



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

207377

(11)

(B2)

(22) Přihlášeno 13 01 77
(21) (PV 202-77)
(32)(31)(33) Právo přednosti
od 20 01 76 (76 02061)
Francie

(51) Int. Cl.³
C 01 F 7/26//
C 22 B 21/00

(40) Zveřejněno 15 09 80

(45) Vydáno 15 07 83

(72) Autor vynálezu

COHEN JOSEPH, CARDANNE, MAUREL PIERRE a ADJEMIAN ALAIN,
AIX en Provence (FRANCIE)

(73) Majitel patentu

ALUMINIUM PECHINEY, LYON (FRANCIE)

(54) Způsob zpracování hliníto-křemičitých materiálů

1

Vynález se týká způsobu výroby hutnický čistého hliníku, tj. hliníku obsahujícího méně než 0,03 % hmot. kysličníku železitého Fe_2O_3 , méně než 0,5 % hmot. kysličníku sodného Na_2O nebo draselného K_2O , méně než 0,003 % hmot. titanu Ti , a to zpracováním hliníto-křemičitého materiálu obsahujícího titan, železo a méně než 0,1 % hmot. kysličníku draselného K_2O látkami obsahujícími síru.

Bylo již dávno navrženo, aby se sírou působilo na hliníkový materiál za účelem extrahování hliníku. Zde lze například poukázat na francouzský pat. spis č. 574 983, ve kterém je navrženo působit na rudu kyselinou sírovou, zpracovat výsledný roztok kyselinou chlorovodíkovou a rozložit teplem takto vytvořený chlorid hliníty se šesti molekulami vody. Avšak v tomto spisu nejsou udány žádné prostředky použitelné pro odstranění nečistot, které doprovázejí hliník v rudě a které jsou velmi rozličné od jedné rudy ke druhé.

V pozdější literatuře, například ve francouzském patentním spise č. 1 558 347 bylo přihlašovatelem navrženo užít cyklických postupů a v každém z nich jsou popsány některé prostředky pro odstranění určitých nečistot. Ve shora uvedených francouzských pat. spisech se železo a draslík odstraní z největší části v podobě podvojného síranu železito-draselného $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$; největší část titanu zůstane nerozpustnou a nachází se v nerozpustném zbytku po zpracování.

Kapalina zbývající po zpracování obsahuje jen nepatrnou část výchozího titanu a výchozího trojmocného železa; obsahuje také dvojmocné železo, jestliže existovalo v nerostu, když byl vystaven zpracování. Takto popsané postupy nedovolují snadné oddělení titanu, když minerál obsahuje málo draslíku a když obsahuje vysoký podíl titanu ve srovnání se železem.

Způsob podle vynálezu se hodí pro zpracování hlinito-křemičitých materiálů, přírodních nebo zbytkových, obsahujících železo a titan a prakticky zbavených draslíku; mezi těmito materiály lze uvést určité křemenné bauxity a kaolinové hlínky, přičemž tyto hlínky se vyznačují přítomností kaolinitu jako hlavní složky, velmi nepatrnými obsahy sloučenin alkalických kovů, sodíku a draslíku, jakož i přítomností značných množství titanu a zcela rozličných množství sloučenin železa.

Takové rudy neobsahují potřebná množství draslíku, aby bylo možno odstranit železo cestou popsanou ve shora uvedeném francouzském pat. spise č. 1 558 347; zavedení síranu draselného, které by dovolilo takové odstranění železa, nevedlo by ke snadnému odstranění sloučenin obsahujících titan a rozpustěných při zpracování.

Přihlašovatel zjistil některé skutečnosti, z nichž celá řada jsou skutečnosti neočekávané.

Bylo především s překvapením zjištěno, že zpracování shora uvedených výchozích surovin látkou obsahující síru může vést za určitých podmínek ke koncentrovaným roztokům rozpustného síranu hlinitého, přičemž koncentrace může dosáhnout přibližně 150 g/l obsaženého kyslíčnicku hlinitého Al_2O_3 , což odpovídá hmot. koncentraci 10 až 12 % Al_2O_3 .

