

**Ausschliessungspatent**

Erteilt gemäss § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

155 247Int.Cl.³

3(51) C 01 F 7/04

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

21) AP C 01 F/ 225 941

(22) 11.12.80

(44) 26.05.82

71) siehe (73)

72) ODOR, GYULA, DR. DIPL.-CHEM.; SURI, ALAJOS, DIPL.-CHEM.; PÉNZVÁLTÓ, JÁNOS, DIPL.-CHEM.; CZINIEL, IMRE; HU;

73) MAGYAR ALUMINIUMIPARI TROESZT, BUDAPEST; HU;

74) PATENTANWALTSBUERO BERLIN, 1130 BERLIN, FRANKFURTER ALLEE 286

54) VERFAHREN ZUR ENTFERNUNG VON EISENOXID UND SILIZIUMDIOXID AUS ALUMINATLAUGEN

57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung oder zumindest sehr starken Verringerung des Fe_2O_3 - und SiO_2 -Gehaltes von Aluminatlauge, die aus dem Absetzsystem einer Anlage zur Herstellung von Tonerde stammen. Zwecks wirtschaftlicherer Gestaltung der Tonerdeherstellung durch Schaffung einer wirksamen Reinigungsmethode werden hier auf 80 bis 105°C erwärmten Aluminatlösung 0,1 bis 1,5 kg/m³, zweckmässig 0,2 bis 0,5 kg/m³, höchstens 3 % MgO enthaltendes Kalkhydrat zugesetzt. Nach einer Reaktionszeit von 2, zweckmässig von 10 Minuten wird der Niederschlag abfiltriert und in an sich bekannter Weise dem zum Aufschluss gelangenden Natriumhydroxid-Gemisch zugesetzt und/oder in das Absetzsystem fuer die Aluminatlauge geleitet. Nach einer bevorzugten Ausführungsvariante des Verfahrens wird der Aluminatlösung anstelle von Kalkhydrat ein Gemisch aus 0,1 bis 1,5 kg/m³, zweckmässig 0,2 bis 0,5 kg/m³ höchstens 3% MgO enthaltendem Kalkhydrat und 0,01 bis 0,10 kg/m³, zweckmässig 0,01 bis 0,03 kg/m³ Perlit zugesetzt.

-1- 225941

Verfahren zur Entfernung von Eisenoxid und
Siliziumdioxid aus Aluminatlaugen

Anwendungsgebiet der Erfindung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren, mit dem der Fe_2O_3 - und SiO_2 -Gehalt von aus einem Absetzsystem stammender Aluminatlauge bei der Tonerdeherstellung nach dem Bayerverfahren vermindert werden kann.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen:

Die gegenwärtig in industriellem Maßstabe angewendeten Verfahren zur Herstellung von Tonerde haben das gemeinsame Merkmal, daß der Aluminiumoxydgehalt der als Ausgangsstoff verwendeten Bauxits gelöst wird, wobei Aluminatlösung entsteht. Die Aluminatlösung enthält feste Verunreinigungen unterschiedlicher Teilchengröße, die durch Absetzen entfernt werden. Je nach dem Wirkungsgrad des Absetzprozesses enthält die gereinigte Aluminatlauge noch 10 bis 30 mg/l Fe_2O_3 und 2 bis 25 mg/l SiO_2 . Um Tonerde guter Qualität zu erhalten, müssen diese Verunreinigungen möglichst entfernt werden.

Zu diesem Zweck wurden verschiedene Verfahren ausgearbeitet, die jedoch aus mehreren Gründen keinen Eingang in die Praxis fanden. Gemäß der DE-PS 960 811 wird zur Abtrennung der Verunreinigungen ein Ausrühren mit geringem Wirkungsgrad vorgeschlagen.

