemment.

Suivant l'idée maîtresse de l'invention, les matières siliceuses mentionnées ci-dessus (au besoin préalablement pulvérisées, façonnées, ou traitées par des substances chimiques ou des produits d'imprégnation) ou les matières siliceuses déjà épuisées sont soumises à un procédé connu de grillage ou de calcination de façon que tout ou partie de ces matières sont pendant la calcination, divisées, soumises à un tourbillonnement ou maintenues en suspension dans les gaz, et cela pendant toute l'opération ou seulement pendant une partie de sa durée.

Comme gaz on peut utiliser des gaz

inertes, des gaz chauds, ou des mélanges gazeux; on peut avoir recours aussi à des gaz agissant chimiquement et introduits seuls ou en mélange avec des gaz chauds ou inertes. Dans le cas de gaz inertes, le chauffage du four a lieu généralement à l'extérieur de la chambre de calcination, tandis que si l'on emploie des gaz chauds ou combustibles, ceux-ci servent à chauffer complètement ou partiellement la chambre de calcination.

Lorsqu'on emploie des gaz inertes, ceux-ci sont de préférence portés entièrement ou partiellement à la température de calcination à l'extérieur de la chambre de chauffage, ou bien encore des gaz ou des vapeurs combustibles brûlés en présence d'oxygène peuvent être amenés à la température de calcination par les gaz inertes non réchauffés ou agissant chimiquement.

Comme gaz ou vapeurs agissant chimiquement on peut par exemple citer les gaz contenant de l'oxygène ou des corps dérivés de l'oxygène, ayant une concentration convenable en oxygène. On peut notamment utiliser l'air, l'acide carbonique, des vapeurs chargées de chlore, ou d'acide comme l'acide chlorhydrique, l'acide sulfureux, etc.

Le choix des gaz à employer dépend de la nature de la matière siliceuse, des impuretés à éliminer ou à transformer et des matières ajoutées, et il est déterminé par des essais préalables. On peut par exemple, suivant la présente invention, accélérer l'élimination des impuretés organiques provenant de la matière brute ou introduite, de telle façon que la division, le tourbillonnement ou la mise en suspension sont effectués pendant la calcination au moyen de gaz ou de mélanges gazeux contenant de l'oxygène libre ou dégageant de l'oxygène sous l'effet de la chaleur.

La division, le tourbillonnement ou la mise en suspension des produits avec de l'acide carbonique, ou des gaz contenant de l'acide carbonique ou ses dérivés peuvent, suivant l'invention, être effectués à l'endroit où l'on ajoute des hydroxydes, alcalins, ou alcalin-terreux en excès, dans le but de purifier les matières siliceuses. Ces hydroxydes sont ainsi rapidement convertis en carbonates.

L'élimination d'impuretés solubles dans les acides ou la transformation de certains éléments des matières siliceuses peuvent être accomplies ou accélérées par l'emploi de gaz ou de vapeurs, acides, comme l'acide chlorhydrique ou l'acide sulfureux.

Les gaz agissant chimiquement qui ont été indiqués à titre d'exemple peuvent être utilisés simultanément ou successivement, si plusieurs impuretés existent dans les matières traitées. Les gaz ou les vapeurs agissant chimiquement peuvent au besoin être introduits avec des gaz chauds ou (et) inertes en un ou plusieurs endroits de la chambre de calcination. Si l'on emploie plusieurs gaz, ceux-ci peuvent être introduits ensemble ou séparément, en un ou plusieurs endroits.

La concentration des gaz introduits en un ou plusieurs endroits différents peut varier dans une large mesure. La quantité de ces gaz peut être déterminée de telle façon qu'ils suffisent pour réaliser la transformation ou le traitement désirés. On peut encore opérer avec des gaz en excès. Dans ce cas les quantités de gaz non utilisées sont en totalité ou en partie introduites de nouveau dans le circuit et pénètrent dans la chambre de calcination en un ou plusieurs endroits, au besoin après addition de nouvelles quantités de gaz de haute concentration ou après régénération. Les gaz déjà utilisés peuvent de plus trouver leur emploi comme gaz chauds ou comme gaz inertes.