Bylo také zjištěno, že jednou z podmínek potřebných k dosažení těchto vysokých koncentrací je použití vysokého poměru mezi množstvím rudy a množstvím užitého roztoku obsahujícího síru, jakož i dosažení poměrně malého obsahu volné kyseliny sírové v roztoku zbývajícím po zpracování.

Bylo také zjištěno, že síran amonný je činidlo, jehož přísada ke zpracovávacím roztokům umožňuje za určitých podmínek vysrážení železa a titanu a jejich pozdější zpětné získání a snadné uvádění zpět do oběhu iontů SO_4^{2-} a NH_4^+ , na které tyto kovy byly vázány pro jejich vysrážení až k okamžiku jejich zpětného získání.

Množství síranu amonného, který se musí zavést do zpracovávacího roztoku, musí být v relaci s množstvím železa a titanu uvedenými do rozpustného stavu při zpracování rudy; pokud jde o železo, třeba počítat nejen se železem uvedeným do rozpustného stavu jako trojmocné, nýbrž také se sloučeninami dvojmocného železa, které se přemění na velmi rozpustné sloučeniny železité před oddělením síranu hlinitého.

Bylo také zjištěno, že pro dosažení postačujícího odstranění železa a titanu je zapotřebí, aby zpracovávací roztok obsahoval přebytek síranu amonného vzhledem ke stechiometrickým množstvím, odpovídajícím vytvoření podvojného síranu typu $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ a sloučeniny titanu obsahující 1 mol $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ na 1 mol TiO_2 .

Podstata způsobu podle vynálezu spočívá v těchto krocích:

- hrubý a vlhký materiál obsahující křemík a hliník, jakož i železo a titan a prakticky zbavený draslíku se zavede do vodného roztoku, obsahujícího 49 až 59 % hmot. volné kyseliny sírové, 6 až 8 % hmot. síranu amonného a zbytková množství síranu hlinitého a síranu různých kovů, tvořících nečistoty zpracovávaného materiálu, a tím se vytvoří suspenze jemných částic tohoto materiálu v uvedeném roztoku;
- získaná suspenze se zahřívá na teplotě mezi 125 a 135 °C po dobu 1 až 5 hodin;
- odstraní se zbytek zpracování napuštěný matečným louhem a kapalina;
- zbytek zpracování se zpracovává, aby se z něho vytlačil matečný louh za pomoci omezeného množství roztoku s obsahem síry, uvedeného zpět do oběhu a majícího malý obsah hliníku; potom se tento zbytek promývá vodou a dostane se jednak pevný koláč a jednak roztok, který se dále zpracuje za účelem extrahování hodnotnějších složek;
- kapalina zbývajících po zpracování se koncentruje a ochlazuje, aby se z ní vysrážel hydrogensíran hlinitý o vzorci: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 11 \text{ až } 12 \text{H}_2\text{O}$;

- tento síran se uvede do styku s koncentrovaným roztokem kyseliny chlorovodíkové, aby se dostala suspenze nebo roztok s velkou koncentrací hliníku;
- tato směs se zpracuje proudem plynného chlorovodíku, a tak se vysráží chlorid hlinitý se 6 molekulami vody $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$;
- tento chlorid se rozloží teplem a odcházející plynné látky se uvedou zpět do oběhu;
- část matečného louhu z krystalizace vysráženého síranu se použije pro vytlačení matečného louhu ze zbytku zpracování;
- druhá část matečného louhu z krystalizace síranu se připojí k promývací kapalině zbytku s obsahem křemíku;
- z této nové kapaliny se vysráží alespoň ta část sloučenin železa a titanu, která byla při zpracování uvedena do rozpustného stavu, sraženina se zpracovává teplem, aby se oddělilo železo a titan od amoniaku a kyseliny sírové obsažených v těchto sloučeninách;
- roztok s obsahem síry získaný po vysrážení a oddělení sloučenin železa a titanu se uvede zpět do oběhu ke zpracování;
- kyselina sírová a amoniak pocházející z rozkladu sloučenin železa a titanu se uvedou zpět do oběhu.

