

4 lipca 1925 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 1643.

Max Buchner
(Hannover-Kleefeld, Niemcy).

Kl. 12 m 6.

12 m, 7/26

Sposób otrzymywania czystej glinki.

Zgłoszono 29 października 1921 r.

Udzielono 21 lutego 1925 r.

Pierwszeństwo: 7 lutego 1921 r. dla zastrz. 1—4; 29 kwietnia 1921 r. dla zastrz. 7 (Niemcy).

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest sposób wytwarzania czystej glinki wzgl. związków glinowych z wszelkiego rodzaju materiałów zawierających glinę, przyczem jako środka rozpuszczającego używa się siarczanów, a jako środka strącającego glinę— amonjaku. Zarówno roztworzenie jak i strącanie wykonywa się tu w specjalnych warunkach skutkiem czego unika się strat w wielkim przemyśle, jakie powodują nieekonomiczność podobnych sposobów, oraz z drugiej strony otrzymuje się osady dogodne do filtrowania i płókania.

Do roztwarzania materiału zawierającego glinę używa się siarczanu amonowego, który rozkłada się uprzednio przez ogrzewanie na kwaśny siarczan oraz amonjak. Przy pomocy otrzymanego w ten sposób

kwaśnego siarczanu roztwarza się materiał, zawierający glinę, jak to np. glinę, bauksyt, szamotę, odsącza od nierozpuszczonej pozostałości, strąca przesącz amonjakiem, do czego używa się amonjaku, otrzymanego przy rozkładzie siarczanu. Z ługu macierzystego od strąconej glinki otrzymuje się wkońcu napowrót siarczan amonu.

Jako taki siarczan nadający się tu z korzyścią stosować można siarczan amonu, który w pierwszym stopniu operacji przeprowadza się pod zwykłym ciśnieniem lub w próżni w kwaśny siarczan amonowy. Roztworzenie przy pomocy tego kwaśnego siarczanu amonowego celem jest przeprowadzać w autoklawach.

Również dobrze mogą być użyte i inne siarczany zawierające amonjak.

W celu uwolnienia od żelaza płynu, służącego do rozpuszczania, z którego otrzymuje się glinę, służy siarczan amonu. Zanieczyszczoną masę, składającą się z soli, jaką otrzymuje się po odfiltrowaniu i odparowaniu pozostałości od rozpuszczania, wnosi się do nadmiaru gorącego nasyconego roztworu siarczanu amonowego, poczem ałun amonowy, jaki wykrystalizowuje się po przemyciu siarczanem amonu, wprowadza się do roztworu amonjaku, zawierającego nadmiar tego ostatniego, oddziela wodorotlenek glinowy od powstającego siarczanu amonowego i ług macierzysty lub też otrzymany z niego siarczan amonu znów używa się do oczyszczania nowych ilości roztwarzanej substancji.

O ile używany przytem ług macierzysty z siarczanem amonu zawiera zbyt wiele zanieczyszczeń, uwalnia go się od szkodliwych związków żelazowych przez specjalne traktowanie amonjakiem.

Rozkład podwójnych siarczianów odbywa się w pomieszczeniach wzgl. naczyniach z glinu, magnezu, krzemu-wzgl. stopów tych metali pomiędzy sobą lub z metalami ciężkimi.

W szczegółach da się powiedzieć o nowym sposobie jeszcze, co następuje.

Materiału zawierającego glinę nie ogrzewa się siarczanem amonowym, lecz najpierw wytwarza się oddzielnie z siarczanu amonowego kwaśny siarczan przez ogrzewanie pod ciśnieniem atmosferycznym lub lepiej jeszcze w próżni. Potem zadaje się wodny roztwór siarczanu amonowego gliną lub innemi materiałami zawierającemi glinę i steża o ile to jest możliwe. Szczególnie szybko i gładko odbywa się reakcja pomiędzy materiałami zawierającemi glinę i kwaśnym siarczanem amonowym wtedy, gdy przeprowadza się tę operację w autoklawach pod ciśnieniem i przy ogrzewaniu. Przy tem roztwarzaniu powstaje ałun

amonowy w pokaźnych ilościach już przy niskiej temperaturze, zależnie od ciśnienia, już około 200° C. Ponieważ związek powyższy wypada prawie obojętny, osiąga się przez to korzyści techniczne, które przy przeróbce tego materiału szczególnie wydają się przez oszczędność na bardzo obecnie drogich płótnach filtrowych.