Ces gaz peuvent être amenés dans la chambre de calcination par les moyens connus, comme la pression, le vide, ou leur combinaison. La quantité de gaz introduite et la pression à laquelle se fait cette introduction, dépendent de la matière traitée et de la division à obtenir. L'introduction des gaz peut avoir lieu à différents endroits de la chambre suivant une même direction, tangentielle ou analogue. On peut encore adopter pour les gaz une introduction combinée. Les gaz peuvent en outre entièrement ou partiellement servir à transporter dans la chambre de calcination tout ou partie de la matière à calciner, ou bien à évacuer cette matière hors de la chambre. Dans ce dernier cas, la matière traitée peut être fractionnée en grains de différentes grosseurs. Les gaz

déjà utilisés lorsqu'ils sont encore actifs chimiquement ou qu'ils contiennent des calories ou des éléments combustibles, peuvent être utilisés pour une nouvelle trans-
 5 formation ou pour un chauffage extérieur de la chambre de calcination, ou bien être introduits dans la chambre de calcination elle-même, de telle façon que dans ce cas, les gaz se déplacent suivant un circuit fermé.
 10 En outre les gaz peuvent avant leur introduction dans la chambre de calcination, être chauffés, refroidis ou régénérés par les procédés connus. Évidemment après avoir été utilisés une ou plusieurs fois pour déplacer,
 15 décomposer ou transformer la matière à traiter, les gaz peuvent aussi être utilisés pour d'autres usages ; tels sont par exemple, le séchage préliminaire, le réchauffage dans le cas d'une imprégnation de la matière à
 20 calciner, ou le séchage après lavage, etc.
 Suivant l'invention, la division de la matière, son tourbillonnement, ou sa mise en suspension peuvent encore être favorisés par des moyens mécaniques comme des
 25 malaxeurs, des vis, etc.
 La durée et la température de calcination dépendent des matières à traiter et du degré de pureté qu'on désire obtenir, et elles sont déterminées par l'expérience. De même les
 30 gaz agissant chimiquement pour éliminer ou décomposer les impuretés ou les additions de matières organiques ou inorganiques sont déterminées par des essais préliminaires selon la matière à purifier.
 35 Les matières siliceuses ainsi traitées peuvent à la manière connue subir un traitement complémentaire faisant suite au procédé décrit ci-dessus. Ainsi pour éliminer les corps solubles ou décomposés ou pour compléter la purification, ces matières sont
 40 traitées par des solutions convenables ou bien soumises à un lavage, au besoin avec un acide ou autre corps approprié. Les matières siliceuses ainsi extraites peuvent être
 45 séchées par un procédé dans lequel les gaz chauds divisent la matière, la font tourbillonner ou la mettent en suspension. Ces gaz peuvent aussi répartir la matière séchée en dehors de la chambre de séchage et la fractionner en particules de différentes gros-
 50 seurs.
 Suivant la présente invention, les ma-

tières siliceuses atteignent en un temps très court la température convenable, d'une part sous l'action des gaz et d'autre 55 part sous l'effet du rayonnement de la chambre de calcination, si bien que les impuretés se trouvent partout détruites ou décomposées grâce au balayage effectué par les gaz chauds sur les particules de la 60 matière à purifier.
 Non seulement l'invention permet de réduire au minimum le temps nécessaire pour opérer la purification, mais aussi elle empêche que l'élimination des impuretés 65 organiques ou inorganiques ou la réaction nécessaire à cette purification aient lieu irrégulièrement. Il en résulte que le produit obtenu est homogène.
 Grâce à un chauffage rapide des parti- 70 cules, à l'achèvement de la calcination dans un temps très court, et à la division de la matière sous l'effet des gaz, on évite une concrétion ou une agglutination de la matière en gros amas, si bien que dans la plu- 75 part des cas, la matière calcinée ne doit pas être broyée. Quand on ne peut pas empêcher une agglutination partielle, il est possible d'accomplir le broyage nécessaire dans la chambre de calcination elle-même en 80 même temps que la calcination ou à la suite de celle-ci. Ce mode opératoire est à recommander quand on introduit, dans la chambre de calcination, de la matière en grains d'une épaisseur supérieure à celle qu'on 85 désire. On amène alors pendant la calcination cette matière à la finesse voulue par des dispositifs de pulvérisation situés dans la chambre de calcination.
 L'exécution technique du procédé peut 90 être réalisée de différentes façons. Ci-après on a décrit plusieurs formes d'exécution qui ont donné de bons résultats dans la pratique, mais l'invention n'est évidemment pas limitée à ces exemples. 95
 Quand on emploie des chambres de calcination verticales ou inclinées on peut, par exemple opérer de la façon suivante :
 Par des procédés en eux-mêmes connus on envoie dans la chambre de calcination 100 les matières à purifier, au besoin traitées préalablement ou déjà épuisées, et grâce à des gaz chauds inertes ou chimiquement actifs, ou à des mélanges gazeux introduits