Způsob podle vynálezu je, jak patrně, cyklický postup, při kterém se kromě čistého hliníku izoluje směs kysličníku železa a titanu a při kterém je spotřeba reagujících látek, tj. kyseliny sírové, amoniaku nebo síranu amonného a kyseliny chlorovodíkové, mimořádně nepatrná, jelikož tyto reagující látky se zavádějí zpět do oběhu. Hlavní ztráty kyseliny sírové pocházejí od různých síranů, unášených se zbytkem s obsahem křemíku a z mechanických ztrát výroby. Výtěžky extrakce hliníku, resp. železa, dosahují 96, resp. 95 % hliníku, resp. železa, obsažených ve výchozích rudách. Výtěžek titanu může být libovolně regulován podle žádaného zpětného získání, přičemž zbytek titanu zůstává při zpracování nerozpustným; titan uvedený do roztoku při zpracování může být extrahován až do 95 %.

Roztok použitý pro zpracování je takto tvořen roztoky uvedenými zpět do oběhu, které obsahují kromě svých hlavních složek, tj. kyseliny sírové a síranu amonného, různé sírany kovů v mezích rozpustnosti každého z nich v kyselých roztocích cyklu. Roztoky uvedené zpět do oběhu se doplní co do kyseliny sírové H_2SO_4 a/nebo síranu amonného $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, aby se vykompenzovaly ztráty kyseliny sírové vázané na jiné kovy, například na vápník přítomný v rudě, jakož i ztráty, které jsou při průmyslovém postupu nevyhnutelné.

Na rozdíl od dosud známých postupů lze způsobem podle vynálezu při zpracování jakýchkoliv surových břidlic nebo hlinek koncentrovanými roztoky obsahujícími síru obdržet při normálním tlaku a při teplotě nepřevyšující 140 °C roztoky, které obsahují značná množství kysličníku hlinitého Al_2O_3 až 12 % hmotnosti.

U oddělení se na zbytek zpracování působí za účelem vytlačení matečného louhu, který má stejné složení jako kapalina, která byla od něho oddělena. Za tím účelem se užije část roztoku s obsahem síry, odděleného po odstranění největší části síranu hlinitého, jak bude popsáno níže. Množství tohoto použitého roztoku je poněkud větší než obsah odstraňovaného matečného louhu. Tak se dostane zbytek napuštěný roztokem s obsahem síry, obsahující železo a titan a ochuzený co do hliníku. Tento zbytek se promývá vodou a obdrží se jednak sterilní hmota složená především z křemenných zplodin a jednak rozředěný roztok s obsahem síry, obsahující sírany železa, titanu a hliníku.

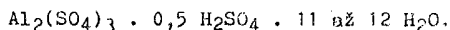
Kapalina pocházející ze zpracování a ke které byl přimísen matečný louh, kterým byl napuštěn zbytek ze zpracování, se obvykle při teplotě řádově 100 až 120 °C vystaví odpařování ve vakuu, potom ochlazení na teplotu pod 80 °C. Takto se obdrží sraženina hydrogensíranu hlinitého o vzorci $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 11 \text{ až } 12 \text{H}_2\text{O}$, snadno oddělitelná od jejího matečného louhu a roztok s obsahem síry, který kromě podílu hydrogensíranu hlinitého obsahuje největší část síranů železa, titanu a amonia, obsažených v kapalině po zpracování. Sraženina hydrogensíranu hlinitého se uvede do roztoku nebo do suspenze v roztoku kyseliny chlorovodíkové, který se nasytí co do HCl zaváděním plynného chlorovodíku HCl .