Uderzającym jest również to, że kwas krzemowy związków zawierających glinę wypada w postaci tak dogodnej, że daje się łatwo oddzielić przez osadzanie lub odsączenie. W ten sposób ma się możliwość wytwarzania wodorotlenku glinowego wolnego od kwasu krzemowego, a z tego ostatniego glin również wolny od kwasu krzemowego.

Dalej sposób niniejszy przedstawia jeszcze tę korzyść, że już przy roztwarzaniu daje się powstały ałun amonowy uwolnić od żelaza, jeżeli już przed roztwarzaniem lub podczas tego ostatniego dodać siarczanu amonowego, przyczem tworzą się łatwo rozpuszczalne ałuny żelazowo-amonowe, które przy wydzielaniu trudnorozpuszczalnego ałunu amonowego pozostają w ługu macierzystym, mianowicie gdy się redukuje.

Godnym uwagi jest fakt, że przez dodanie siarczanu amonowego, wbrew przewidywaniom z teoretycznego punktu widzenia, zdolność roztwarzająca kwaśnego siarczanu amonowego zmniejsza się tylko nieznacznie. Zamiast siarczanu amonowego można również wychodzić z takich siarczianów kwaśnych, w których zamiast atomu H — znajduje się amonjak, jak np. siarczan potasowo-amonowy ($SO_4, K NH_4$), siarczan sodowo-amonowy ($SO_4 Na NH$) i t. d.

Strącenie wodorotlenku glinowego przeprowadza się nietylko z tym amonjakiem, jaki się otrzymuje pobocznie przy ogrzewaniu siarczanu amonowego lub innych siarczianów metaliczno-amonowych, lecz z nadmiarem amonjaku kilkakrotnie równoważnym, ponieważ dzięki temu otrzymuje się

wodorotlenek glinowy w postaci ziarnistej, dającej się łatwo przemyć, dobrze sączyć i o wysokiej zawartości glinu.

W szczególności postępuje się tak, że ług solny, otrzymany przy roztwarzaniu, który odsączono już od pozostałości kwasu krzemowego i który zawiera jeszcze związki żelaza, wnosi się do nadmiaru gorącego, nasyconego roztworu siarczanu amonowego i krystalizuje przy oziębianiu. Wykrystalizowany ałun amonowy przemywa się siarczanem amonowym i wnosi następnie do płynu amonjakalnego z dużym nadmiarem amonjaku. Powstały wodorotlenek glinowy odfiltrowuje się od ługu macierzystego z zawartością siarczanu amonowego i tego ostatniego używa się znów do oczyszczenia nowej ilości materiału podlegającego roztwarzaniu.

Wyparowywanie, t. j. zagęszczanie masy solnej odsączonej od pozostałości, jaka powstaje przy roztwarzaniu, tworzy ważny stopień przygotowawczy w oczyszczeniu od żelaza. To ostatnie prowadzi zupełnie do celu tylko dlatego, że masę solną wnosi się do nadmiaru gorącego, nasyconego roztworu siarczanu amonowego. W innych warunkach dzięki znacznym ilościom szkodliwych zanieczyszczeń, jakie pochodzą z surowców gliniastych, nie byłoby możliwem do osiągnięcia zadawalniające wydalenie żelaza i pozostałych niepożądanych substancyj w ciągu jednej operacji.

Przez wprowadzenie przemywania wykrystalizowanego ałunu zapomocą roztworu siarczanu amonowego unika się wielokrotnej krystalizacji oraz strat zarówno przy roztwarzaniu jak i przy krystalizowaniu. Obydwa więc środki razem wzięte przedstawiają sposób oczyszczania szczególnie skrócony i gładki.

Skutkiem strącania wodorotlenku glinowego przez wprowadzenie oczyszczonego ałunu do płynu amonjakalnego z dużym nadmiarem amonjaku powstaje czysty osad wolny od związków sprzężonych. Oprócz

