

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 577

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 01 F 7/76

(21) PV 6183-86.0

(22) Přihlášeno 25 08 86

(40) Zveřejněno 13 06 89

(45) Vydáno 02 07 90

(75)

Autor vynálezu

HLOŽNÝ LADISLAV, ing., ÚSTÍ NAD LABEM,

BROUL MIROSLAV, ing. CSc., NEŠTĚMICE

(54)

Způsob snížení obsahu draslíku v dodeka-
hydrátu síranu amonno-hlinitého

(57) Snížení obsahu draslíku se dosáhne
tak, že roztok před krystalizací dodeka-
hydrátu síranu amonno-hlinitého se
upraví tak, aby vedle síranu amonno-
- hlinitého obsahoval 10 až 26 % hmot.
síranu amonného a případně až do 30 %
hmot. kyseliny sírové.

Vynález se týká způsobu snížení obsahu draslíku v dodekahydrátu síranu amonno-hlinitého při krystalizaci.

Čistý dodekahydrát síranu amonno-hlinitého - kamenec amonno-hlinitý, je možno připravit krystalizací z roztoku. Při krystalizaci se přítomné nečistoty dělí mezi vznikající fáze v různém poměru. Měřením těchto poměrů se zabývala již řada autorů, přičemž bylo zjištěno, že rekrytalizací ve vodě je možno snížit obsah většiny nečistot, které se v kamenci amonno-hlinitém běžně vyskytují. Mezi nečistoty, jejichž koncentrace se tímto způsobem výrazně nesnižuje, patří především draslík. Při tom obsah alkálií v kamenci amonno-hlinitém bývá nežádoucí, například při jeho využití pro výrobu oxidu hlinitého pro monokrystaly a transparentní korundovou keramiku.

Jedním z možných způsobů přípravy oxidu hlinitého s nízkým obsahem alkálií je odstraňování draslíku ze suspenze oxidu hlinitého silně kyselým katexem nebo odstraňování draslíku ze surovin použitých při přípravě kamence amonno-hlinitého. Tyto postupy však vždy představují operaci navíc, neboť krystalizace kamence amonno-hlinitého je vždy součástí těchto technologií, jelikož umožňují jednoduchým způsobem odstranit téměř všechny nežádoucí příměsi jako je železo, chrom, vápník, křemík, sodík, hořčík atd. Kromě zvýšené pracnosti zavedením další operace mají uvedené postupy i další nevýhody, jako je možnost negativního ovlivnění fyzikálních vlastností oxidu hlinitého při použití ionexů nebo jsou neproveditelné (čištění surovin pro přípravu kamence amonno-hlinitého, pokud je k dispozici surový kamenec).

Výhodnějším se proto jeví způsob snížení obsahu draslíku v dodekahydrátu síranu amonno-hlinitého krystalizací podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se krystalizace provádí z počátečního roztoku, obsahujícího vedle síranu amonno-hlinitého 10 až 26 % hmot. síranu amonného a případně až do 30 % hmot. kyseliny sírové.

Vynález je založen na zjištění, že běžně prováděnou krystalizací za účelem odstranění příměsí jiných prvků lze využít i k odstranění draslíku přidavkem další vhodné složky i když dosavadní publikované práce, které tento problém řešily přidavkem kyseliny sírové v množství do 2,5 % hmot., toto řešení zavrhlý.

Navržený způsob úpravy vstupních podmínek krystalizace nejen že umožňuje odstranit ve zvýšené míře draslík, ale navíc má tu výhodu, že rovnovážný roztok po krystalizaci obsahuje několikanásobně nižší množství hliníku než při krystalizaci ze systému síran amonno-hlinitý - voda. Síran amonný je přitom poměrně dostupný, neboť odpadá v řadě chemických výrob. Koncentraci síranu amonného v systému je nutno volit úměrně s požadavkem na účinnost odstranění draslíku. V případech, kdy je požadována vysoká účinnost čištění a vysoký obsah síranu amonného v systému by byl příčinou vysoké teploty, při níž je roztok nasycen, je možno část síranu amonného nahradit kyselinou sírovou. Koncentrace složek v systému síran amonno-hlinitý - síran amonný - kyselina sírová - voda pak bude určován z hlediska účinnosti čištění, rozpustnosti, korozivních vlastností a hydrodynamiky.

Efekt odstraňování draslíku z kamence amonno-hlinitého krystalizací z navrženého systému podle vynálezu nezávisí na historii vzniku suspenze nebo roztoku použitého ke krystalizaci.

Příklad

Do míchané nádoby s polokruhovým dnem byly nasazeny složky dle níže uvedené tabulky. Směs byla zahřáta a po rozpuštění pevné fáze ochlazena na 25° C rychlostí 40° C/hod. Při této konečné teplotě byla vzniklá suspenze míchána ještě 30 min. Poté byla tuhá fáze kamence amonno-hlinitého odseparována a vysušena při laboratorní teplotě. Množství kapalné fáze, ulpělé na krystalech, nepřevyšovalo v žádném pokusu 3 % hmot. krystalů. Zjištěný obsah hliníku v krystalech odpovídal předpokladu, že tuhá fáze je dodekahydrát síranu amonno-hlinitého s příměsí síranu amonného v množství odpovídajícím jeho podílu v ulpělém matečném louhu. Obsah draslíku byl stanovován metodou atomové absorpční spektrofotometrie s přesností 5 % rel.

Použité chemikálie: dodekahydrát síranu amonno-hlinitého s obsahem draslíku 0,029 % hmot., síran amonný p.a. s obsahem draslíku $3,2 \cdot 10^{-4}$ % hmot., destilovaná voda, kyselina sírová p.a. 93,1 % hmot. (v tabulce přepočteno na 100 %).

Složky směsi před krystalizací v % hmot.

Kamenec amonno hlinitý	Kyselina sírová	Síran amonný	Voda	Obsah draslíku v krystalech produktu 10^{-4} % hmot.
49	0	0	51	270
49	10	0	41	240
49	20	0	31	191
49	30	0	21	67
45	0	1	54	245
38	0	15	47	142
49	20	20	11	35
49	5	5	41	136
49	20	5	26	81
49	5	20	26	72
32	20	20	28	31
32	5	5	58	96
32	20	5	43	58
32	5	20	43	49
30	25	22	23	27

P ř e d m ě t v y n á l e z u

Způsob snížení obsahu draslíku v dodekahydrátu síranu amonno-hlinitého krystalizací, vyznačený tím, že se krystalizace provádí z počátečního roztoku obsahujícího vedle síranu amonno-hlinitého 10 až 26 % hmot. síranu amonného a případně až 30 % hmot. kyseliny sírové.