



POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62201

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 21.X.1967 (P 123 146)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25.II.1971

Kl. 12 m, 7/74

MKP C 01 f, 7/74

UKD

Współtwórcy wynalazku: Zenon Pałka, Eugeniusz Szczepański, Franciszek Lasota

Właściciel patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice (Polska)

Sposób otrzymywania siarczanu glinowego osiemnastowodnego o wysokim stopniu czystości

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania siarczanu glinowego osiemnastowodnego o wysokim stopniu czystości przez krystalizację z środowiska wodnego.

Znane są sposoby wytwarzania siarczanu glinowego o wysokim stopniu czystości przez wielokrotną rekrytalizację tej soli z roztworów wodnych. Pierwsze krystalizacje prowadzi się zazwyczaj z roztworów silnie zakwaszonych kwasem siarkowym, otrzymując z reguły niżej wodne hydraty, które następnie przeprowadza się w normalny hydrat $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$ przez krystalizację z wody.

Znane są również sposoby oczyszczania roztworów siarczanu glinowego od żelaza za pomocą tlenku lub wodorotlenku glinowego otrzymanego metodą Bayer'a lub inną metodą alkaliczną i uwolnionego od substancji rozpuszczalnych w wodzie przez wyługowanie.

Wodorotlenek tego rodzaju w roztworze siarczanu glinowego o wartości pH w granicach 3—4 wykazuje znaczną zdolność absorpcyjną do żelaza i innych metali ciężkich, co wynika ze struktury glinianowej tlenku względnie wodorotlenku glinowego. Przypuszczalnie aktywność ta wynika z chemisorpcji metali ciężkich i żelaza z wytworzeniem odpowiednich poliglinianów. Zawartość żelaza w roztworze spada nawet poniżej granicy wykrywalności bardzo czułą reakcją rodankową. Tlenek względnie wodorotlenek glinowy zachowuje przy tym stosunkowo duże uziarnienie, dzięki czemu

2

osad ten wraz z zaadsorbowanymi zanieczyszczeniami daje się stosunkowo dobrze oddzielać, zwłaszcza przez filtrowanie.

Niedogodnością tego sposobu jest to, że z roztworu siarczanu glinowego, po oczyszczeniu od żelaza, o wartości pH powyżej 3 otrzymuje się trudno krystalizujące produkty, będące mieszaniną obojętnego i zasadowych siarczanów glinowych o zmiennym stopniu uwodnienia.

Siarczan glinu występuje w ponad 50-ciu stałych odmianach krystalicznych. Na tę różnorodność wpływa przebieg hydrolizy, stopień przesylenia krystalizującego roztworu, okluzja, nierównomierne powstawanie zarodków krystalicznych i nierównomierny wzrost kryształów, jak też słabo rozwinięta struktura krystalicznego uwodnionego siarczanu glinowego. Dlatego produkt otrzymany znanym sposobem w celu uzyskania wysokiej czystości wymaga rekrytalizacji ze środowiska kwaśnego i następnie wodnego.

Celem wynalazku jest uniknięcie tej niedogodności przez opracowanie sposobu wytwarzania jednolitej osiemnastowodnej soli siarczanu glinowego.

Według wynalazku roztwór siarczanu glinowego, otrzymany przez działanie kwasem siarkowym na wodorotlenek glinowy, oczyszczony uprzednio od substancji rozpuszczalnych w wodzie i następną krystalizację uwodnionej soli glinowej z kwaśnego roztworu siarczanu glinowego, uwolnionego od wytrąconych zanieczyszczeń w postaci związków żela-

za, zagęszcza się do gęstości = 1,39 — 1,40, oznaczonej w temperaturze 80°C, zakwasza kwasem siarkowym do wartości pH=2—3 i następnie oziębia do temperatury pokojowej, przy czym wykryształizowuje $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$.

Roztwory siarczanu glinowego o gęstości powyżej 1,40 łatwo ulegają przesyleniu, a po ostygnięciu i zapoczątkowaniu krystalizacji krzepną w postaci stałej masy zawierającej kryształy o różnym stopniu uwodnienia. Krystalizacja natomiast z roztworów mniej stężonych o gęstości poniżej 1,39 w ogóle nie zachodzi wskutek dużej lepkości cieczy. W przypadku, gdy roztwór siarczanu glinowego, o gęstości 1,39—1,40, wykazuje pH = 3 krystalizują odmiany zasadowego siarczanu glinowego, co ma duży wpływ na procentową zawartość $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$ i na rozpuszczalność produktu w wodzie; natomiast z roztworu o pH poniżej 2 otrzymuje się produkt o mniejszej niż pożądanej zawartości wody krystalizacyjnej.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się jednorodny osiemnastowodny siarczan glinowy bez zanieczyszczeń zasadowymi siarczanami glinowymi.

Przykład. 54 kg wodorotlenku glinowego odmywa się od substancji rozpuszczalnych w wodzie przez 10-krotne zmieszanie z 180 l wody odmineralizowanej, oddzielając każdorazowo wodorotlenek glinowy przez wirowanie. Tak oczyszczony wodorotlenek glinowy rozpuszcza się w 56,5 kg kwasu siarkowego 96%-owego i utrzymuje w temperaturze wrzenia przez 2 godziny. Otrzymany roztwór wykazuje pH = 4.

W tych warunkach żelazo trójwartościowe przechodzi w nierozpuszczalny wodorotlenek żelazowy, który z nieznacznym nadmiarem nierozpuszczalnego $\text{Al}(\text{OH})_3$ odfiltrowuje się przez prasę filtracyjną.

Klarowny roztwór filtracyjny po stwierdzeniu zaniku w nim reakcji na żelazo, próbą rodankową, zagęszcza się przez odparowanie aż do uzyskania pH = 1,39, filtruje ponownie i zakwasza kwasem siarkowym do pH = 2.

Po oziębieniu roztworu do temperatury 20°C odziera się kryształy przez odwirowanie i suszy w temperaturze pokojowej. Otrzymuje się 45 kg siarczanu glinowego, który wykazuje około 99% $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$, mniej niż 0,02% substancji nierozpuszczalnych w wodzie zakwaszonej kwasem siarkowym, mniej niż 0,002% chlorków, mniej niż 0,005% soli amonowych, mniej niż 0,001% metali ciężkich grupy siarkowodorowej, mniej niż 0,003% żelaza, mniej niż 0,2% metali alkalicznych i ziem alkalicznych oraz nie wykazuje wolnego kwasu. Otrzymane ługi macierzyste bada się na zawartość metali alkalicznych i w przypadku zawartości mniejszej niż 1% dołącza się je do następnych szarż produkcyjnych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania siarczanu glinowego osiemnastowodnego o wysokim stopniu czystości, przez działanie kwasem siarkowym na wodorotlenek glinowy oczyszczony uprzednio od substancji rozpuszczalnych w wodzie i następną krystalizację uwodnionej soli glinowej z kwaśnego roztworu siarczanu glinowego, uwolnionego od wytrąconych zanieczyszczeń w postaci związków żelaza, **znamienny tym**, że roztwór $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ zagęszcza się do gęstości = 1,39 — 1,40, oznaczonej w temperaturze 80°C, zakwasza kwasem siarkowym do wartości pH = 2—3 i następnie oziębia do temperatury pokojowej, przy czym wykryształizowuje $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$.