Chlorid hlinitý takto získaný a promytý kyselinou chlorovodíkovou HCl je velmi čistý a jeho čistota je ekvivalentní takové čistotě, které se docílí dřívějšími technikami, které obsahují alespoň dvě krystalizace chloridu. Chlorid se praží, jak bylo popsáno ve francouzském pat. spisu č. 1 558 347. Matečný louh z vysrážení chloridu hlinitého se případně zpracovávají, aby z nich byl odstraněn sodík a dostane se roztok kyseliny chlorosulfonové, ze kterého se oddělí kyselina chlorovodíková. Nakonec se obdrží roztok s obsahem síry, který se zpětným oběhem vrátí do zpracování.

Matečný louh z krystalizace hydrogensíranu, obsahující největší část síranů železa a titanu rozpuštěných při zpracování, se z části použije pro vytlačení matečného louhu, kterým je napuštěn zbytek zpracování; ostatek se přimísí k promývacím vodám tohoto zbytku. Tato nová kapalina se zpracovává za účelem extrahování železa, titanu a jiných menších nečistot v podobě komplexní sraženiny, obsahující podvojně sírany železa a amonia, titanyl a amonium. Zbývající roztok z tohoto zpracování se spojí s roztokem s obsahem síry, který pochází z oddělení kyseliny chlorovodíkové; celkové množství těchto roztoků se uvádí v oběhu zpět do zpracování. Sraženina obsahující podvojně sírany železa a amonia, jakož i titanu a amonia, se praží, aby se z něho extrahoval kysličník železitý, kysličník titaničitý a plynné sloučeniny - kysličníky síry a amoniak, které se zavádějí zpět do oběhu v podobě kyseliny sírové a síranu amonného.

Způsob podle vynálezu bude nyní blíže popsán v souvislosti se schématem znázorněným na výkresu.

Ruda a roztoky uvedené zpět do oběhu se zavedou do zpracovávací nádržky A. Získaná kaše se v bloku B rozdělí na koláč S_1 a na kapalinu L_1 . Matečný louh koláče S_1 se vytlačí v bloku C za pomoci roztoku L_4 , jehož vytvoření bude vysvětleno níže. Takto extrahovaný matečný louh L_2 se spojí s roztokem L_1 . Vyplyvající koláč S_2 se promývá vodou v bloku D, což dá roztok L_3 a zbytek S_3 , v podstatě křemenný, který se odstraní. Celek roztoků L_1 a L_2 se koncentruje v bloku E, pak se ochladí, aby v bloku F vykrytalizoval síran hlinitý o vzorci



V bloku G se oddělí takto vytvořené krystaly S_4 a roztok L_4 obsahující železo, titan uvedený do roztoku a síran amonný. Části tohoto roztoku L_4 se použije, jak již bylo řečeno, aby v bloku C se vytlačil matečný louh, který impregnoval koláč S_1 ; druhá část se spojí s roztokem L_3 , aby z něho bylo extrahováno železo a titan. Sraženina S_4 se v bloku H promývá roztokem s obsahem síry, uvedeným zpět do oběhu. Kapalina L_5 , která byla získána, se vede ve zpětném oběhu ke zpracování. Takto promytá sraženina S_5 se v bloku I rozpustí nebo uvede do suspenze v koncentrovaném roztoku kyseliny chlorovodíkové HCl; tento roztok (nebo tato suspenze) se udržuje nasycenou co do HCl v bloku J vstřikováním plynného chlorovodíku. Tak se obdrží krystaly S_6 chloridu hlinitého $AlCl_3 \cdot 6 H_2O$, který se promývá a v bloku K se praží pro získání žádaného hliníku a vlhkého chlorovodíku, který v bloku L kondenzuje, absorbuje se a uvádí do zpětného oběhu v podobě koncentrovaného roztoku kyseliny chlorovodíkové. Kapalina L_6 oddělená od krystalů S_6 je roztok kyseliny chlorosulfonové, obsahující hliník a případně sodík. Sodík, je-li přítomen, se extrahuje v bloku N například tak, jak je udáno ve francouzském pat. spisu 1 558 347. Získaný roztok L_7 se zpracuje pro odstranění plynného chlorovodíku HCl, který se uvádí do zpětného oběhu - do bloku J.