tego osad powstający w tych warunkach, jest ziarnisty, pozbawiony wody, daje się łatwo sączyć i dobrze wymywać. Ług z siarczanem amonowym, zawierający żelazo, z którego otrzymano ałun amonowy, może być zawsze użyty ponownie. Niezbędne jest tylko, gdy zawartość żelaza wzrośnie zbyt, uwolnić go od tego ostatniego i innych niepożądanych zanieczyszczeń przez strącenie amonjakiem. Okazało się mianowicie zupełnie nieoczekiwane, że żelazo z tych bogatych ługów macierzystych tworzy się, jako osad, dający się łatwo sączyć, wbrew oczekiwanej zwykłej w tych wypadkach postaci szlamowatej, niedogodnej do operowania. W tym wypadku powstałe nasycenie okazało się korzystnem. Przytem dzięki temu procesowi kwas siarkowy związany z żelazem otrzymuje się napowrót w postaci siarczanu amonowego, który zawsze w granicach całego sposobu kombinacyjnego wszędzie przedstawia możliwość zastosowania. Zanieczyszczenie żelazowe jednak również otrzymuje się tak, że mogą być także z pożytkiem dalej użyte. Oczyszczanie żelaza przystosowuje się więc organicznie do kombinacji otrzymywania glinki i tworzy dlatego ostatniego pożądane uzupełnienie.

Rozkład podwójnego siarczanu amonowego, który niezbędny jest dla otrzymania kwaśnego siarczanu amonowego lub innego siarczanu kwaśnego, nie może się odbywać w zwykłych naczyniach z miedzi lub żelaza, ponieważ te metale nie okazały się dostatecznie opornymi. Skutkiem tego używa się krzemu, glinu, magnezu oraz ich stopów, które nieoczekiwane okazały się niepodlegającymi działaniu niszczącemu.

Zachowanie się obydwu metali ziemnoalkalicznych glinu i magnezu jest tem godniejsze uwagi, że uchodzą one za łatwo utleniające się i podlegające działaniu kwasów. Również i stopy magnezu, glinu i krzemu, pomiędzy sobą lub z metalami ciężkimi dają się z wielką korzyścią stosować do

otrzymywania kwaśnego siarczanu amonowego przez stapianie siarczanu amonowego. Można np. wykonywać takie stapianie w zwykłym żelazokrzemku o najróżniejszym składzie.

Używa się albo naczyń z metali tego rodzaju wzgl. ich stopów, albo też wykłada się nimi szczelnie komory robocze.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania glinki wzgl. związków glinowych z najrozmaitszych materiałów, zawierających glinę przez potraktowanie siarczanami, tem znamienny, że siarczan amonowy rozkłada się najpierw przez ogrzewanie na kwaśny siarczan i amonjak przy pomocy tego kwaśnego siarczanu roztwarza się materiał zawierający glinę, odsącza, przesącza strąca przy pomocy oddzielnego amonjaku, a z ługu macierzystego po strąceniu glinki otrzymuje się napowrót podwójny siarczan zawierający amonjak.

2. Sposób według zastrzeżenia 1, znamienny użyciem siarczanu amonowego, który przeprowadza się w kwaśny siarczan amonowy pod ciśnieniem zwykłym lub w próżni.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny przez roztwarzanie zapomocą siarczanu kwaśnego, w szczególności kwaśnego siarczanu amonowego w autoklawie.

4. Sposób według zastrz. 1 do 3, tem

znamienny, że przy roztwarzaniu dodaje się amonjaku w celu uwolnienia od żelaza.

5. Sposób wykonania postępowania według zastrzeżeń 1 do 4, tem znamienny, że zanieczyszczoną masę solną, otrzymaną się po roztworzeniu, odsączeniu i odparowaniu, wprowadza się do nadmiaru gorącego, nasyconego roztworu siarczanu amonowego, poczem ałun amonowy, jaki się z niego wykrystalizowuje, po przemyciu siarczanem amonowym, wnosi się do płynu amonjakalnego z dużym nadmiarem amonjaku, oddziela wodorotlenek glinowy od powstającego siarczanu amonowego, a ług macierzysty lub siarczan amonowy z niego otrzymany, znów się używa do oczyszczania nowego materiału jaki ma być roztworzony.

6. Sposób wykonania postępowania według zastrzeżenia 5, tem znamienny, że ług z zawartością siarczanu amonowego, który się zanieczyścił dzięki wielokrotnemu używaniu, uwalnia się od szkodliwych zanieczyszczeń przez zadanie amonjakiem.

7. Sposób wykonania postępowania według zastrzeżeń 1 do 6, tem znamienny, że rozszczepianie siarczanu amonowego lub kwaśnego siarczanu amonowego odbywa się w pomieszczeniach, wytworzonych z glinu, magnezu, krzemu, stopów tych metali pomiędzy sobą lub z metalami ciężkimi.

Max Buchner.

Zastępca: Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.