Bekannt sind Verfahren, gemäß welchen sog. Nachfiltermedien verwendet werden. Als Nachfiltermedium werden unterschiedliche körnige Stoffe, zum Beispiel natürlicher Korund, künstlicher Korund oder Kiesbetten verwendet. In der HU-PS 146 048 wird ein Filtrieren durch Koks und Kalksteinschichten vorgeschlagen. Gemäß der GB-PS 1 192 043 wird durch eine Bauxitschicht bestimmter Teilchengröße filtriert, während gemäß der SU-PS 468 888 durch eine Kalkadsorptionsschicht filtriert und gleichzeitig 0,5 bis 10 g/l Natriumsulfit als Intensivierungsmittel zugegeben werden.

Ziel der Erfindung:

Mit der Erfindung sollen die Mängel des Standes der Technik beseitigt werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß Kalkhydrat in warmer Aluminatlauge von 80 bis 100°C innerhalb von 2 bis 20 Minuten einen Calciumaluminat-Niederschlag bildet, der sich durch ausgezeichnete Adsorptions- und gute Filtereigenschaften auszeichnet. Das Verfahren kann noch verbessert werden, wenn gleichzeitig mit dem Kalkhydrat eine geringe Menge Perlit zugesetzt wird. Wird die aus dem Absetzsystem austretende, erfindungsgemäß behandelte Aluminatlauge in einer bekannten Filteranlage filtriert, so können 60 bis 100 % ihres Fe_2O_3 - und SiO_2 -Gehaltes abgetrennt werden.

Der CaO-Gehalt des Niederschlages kann für das zum Aufschluß gelangende Bauxit-Natriumhydroxyd-Gemisch als Aufschlußmittel und/oder in den Vorrichtungen zum Absetzen und Waschen des Rotschlammes zum Kaustifizieren verwendet werden.

Gegenstand der Erfindung ist demnach ein Verfahren zur Entfernung des Fe_2O_3 - und SiO_2 -Gehaltes aus Aluminatlösungen von Absetzsystemen für die Tonerdeherstellung. Erfindungsgemäß setzt man der warmen Aluminatlösung von 80 bis 100°C 0,1 bis $1,5 \text{ kg/m}^3$, zweckmäßig 0,2 bis $0,5 \text{ kg/m}^3$, höchstens 3 % MgO enthaltendes Kalkhydrat oder ein homogenes Gemisch aus 0,1 bis $1,5 \text{ kg/m}^3$, zweckmäßig 0,2 bis $0,5 \text{ kg/m}^3$, höchstens 3 % MgO enthaltendes Kalkhydrat und 0,01 bis $0,10 \text{ kg/m}^3$, zweckmäßig 0,01 bis $0,03 \text{ kg/m}^3$ Perlit zu, filtriert nach einer Reaktionszeit von etwa 10 Minuten den ausgeschiedenen Niederschlag in an sich bekannter Weise ab und setzt ihn in bereits bekannter Weise dem zum Aufschluß gelangenden Bauxit-Natriumhydroxyd-Gemisch zu und/oder leitet ihn in das Absetzsystem für die Aluminatlauge.

Ausführungsbeispiele:

Die Erfindung wird an Hand der folgenden Beispiele näher erläutert.

Beispiel 1

In einen Behälter mit einem Volumen von 15 m^3 wird mit einer Volumengeschwindigkeit von $140 \text{ m}^3/\text{h}$ auf 98°C erwärmte Aluminatlauge eingeleitet, die $32 \text{ mg/l Fe}_2\text{O}_3$ und 14 mg/l SiO_2 enthält. Sodann werden kontinuierlich $0,3 \text{ kg/m}^3$ Kalkhydrat in den Behälter geleitet. Die aus den Behälter austretende Trübe wird auf ein Druckfilter vom

Typ Kelly geleitet, wo die Feststoffe abgeschieden werden. Das Filtrat enthält kein Fe_2O_3 und SiO_2 in Form von Schwefestoffen mehr. Die Analyse des abgetrennten Niederschlages zeigt folgende Werte:

Anhaftende Feuchtigkeit	31,6 %
Al_2O_3	17,0 %
SiO_2	2,2 %
Fe_2O_3	4,9 %
ges. CaO	25,1 %
V_2O_5	0,02 %

Das Filtrat enthält noch 4 mg/l Fe_2O_3 und 1,3 mg/l SiO_2 .