Výsledného roztoku L_8 s obsahem síry se z části použije pro promývání sraženiny S_4 v bloku H. Zbytek se spojí s kapalinou L_5 a pak po koncentraci s kapalinou L_9 , pocházející z oddělení sraženiny železa a titanu, a pak se vede zpět ke zpracování. Kapalinu L_3 a L_4 se koncentrují v bloku R a zpracovávají se, aby z nich v bloku P bylo odstraněno železo a titan v podobě sraženiny S_9 komplexních síranů železa a amonia a titanu. Sraženina S_9 se v bloku Q oddělí od roztoku L_9 s obsahem síry, který se vede do zpětného oběhu, jak již bylo řečeno. Sraženina S_9 se rozloží teplem, což umožní oddělit kysličník železitý a kysličník titaničitý v pevném stavu a plynné zplodiny - kysličník siřičitý SO_2 , sírový SO_3 a

amoniak NH_3 , které po přeměně na kyselinu sírovou a síran amonný se vedou zpět do oběhu. Předmět vynálezu bude dále objasněn popisem příkladného provedení, v němž všechna uváděná % znamenají koncentraci hmotnostní.

P ř í k l a d

Způsobem podle vynálezu byl například zpracován kaolin následujícího složení v suchém stavu:

kysličník hlinitý	Al_2O_3	36,7 %
kysličník křemičitý	SiO_2	44,9 %
kysličník železitý	Fe_2O_3	0,94 %
kysličník titaničitý	TiO_2	1,83 %
kysličník draselný	K_2O	0,02 %
kysličník sodný	Na_2O	0,06 %
kysličník vápenatý	CaO	0,56 %
různé		1,09 %
ztráty pražením		13,9 %

3 675 kg této nevysušené rudy (s 20 % vlhkosti) bylo rozmělněno přibližně v 10 000 kg roztoku, který obsahoval:

53,4 %	volné kyseliny sírové
7,0 %	síranu amonného
5,0 %	různých síranů kovů.

Po obdržení této suspenze bylo přidáno 5 556 kg téhož roztoku a všechno bylo po dobu tří hodin zahříváno v bloku A na 130 °C. Výsledná kaše byla podrobena separaci pevné látky a kapaliny, za kterýmžto účelem bylo použito filtrace. Koláč $\underline{S}_1$ byl promyt v bloku C 4 425 kilogramu roztoku s obsahem síry, uvedeného do zpětného oběhu a obsahujícího 46,6 % volné kyseliny sírové a 1,1 % kysličníku hlinitého Al_2O_3 . Takto promytý koláč již obsahoval pouze velmi málo hliníku; byl podroben v bloku D druhému promývání vodou.

Zbytek $\underline{S}_3$, který obsahoval, vyjádřeno v sušině:

kysličník křemičitý	SiO_2	1 317 kg
kysličník hlinitý	Al_2O_3	51 kg
kysličník železitý	Fe_2O_3	1,5 kg
různé		252 kg
byl odstraněn.		

Matečný louh $\underline{L}_2$, jehož složení odpovídalo složení kapaliny pocházející ze zpracování, byl k této kapalině připojen.

Promývací vody $\underline{L}_3$ o celkové hmotnosti 4 450 kg a o následujícím složení:

kysličník hlinitý	Al_2O_3	0,75 %
kysličník železitý	Fe_2O_3	0,27 %
kysličník titaničitý	TiO_2	0,32 %
síran amonný	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	7,06 %
kyselina sírová	H_2SO_4 celkem	39,2 %
kyselina sírová	H_2SO_4 volná	30,9 %

byl zpracován, aby z něho bylo extrahováno množství železa a titanu odpovídající množstvím zavedeným při zpracování.