latéralement ou (et) par le bas, la matière à calciner est constamment ou par intermittences, divisée, entraînée dans des tourbillons ou mise en suspension, jusqu'à ce que le degré de purification cherché soit atteint. Ensuite, l'introduction de gaz est interrompue et la matière calcinée est, après dépôt, enlevée à la manière connue hors de la chambre de calcination.

On peut aussi faire fonctionner simultanément plusieurs chambres de calcination suivant le même procédé. L'arrivée se fait dans la première chambre, la calcination dans la seconde, et le dépôt ou l'évacuation dans la troisième. Après exécution de la réaction, l'évacuation de la matière calcinée peut être effectuée par les gaz eux-mêmes et cela de telle façon que les particules entraînées par les gaz se déposent dans une chambre, faisant suite à la chambre de calcination et dont la section est plus grande que ladite chambre, les matières se déposant à la manière connue et étant ensuite enlevées.

Suivant une autre forme d'exécution, on peut également opérer dans les chambres de calcination verticales, de telle façon que par introduction continue de la matière à calciner à la partie inférieure de la chambre, par exemple au moyen d'une vis transporteuse, la matière est divisée, entraînée dans des tourbillons, ou mise en suspension grâce à l'introduction de gaz chauds et (ou) inertes, admis par le bas et (ou) par le côté. Les gaz amènent ensuite mécaniquement la matière à une chambre de dépôt d'où elle est évacuée, ou à une autre chambre de calcination et cette matière peut être traitée une seconde fois de la même façon si un tel traitement est jugé nécessaire.

Le traitement de matières siliceuses par deux ou plusieurs gaz agissant chimiquement peut, suivant une autre forme d'exécution, être réalisé de telle façon qu'on introduit dans une chambre de calcination verticale, la matière à traiter amenée à la partie inférieure au moyen d'un transporteur et qu'en même temps on introduit des gaz chauds et (ou) inertes pour maintenir la matière en suspension. L'élimination des impuretés est accélérée quand on introduit des gaz contenant de l'oxygène à différentes hauteurs de la chambre de calcina-

tion transversalement par rapport au déplacement de la matière entraînée par les gaz.

La matière débarrassée des impuretés organiques dans cette chambre de calcination est entraînée par les gaz dans une chambre de dépôt d'où elle est amenée au moyen d'une vis transporteuse dans une seconde chambre de calcination. Dans cette dernière, la matière est mélangée avec les gaz sortant de la première chambre de calcination auxquels sont ajoutés des gaz combustibles pour produire avec l'oxygène une combustion. La matière est ainsi élevée et traitée par des vapeurs acides introduites latéralement.

Dans le cas où l'on emploie des chambres de calcination horizontales ou peu inclinées, la matière à traiter peut être introduite latéralement et recevoir un mouvement tourbillonnaire sous l'effet de gaz amenés suivant la même direction et finalement la matière sort du four avec ces gaz. L'action des mélanges gazeux introduits latéralement peut encore être renforcée par d'autres gaz amenés par la sole convenablement perforée.

Une autre forme d'exécution consiste à déplacer la matière à calciner à travers le four au moyen de transporteurs mécaniques et à introduire en même temps des gaz par la sole perforée. On peut aussi opérer dans une chambre de calcination semblable en introduisant latéralement la matière à calciner avec des gaz combustibles et avec un gaz oxygéné, en quantité insuffisante pour la combustion et en amenant par la sole perforée, des gaz oxygénés au besoin mélangés avec de l'acide chlorhydrique en quantité telle que l'oxygène serve non seulement à brûler le reste des gaz combustibles mais aussi à éliminer les impuretés organiques. Ces gaz oxygénés brûlent les particules organiques en un temps très court et par suite, on obtient ainsi une meilleure utilisation d'une chambre de calcination donnée. Les gaz contenant encore de l'oxygène libre sont aspirés et peuvent être, soit mélangés aux gaz combustibles, soit introduits de nouveau dans la chambre de calcination avec d'autres composés oxygénés.