Der aus den Rahmen der Filterpresse entfernte CaO-haltige Niederschlag wird dem zum Aufschluß gelangenden Bauxit-Natriumhydroxyd-Gemisch zugemischt und dient auf diese Art in an sich bekannter Weise als Aufschlußhilfsmittel.

Beispiel 2

Man arbeitet mit der Vorrichtung gemäß Beispiel 1 und läßt die Verfahrensparameter unverändert. In den Behälter werden $0,2 \text{ kg/m}^3$ Kalkhydrat und $0,03 \text{ kg/m}^3$ Perlit eindosiert. Der Niederschlag hat folgende Zusammensetzung:

Anhaftende Feuchtigkeit	32,4 %
Al_2O_3	17,12 %
SiO_2	2,92 %
Fe_2O_3	5,30 %
ges. CaO	21,6 %
V_2O_5	0,02 %

Das Filtrat enthält noch 5 mg/l Fe_2O_3 und 2 mg/l SiO_2 .

Der der Filtervorrichtung entnommene CaO-haltige Niederschlag wird in das Absetzsystem der Aluminatlauge gebracht, wo der CaO-Gehalt des Niederschlages in an sich bekannter

Weise zum Kaustifizieren benutzt wird.

Das Verfahren bedeutet im Vergleich mit den bekannten Technologien einen Fortschritt. Das mit Kalkhydrat gebildete Calciumaluminat gibt einen gut adsorbierenden und leicht filtrierbaren Niederschlag. Die Filtrierbarkeit und die Regenerierung des Filters können durch Zusatz von Perlit noch verbessert werden. Zur Durchführung des Verfahrens sind keine speziellen Vorrichtungen erforderlich, es kann mittels der üblichen Apparaturen der Tonerdeherstellung durchgeführt werden. Im Gegensatz zu den bisher bekannten Verfahren ist kein aus fremden Material bestehendes Filterbett erforderlich, und der entstandene Niederschlag kann im Kreislauf genutzt werden.

Der größte Teil des CaO-Gehaltes des Kalkhydrates wird genutzt, da der Niederschlag dem zum Aufschluß gelangenden Bauxit-Natriumhydroxyd-Gemisch zugesetzt und/oder in das Absetzsystem geleitet wird, wo der CaO-Gehalt am Kaustifizierungsprozeß teilnimmt.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Entfernung oder Verringerung des Fe_2O_3 - und SiO_2 -Gehaltes von aus einem Absetzsystem für die Tonerdeherstellung stammenden Aluminatlauge, gekennzeichnet dadurch, daß man auf 80 bis 105°C erwärmte Aluminatlösung 0,1 bis 1,5 kg/m^3 , zweckmäßig 0,2 bis 0,5 kg/m^3 , höchstens 3 % MgO enthaltendes Kalkhydrat oder ein homogenes Gemisch aus 0,1 bis 1,5 mg/m^3 , zweckmäßig 0,2 bis 0,5 kg/m^3 , höchstens 3 % MgO enthaltendem Kalkhydrat und 0,01 bis 0,10 kg/m^3 , zweckmäßig 0,01 bis 0,03 kg/m^3 Perlit zusetzt, daß man nach einer Reaktionszeit von mindestens 2 Minuten, vorzugsweise etwa 10 Minuten, den Niederschlag in an sich bekannter Weise abfiltriert und daß man sodann den Niederschlag in an sich ebenfalls bekannter Weise dem zum Aufschluß gelangenden Bauxit-Natriumhydroxyd-Gemisch zusetzt und/oder in das Absetzsystem für die Aluminatlauge leitet.