Kapaliny L_1 a L_2 , vážící 19 040 kg a obsahující následující složky:

kysličník hlinitý	Al_2O_3	1 211 kg
kysličník železitý	Fe_2O_3	55 kg
kysličník titaničitý	TiO_2	62 kg
amoniak	NH_3	320 kg
kyselinu sírovou	H_2SO_4 volnou	5 950 kg

byly zkoncentrovány v bloku E , například uvedením pod vakuum až do koncentrace volné kyseliny sírové 33 % a pak ochlazený v bloku F na teplotu mezi 80 až 40 °C.

Takto byl vysrážen hydrogen síran hlinitý S_4 o vzorci $Al_2(SO_4)_3 \cdot 0,5 H_2SO_4 \cdot 11,5 H_2O$, který byl oddělen v bloku G od svého matečného louhu. Promytím síranu S_4 v bloku H roztokem s obsahem síry, zavedeným zpět do oběhu, se obdrželo 8 680 kg sraženiny S_5 tohoto kyselého síranu hlinitého, který obsahoval pouze

9 kg	kysličníku železitého Fe_2O_3
7 kg	kysličníku titaničitého TiO_2
méně než 1 kg	síranu sodného Na_2SO_4

Tato sraženina S_5 byla oddělena od svého matečného louhu L_5 a v bloku I rozpuštěna nebo uvedena do suspenze v koncentrovaném roztoku kyseliny chlorovodíkové.

Suspenze nebo roztok takto získaný byl v bloku J při 52 °C nasycen 1 640 kg plynného chlorovodíku HCl . Tak byla vykrystalizována sraženina S_6 chloridu hlinitého se 6 molekulami vody o vzorci $AlCl_3 \cdot 6 H_2O$, který byl oddělen od kapaliny L_6 o složení:

kysličník hlinitý	Al_2O_3	0,5 %
kysličník železitý	Fe_2O_3	0,07 %
kysličník titaničitý	TiO_2	0,05 %
amoniak	NH_3	0,05 %
kyselina sírová	H_2SO_4 celkem	38,2 %
kyselina chlorovodíková	HCl	13,7 %
a vážící 12 580 kg.		

Zpracovávaná ruda obsahovala dosti nízké množství sodíku, takže nebylo třeba zpracovávat kapalinu L_6 za účelem odstranění sodíku z této kapaliny.

Filtrát L_6 byl zahříván za účelem regenerace plynného chlorovodíku HCl , který se vede do zpětného oběhu směrem k bloku J . Množství suchého plynného chlorovodíku HCl , takto uvedeného zpět do oběhu, bylo 1 640 kg. Do kapaliny L_6 byly v tomto místě oběhu zavedeny takové podíly kyseliny sírové H_2SO_4 a chlorovodíkové HCl , uvedené zpět do oběhu, které byly zapotřebí pro kompenzaci ztrát.

Kapalina L_8 , téměř úplně zbavená kyseliny chlorovodíkové HCl , měla hmotnost 11 230 kg a složení:

kysličník hlinitý	Al_2O_3	0,6 %
kysličník železitý	Fe_2O_3	0,08 %
kysličník titaničitý	TiO_2	0,06 %
amoniak	NH_3	0,06 %
kyselina sírová	H_2SO_4 celkem	44,9 %
kyselina sírová	H_2SO_4 volná	42,1 %
kyselina chlorovodíková	HCl	0,9 %

Tato kapalina byla rozdělena na dvě části; jedna z těchto částí, přibližně 4 640 kg, sloužila k promývání sraženiny $\underline{S}_4$, druhá část byla přimísena ke kapalině $\underline{L}_5$, vyplývající z tohoto promývání. Celek těchto dvou kapalin byl veden k odpařováků $\underline{K}$, který uvedl jejich koncentraci co do volné H_2SO_4 na koncentraci kapaliny zavádění do zpracovávací nádržky $\underline{A}$. Tato koncentrovaná kapalina vážila 8 910 kg a měla následující složení:

kysličník hlinitý	Al_2O_3	0,7 %
kysličník železitý	Fe_2O_3	0,19 %
kysličník titaničitý	TiO_2	0,18 %
amoniak	NH_3	0,7 %
kyselina sírová	H_2SO_4 volná	53,0 %
kyselina sírová	H_2SO_4 celkem	58,7 %

