

URZĄD PATENTOWY



C 04 7/20

12m 7/20
duż

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

12m 7/20

Nr 23271.

Kl. 12 m, 5.

Lucien Fréling
(Heerlen, Niderlandy)
i Jules Dorren
(Heerlen, Niderlandy).

Sposób otrzymywania tlenku glinu z produktów odpadkowych zawierających glin.

Zgłoszono 3 grudnia 1934 r.

Udzielono 22 maja 1936 r.

Wszystkie dotychczas stosowane sposoby otrzymywania tlenku glinowego ograniczały się do używania jako materiału wyjściowego bauksytów, zawierających możliwie dużą ilość tlenku glinowego i małą procentową zawartość bezwodnika kwasu krzemowego. Surowce, zawierające mniej niż 40% tlenku glinowego i 30% lub więcej bezwodnika kwasu krzemowego, nie mogły być dotychczas przerabiane wskutek małej wydajności dotychczas znanych sposobów.

Ponieważ pokłady bauksytu o dużej zawartości tlenku glinowego są już w Europie prawie wyczerpane, do przeróbki należy więc używać surowca o małej zawartości tlenku glinowego, co z kolei wymaga zastosowania specjalnego sposobu przeróbki. Jako produkty wyjściowe służą

zwłaszcza produkty odpadkowe z kopalni węgla kamiennego, oczyszczalni rudy i podobnych zakładów, np. opłóczyny z płóczek węgla kamiennego; gruby lub miążki węgiel średni; namuł, bogaty w popiół; żużel kotłowy; popiół i t. d.

Analiza popiołu z opłóczyn i żużla wykazała średnio skład następujący:

SiO_2 (krzemionki)	około 50,-%
TiO_2 (bezwodnika kwasu tytanowego)	0,7 „
Al_2O_3 (tlenku glinu)	33,- „
Fe_2O_3 (tlenku żelaza)	7 - „
CaO (tlenku wapnia)	3,- „
MgO (tlenku magnezu)	1,7 „
substancyj zasadowych	3,6 „
związków siarkowych	1,- „
	100,-%

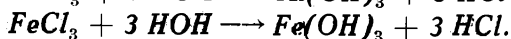
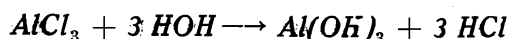
Z tej analizy wynika, że $\frac{1}{3}$ popiołu jest utworzona z tlenku glinu, co w zupełności wystarcza, aby sposób obróbki według wynalazku był dostatecznie opłacalny.

Sposób wykonania jest następujący.

Drobno rozdrobnione surowce, np. mieszaninę opłocznin i namułu, bogatego w popiół, z opłocznin węglą kamiennego lub z żużla kotłowego, wprowadza się do specjalnych kotłów pod ciśnieniem i wylugowuje kwasem solnym w temperaturze około 160° — 225° i pod ciśnieniem 6 — 30 atm, uzależnionem właściwościami surowca, np. w ciągu około 4 godzin, przy czym jest rzeczą pożądaną, aby materiał był dokładnie i ciągle mieszany. Po tej przeróbce powstaje nierozpuszczalna krzemionka i pył węglowy oraz rozpuszczone chlorki glinu, żelaza, wapnia, magnezu i potasowców.

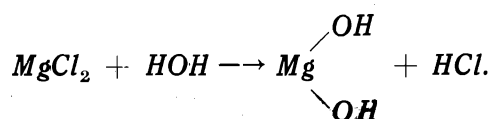
Mieszaninę oziębia się, rozcieńcza wodą i sączy.

Roztwór, zawierający chlorki glinu, żelaza, wapnia, magnezu i potasowców, zagęszcza się ostrożnie, aby strata kwasu solnego była jak najmniejsza, przy czym wytrącają się $AlCl_3$ i $FeCl_3$ częściowo w postaci $Al(OH)_3$ i $Fe(OH)_3$ oraz wydzielają się chlorowodór według wzorów:



Związki te przy dalszym ogrzewaniu przechodzą w tlenki. Przy tej obróbce wszyst-

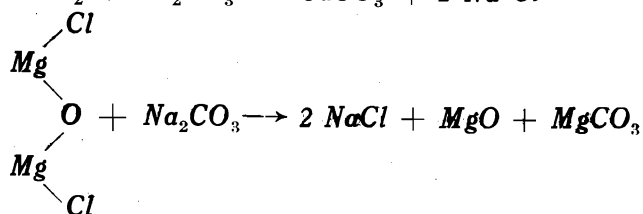
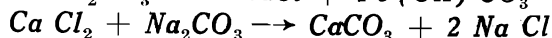
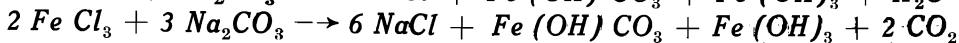
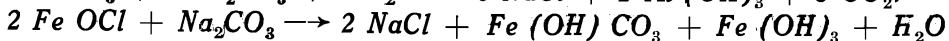
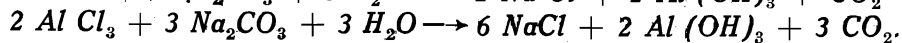
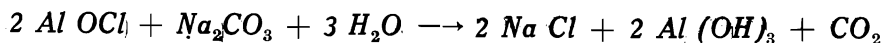
kie chlorki potasowców i chlorek wapnia pozostają niezmiennione, chlorek magnezu natomiast rozpoczyna się rozkładać mniej więcej w temperaturze $106^{\circ}C$. Połowa jego zawartości chloru odszczepia się w wysokich temperaturach w postaci kwasu solnego według wzoru:



Kwas solny, związany z żelazem i glinem, poza małymi stratami zostaje używany zpowrotem, praktycznie biorąc, mniej więcej w ilości 95%. Reszta tego kwasu, jak również kwas solny, związany z wapniem, magnezem i potasowcami, musi być wydzielony w inny sposób, aby znowu został wprowadzony do procesu roboczego.

Jak wynika z powyższego, zagęszczenie roztworu prowadzi się do końca aż do całkowitego wysuszenia pozostałości, poczem ogrzewa się ją w temperaturze 200 — $250^{\circ}C$, w celu wydzielania kwasu solnego, który chwyta się do dalszego użycia. Do ostudzonego osadu po przemyciu wodą dodaje się odpowiedniego roztworu sody aż do odczynu słabo zasadowego i całą mieszaninę ogrzewa się w kotle w ciągu około 20 minut.

Wówczas zachodzą reakcje następujące:



Po ostudzeniu otrzymuje się nierozpuszczalne związki oraz roztwór NaCl .

Przez gotowanie z roztworem sody przeprowadza się ewentualnie obecne rozpuszczone węglany zasadowe w węglany nierozpuszczalne. Następnie sący się i otrzymany osad przemywa, aby go całkowicie uwolnić od NaCl .

Przesącz, zawierający mieszaninę NaCl i Na_2CO_3 , zagęszcza się przez odparowanie, w razie potrzeby zobojętnia HCl , poczem używa się go jako materiału wyjściowego do wytwarzania kwasu solnego przez elektrolizę.

W tym celu jako produkt wyjściowy można również stosować sól kuchenną, przyczem jednocześnie otrzymuje się NaOH , jako cenny produkt roboczy.

Sposób niniejszy nie ulega zmianie, jeżeli zamiast węglanu sodowego używa się węglanu potasowego, węglanu amonowego, a nawet rozpuszczalnych fosforanów.

Związki nierozpuszczalne poddaje się działaniu stężonego roztworu NaOH , przyczem związki glinu przechodzą do roztworu, poczem oddziela się je od związków nierozpuszczalnych przez sączenie. Powstały osad przemywa się najpierw rozcieńczonym roztworem NaOH , a następnie czystą wodą. Otrzymuje się roztwór związku glinowego, z którego $\text{Al}(\text{OH})_3$ można wykrystalizować, np. według sposobu Bayer'a. $\text{Al}(\text{OH})_3$ przez ogrzewanie przeprowadza się w Al_2O_3 .

W celu otrzymania materiału wyjściowego, odpowiedniego pod względem gospodarczym, przy zastosowaniu sposobu niniejszego do materiału, otrzymywanego z kopalń węgla, postępuje się w sposób następujący.

Wytwarza się mieszaninę z węgla średniego, opłóczyn węglowych i namułu, które to materiały są praktycznie bez wartości albo małowartościowe. Produkt ten, który może zawierać 30 do 40% popiołu, spala się w kotłach, dzięki czemu z jednej strony uzyskuje się energję, potrzebną do wykonywania sposobu, a z drugiej strony otrzymuje się żużel, z którego uzyskuje się Al_2O_3 w sposób opisany powyżej.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania tlenku glinu z produktów odpadkowych, zawierających glin, zwłaszcza z opłóczyn węglowych, mułu węglowego, żużla kotłowego, jak również z bauksytów wszelkiego rodzaju, bogatych w krzemionkę, i wogóle wszystkich materiałów, zawierających glin, przez ługowanie zapomocą kwasu solnego w wysokich temperaturach i pod dużem ciśnieniem, znamienny tem, że materiał, zawierający związki glinowe, uwolniony w dostatecznym stopniu od związanego kwasu solnego, poddaje się działaniu roztworu węglanu sodowego, węglanu potasowego albo rozpuszczalnych w wodzie fosforanów w wysokich temperaturach dopóty, aż utworzą się związki rozpuszczalne i nierozpuszczalne, poczem związki nierozpuszczalne przerabia się dalej w znany sposób, działając na nie mocnym ługiem sodowym w celu wytworzenia tlenku glinowego.

Lucien Fréling.

Jules Dorren.

Zastępca: Inż. M. Brokman,
rzecznik patentowy.