

(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11) 1601 84

Int.Cl.³ 3(51) C 01 B 33/12

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 01 B/ 2293 881
(61) 147 466

(22) 22.04.81

(44) 11.05.83

- (71) siehe (72)
(72) KOELLING, WOLFGANG,DIPL.-CHEM.;KERSCHER, WOLFGANG,DIPL.-CHEM.;MAROTZ, GUENTHER,DIPL.-ING.;
SCHULTHEIS, WALTER,DD;
SURMA, HORST,DIPL.-ING.;WOLFROM, WALTER, OBERING.,DD;
(73) siehe (72)
(74) VEB CHEMIEWERK COSWIG, BFN, 4522 COSWIG/ANH., ROSSLAUER STR.

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG FLUORARMER FAELLUNGSKIESELSAURE AUS
HEXAFLUOROKIESELSAURE

(57) Die Erfindung beinhaltet die Herstellung fluorarmer Fällungskieselsäure aus Hexafluorokieselsäure mit Tonerdehydrat mit dem Ziele der Gewinnung eines für die Anschwemmfiltration von Bier geeigneten Filterhilfsmittels. In Ergänzung zum WP 147 466 wurde nun gefunden, daß sich die Bildung von unerwünschten Tonerdehydratagglomeraten und deren Sedimentation aus der Reaktionssuspension vermeiden läßt, wenn die im Hauptpatent postulierte Reaktionskennzahl mit Hilfe eines Schrägblattrührers, dessen Rührblätter mit einer Neigung von 20–70° zur Horizontalen angeordnet sind, eingestellt wird.

Verfahren zur Herstellung von fluorarmer Fällungskieselsäure aus Hexafluorokieselsäure

Anwendungsgebiet der Erfindung

Fällungskieselsäure ist eine hydratisierte auf synthetischem Wege durch Umsetzung von Hexafluorokieselsäure mit Tonerdehydrat gewonnene Kieselsäure, die als Filterhilfsmittel für die Anschwemmfiltration, insbesondere von Bier, Verwendung findet (DD-PS 54 761).

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es wurde bereits in dem Hauptpatent WP 147 466 vorgeschlagen, zur Herstellung von fluorarmer Fällungskiesel-säure durch Umsetzung von Hexafluorokieselsäure mit einer Konzentration von 10 - 20 % H_2SiF_6 mit Tonerdehydrat bei 75 - 95 °C unter homogen nicht stationären Bedingungen entsprechend der Ausgangskonzentration an Hexafluorokiesel-säure und der Reaktionstemperatur in der Reaktionsmischung eine Turbulenz zu erzeugen, die einer Reaktionskennzahl

$$RKZ = \frac{c}{100} + \exp - \left(\frac{n^{0,25} d^{0,43}}{T} \right)$$

von 0,95 - 1,20 entspricht.

Dabei sind:

c = Konzentration H_2SiF_6 Gew.%

n = Rührerdrehzahl (min^{-1})

d = Rührerdurchmesser (m)

T = Reaktionstemperatur °K.

Unter diesen Bedingungen entsteht bei der Umsetzung von Tonerdehydrat ein praktisch fluorfreies Kieselsäurehydrat, ohne daß die Reaktionssuspension vor der Abtrennung der Kiesel säure einem Abkühlungsprozeß zu unterzogen werden braucht. Die erfolgreiche Durchführung dieses Prozesses erfordert jedoch eine sehr langsame Zugabe des Tonerdehydrates, da sich bei rascher Zugabe des Al(OH)_3 in die Hexafluorokiesel säurelösung Aggregationen bilden, die sich nur schwer in Suspension unter den beanspruchten Rührbedingungen in Suspension halten lassen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, bei der Durchführung des Verfahrens zur Herstellung fluorarmer Fällungskieselsäure aus Hexafluorokiesel säure nach WP 147 466 auch bei rascher Zugabe des Tonerdehydrates die Herstellung einer stabilen Reaktionssuspension zu ermöglichen. Eine derartige rasche Zugabe ist für die Erzielung einer optimalen Raum-Zeit-Ausbeute notwendig.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Ergänzend zum Hauptpatent WP 147 466 wurde nun gefunden, daß durch die Anwendung eines Schrägblattrührers, dessen Blätter in einem Winkel von 20 - 70° zur Horizontalen geneigt sind, auch eine rasche Zugabe des Tonerdehydrates in die Hexafluorokiesel säurecharge ermöglicht wird, ohne daß es zu unerwünschter Ausbildung von Feststoffaggregaten kommt, die sich durch Sedimentieren auf den Boden des Reaktionsgefäßes der Umsetzung weitgehend entziehen.

- 3 - 229388 1

Durch die erfindungsgemäße Anwendung eines Schrägblattrührers mit einer Neigung der Rührblätter von 20 - 70° kommt es zu einer zusätzlichen Ausbildung einer Vertikalströmung, die das unerwünschte Agglomerieren und Sedimentieren von Tonerdehydratpartikeln weitgehend verhindert.

- 4 - 229388 1

Ausführungsbeispiel

1000 Gew.-Teile einer 14,4 %igen Hexafluorokieselsäurelösung werden in einem Rührreaktor von 1,2 m auf 70 °C erwärmt und anschließend werden 145 Gew.-Teile eines 98 % Al(OH)_3 enthaltenen Tonerdehydrates innerhalb von 2 min eingetragen und die Suspension unter Verwendung eines Schrägblattrührers, dessen Rührblätter in einem Winkel von 45° zur Horizontalen angeordnet sind, mit einer Rührerdrehzahl von $n = 30 \text{ min}^{-1}$ bei einem Rührerdurchmesser von 1 m gerührt, wobei die Temperatur bis auf 90 °C ansteigt.

Unter diesen Bedingungen stellte sich eine Reaktionskennzahl von 1,14 ein. Nach Beendigung der Reaktion (ca. 15 min nach Beendigung des Eintrages des Tonerdehydrates) wird die ausgeschiedene Kieselsäure abfiltriert und mit warmem Wasser gewaschen, wobei die anhaftende AlF_3 -Lösung entfernt wird. Das gewaschene und bei ca. 100 °C getrocknete Kieselsäurehydrat besitzt ein Schüttgewicht von 250 g/l und eine Wet-Density von 380 g/l. Der F-Gehalt liegt bei 0,25 %.

229388-1

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung fluorarmer Fällungskieselsäure aus Hexafluorokieselsäure durch Umsetzung von Hexafluorokieselsäure mit einer 10 - 20 %igen H_2SiF_6 mit Tonerdehydrat bei 75 - 95 °C unter homogen nicht stationären Bedingungen nach Hauptpatent WP 147 466, dadurch gekennzeichnet, daß zur Aufrechterhaltung der notwendigen Turbulenz in der Reaktionssuspension ein Schrägblattrührer, dessen Rührblätter im Winkel von 20 - 70° zur Horizontalen angeordnet sind, verwendet wird.