Rozředěný roztok kyseliny chlorovodíkové, pocházející z odpaření v bloku $\underline{K}$ sloužil k absorpci vlhkého plynného chlorovodíku, vyplývajícího z pražení sraženiny $\underline{S}_6$. V průběhu této absorpce se obdržel roztok kyseliny chlorovodíkové o 32 % HCl , který se uvedl do zpětného oběhu do bloku $\underline{I}$ pro rozpuštění sraženiny $\underline{S}_5$ nebo pro jeho uvedení do suspenze. Předtím ho bylo užito pro promývání sraženiny $\underline{S}_6$. Takto promytá tuhá látka, čili koláč, vážila 5 075 kg a byla tvořena 4 783 kg chloridu hlinitého o vzorci $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$, napuštěného 292 kg promývací kapaliny. Pražením v bloku $\underline{L}$ poskytla sraženina $\underline{S}_6$ 1 000 kg kysličníku hlinitého Al_2O_3 se zřetelem na mechanické ztráty v průběhu pražení.

Část kapaliny $\underline{L}_4$ a kapaliny $\underline{L}_3$, vyplývající z promývání sraženiny $\underline{S}_2$ vodou, byly zpracovány za účelem odstranění nečistot rozpuštěných v různých bodech cyklu a obsažených v těchto kapalinách $\underline{L}_3$ a $\underline{L}_4$, zejména kysličník železitý Fe_2O_3 , titaničitý TiO_2 a případně hořečnatý MgO , fosforečný P_2O_5 ...

Zpracování těchto kapalin bylo popsáno ve francouzské pat. přihlášce 75 32 026, náležející přihlašovatel. Podle techniky popsané v této přihlášce se smísí 4 970 kg kapaliny $\underline{L}_4$ a 4 450 kg kapaliny $\underline{L}_3$ a ke směsi se přidá 67 kg síranu amonného, uvedeného do zpětného oběhu. Tato směs byla zkoncentrována odpařením 2 450 kg vody v bloku $\underline{R}$, pak byl tento roztok udržován v bloku $\underline{P}$ na teplotě 80 °C po dobu tří hodin a takto byla získána suspenze. V bloku $\underline{Q}$ se oddělila získaná pevná látka $\underline{S}_9$ a její matečný louh $\underline{L}_9$. Kapalina $\underline{L}_9$ o hmotnosti 6 640 kg měla následující složení:

kysličník hlinitý	Al_2O_3	1,17 %
kysličník železitý	Fe_2O_3	0,10 %
kysličník titaničitý	TiO_2	0,37 %
amoniak	NH_3	3,27 %
kyselina sírová	H_2SO_4 volná	53,9 %
kyselina sírová	H_2SO_4 celkem	67,3 %

Pevná látka $\underline{S}_9$ měla hmotnost 494 kg, 100 kg této pevné látky bylo uvedeno zpět do oběhu za účelem doplnění v bloku $\underline{R}$. Zbytek, přibližně 394 kg obsahoval:

kysličník hlinitý	Al_2O_3	12 kg
kysličník železitý	Fe_2O_3	26 kg
kysličník titaničitý	TiO_2	14 kg
amoniak	NH_3	17 kg
kyselinu sírovou	H_2SO_4 celkem	256 kg
vodu	H_2O	23 kg
různé		46 kg (z toho kysličník hořečnatý MgO a fosfor P)

Pevná látka byla pak rozložena teplem. Byly obdrženy jednak pevné složky, vyplývající z tohoto rozkladu, zejména pak kysličníky železa a titanu, které se odstranily a jednak plynné zplodiny, zejména kysličníky síry a amoniak, které byly přeměněny na kyselinu sírovou a síran amonný za účelem zpětného zavedení do oběhu.