Dans le cas de chambres de calcination

5 faiblement inclinées la matière peut être simplement divisée par les gaz qui arrivent à travers la sole. Par suite de l'inclinaison du four, la matière calcinée s'écoule d'elle-même. L'évacuation de la matière peut toutefois être favorisée par des gaz introduits latéralement.

10 Une forme d'exécution ayant donné satisfaction comportait des fours tournants comme chambres de calcination, ces fours étant chauffés par l'extérieur ou par l'intérieur ou par l'extérieur et l'intérieur.

15 Dans un tel mode opératoire, la matière à traiter est introduite d'un côté et d'une façon continue, alors que la matière calcinée est évacuée de l'autre côté. Les gaz qui divisent la matière, la font tourbillonner ou la tiennent en suspension et qui peuvent aussi chauffer le four, peuvent être introduits à l'extrémité par laquelle se fait la division ou (et) à différents endroits du four, cette introduction ayant lieu tangentielle-ment par rapport au sens d'écoulement de la matière à calciner.

20 On peut de plus augmenter la division de la matière en disposant sur tout ou partie de la longueur du four tournant, des malaxeurs, des chaînes abrasives, des boulets ou blocs de broyage, etc. Ces organes réalisent un broyage de la matière grenue ou des produits agglutinés, de telle façon qu'on obtient une matière d'une finesse uniforme.

30 Si l'on opère avec des gaz chimiquement actifs on peut, par exemple, introduire la matière avec les gaz chimiquement actifs dans le four tournant qui est chauffé par l'extérieur, et pour favoriser le chauffage extérieur, on peut encore introduire, au moyen de tubes de différentes longueurs placés au centre du four, des gaz chauds ou des gaz inertes amenés à la température de réaction.

RÉSUMÉ.

45 Un procédé et un appareil pour purifier ou régénérer par grillage ou calcination des matières siliceuses comme le kiesélgur, la terre d'infusoire, le kaolin, l'argile, etc., au besoin après broyage, façonnage, ou traitement préliminaire avec des matières favorisant la purification; ce procédé et cet

appareil présentant une ou plusieurs des particularités suivantes :

1° La calcination est opérée en présence de gaz chauds et (ou) inertes et (ou) chimiquement actifs ou de mélanges gazeux, qui pendant tout ou partie de la calcination divisent complètement ou partiellement la matière, la font tourbillonner ou la tiennent en suspension.

2° L'admission des gaz chimiquement actifs d'une part et l'admission des gaz chauds et (ou) inertes d'autre part se font au même endroit ou à des endroits différents de la chambre de calcination.

3° Les gaz sont introduits suivant une direction semblable et (ou) tangentielle par rapport à la matière traitée.

4° L'introduction des gaz chimiquement actifs se fait en un endroit ou en plusieurs endroits de la chambre de calcination.

5° Les gaz chimiquement actifs sont employés en excès et sont introduits en circuit au même endroit ou à différents endroits de la même chambre de calcination, ou d'une autre chambre; ces gaz pouvant au besoin avoir subi au préalable une concentration ou une régénération.

6° Les gaz sont utilisés pour transporter la matière à calciner jusqu'à la chambre de calcination et (ou) à l'intérieur de cette chambre, et (ou) hors de cette chambre, et pour fractionner la matière calcinée.

7° Des gaz chauds, au besoin convenablement réchauffés sont utilisés suivant un circuit fermé.

8° Les gaz chimiquement actifs déjà utilisés sont introduits comme gaz chauds ou inertes.

9° La division, le tourbillonnement et la mise en suspension de la matière sous l'action des gaz sont favorisés par des appareils mécaniques.

10° La matière en morceaux ou façonnée est pulvérisée dans la chambre de calcination par des appareils convenables pendant la calcination.

11° La matière calcinée est soumise à un traitement complémentaire, par exemple à une pression de lavage ou d'extraction.

12° La matière ayant subi le traitement complémentaire visé au paragraphe 11° est traitée par des gaz qui divisent cette ma-

[748.584]

— 6 —

tière, la font tourbillonner ou la mettent en suspension.

graphes 11° et 12° est évacuée de la chambre de séchage par les gaz et fractionnée en particules d'une grosseur déterminée.

13° La matière séchée suivant les para-

FRANZ KRCZIL.

Par procuration

G. BOUTY.