Je třeba poznamenat, že množství plynného suchého chlorovodíku HCl, odděleného od kapaliny L_8 , tj. přibližně 1 640 kg, postačovalo k tomu, aby nasýtil v bloku J roztok, ze kterého byl srážen žádaný hydratovaný chlorid hlinitý. Kdyby bylo bývalo třeba nasýtit celkové množství roztoků L_1 a L_2 , aby z nich bylo vysráženo stejné množství chloridu hlinitého, bylo by třeba použít 3 200 kg chlorovodíku HCl. K tomuto množství bylo by bývalo třeba připojit 2 000 kg za účelem získání chloridu a pak hliníku stejné čistoty v důsledku druhé krystalizace chloridu. Takové množství plynného suchého chlorovodíku nebylo by bylo možné získat jinak než v roztoku obdrženého kondenzací a absorpcí plynů, uvolňovaných při pražení chloridu v bloku L a při nákladném zpracování.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob zpracování hlinito-křemičitých materiálů, obsahujících titan a železo a méně než 0,1 % hmot. kysličníku draselného pro získání hutnický čistého hliníku, při kterém se ruda zpracovává sírou, zbytek po zpracování a zpracovávací kapalina se oddělí, a to nejdříve promýváním vytěsněním za spojení vytěsněného matečného louhu a zpracovávací kapaliny a pak promytím sraženiny vodou, přidáním plynného chlorovodíku k roztoku, obsahujícímu rozpustitelný síran hlinitý se získá chlorid hlinitý se 6 molekulami vody a kapalná kyselina chlorsulfonová, která se oddělí, chlorid hlinitý se praží a odpadové látky se uvedou zpět do oběhu, kapalina pocházející z promývání zbytku po zpracování se dále zpracuje, vyznačující se tím, že výchozí hlinito-křemičitý materiál se v jemných částicích zavádí do roztoku, zavedeného zpět do oběhu a obsahujícího 49 až 59 % hmot. volné kyseliny sírové a 6 až 8 % hmot. síranu amonného, jakož i zbytková množství různých síranů, takto získaná suspenze se zahřívá po dobu 1 až 5 hodin na teplotu mezi 125 °C a 135 °C, načež se podrobí oddělení pevných látek od kapaliny za získání kapaliny bohaté na hliník, tato kapalina bohatá na hliník se zkoncentruje a ochladí, pro vykrytalizování hydrogensíranu hlinitého o vzorci $Al_2(SO_4)_3 \cdot 0,5 H_2SO_4 \cdot 11$ až 12 H_2O , tato sraženina se po promytí uvede do styku s koncentrovaným roztokem kyseliny chlorovodíkové za vytvoření roztoku nebo suspenze, ke které se přidá plynný chlorovodík, matečný louh pocházející z krystalizace hydrogensíranu se použije z části pro vytěsnění matečného louhu, kterým je napuštěn zbytek po zpracování a z části se spojí s kapalinou, pocházející z promývání zbytku zpracování vodou, směs kapalin se podrobí odpařování a pak se udržováním na teplotě 80 °C po dobu 2 až 3 hodiny se vyvolá sražení komplexního síranu železa, titanu a amoniaku, který se pak teplem rozloží na pevné složky, které se odstraní a na plynné složky, které se uvedou zpět do oběhu.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se roztok kyseliny chlorsulfonové oddělený od sraženiny chloridu hlinitého zbaví chloridu sodného.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se sraženina hydrogensíranu hlinitého promyje částí roztoku s obsahem síry, získaného odstraněním kyseliny chlorovodíkové z kapalně kyseliny chlorsulfonové, oddělené od chloridu hlinitého.

1 list výkresů

