



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

12 m, 7/74

Nr 47056

~~Kl. 12 m, 7~~
Kl. internat. C 01 f, 7/74

Instytut Chemii Ogólnej*)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania roztworu siarczanu glinowego nie zawierającego krzemionki

Patent trwa od dnia 14 lipca 1961 r.

Jednym ze sposobów wytwarzania siarczanu glinowego z gliny lub innych glinokrzemianów nie poddawanych uprzednio prażeniu jest działanie na surowiec roztworem kwasu siarkowego w autoklawie, w temperaturze wyższej od temperatury wrzenia, jaką posiada roztwór pod normalnym ciśnieniem. W tych warunkach prawie cała ilość zawartego w surowcu glinu przechodzi do roztworu, tworząc siarczan glinowy. Równocześnie przechodzi do roztworu w postaci koloidalnej pewna ilość krzemionki.

Po rozkładzie zawartość autoklawu poddaje się filtracji, oddzielając od roztworu siarczanu glinowego części nierozpuszczalne, jak krzemionka, piasek, nierozłożona glina, skałek itp. Z praktyki wiadomo, że krzemionka koloidalna nie daje się w procesie filtracji oddzielić, ponieważ łatwo przechodzi przez tkaninę filtra-

cyjną i zanieczyszcza siarczan glinowy, czyniąc ten produkt nieprzydatnym do niektórych celów.

Stosowany dotychczas sposób wytrącania koloidalnej krzemionki z roztworu siarczanu glinowego polega na zateżnianiu roztworu do stężenia powyżej 300 g $Al_2(SO_4)_3$ w 1 litrze i długotrwałym utrzymywaniu roztworu w temperaturze o kilka stopni Celsjusza niższej od jego temperatury wrzenia. W tych warunkach następuje powolna koagulacja krzemionki koloidalnej, która wytrąca się i może być odfiltrowana.

W innym znanym sposobie otrzymywania siarczanu glinowego na glinę kalcynowaną działa się w autoklawie kwaśnym siarczanem nasyconym, po czym produkt rozkłada i filtruje się i oddziela osad złożony głównie z krzemionki. Pozostały roztwór zawierający, oprócz znacznej ilości tlenku glinowego, około połowy tlenku żelaza, trzecią część zawartego w glinie tlenku

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest prof. Stanisław Bretsznajder.

tytanu oraz mniejsze ilości innych składników zawartych w wyjściowym surowcu, zagęszcza się z siarczanem amonowym, przy czym wydziela się krzemionka, którą odfiltruje się.

W literaturze technicznej znajdują się również wzmianki na temat odkrzemiania roztworu siarczanu glinowego przez zagęszczanie w obecności ziarnistej krzemionki jako katalizatora do stężenia minimum 40% $Al_2(SO_4)_3$.

Dobrze znane również jest zjawisko wytrącania się krzemionki podczas zagęszczania w otwartych panewkach roztworów technicznego siarczanu glinu aż do stężenia produktu handlowego 14% Al_2O_3 , jednak oddzielenie tak wytrąconego osadu jest niezwykle trudne ze względu na wysoką temperaturę krzepnięcia i bardzo dużą lepkość roztworu. Z praktyki wiadomo poza tym, że wszystkie metody odkrzemowania roztworów siarczanu glinowego przez zagęszczanie są bardzo kosztowne i pochłaniają dużo ciepła.

Z opisanych wyżej znanych sposobów otrzymywania siarczanu glinowego wynika, że tworzenie się koloidowych roztworów kwasu krzemowego podczas rozkładu glinokrzemianów zachodzi zarówno wówczas, gdy proces prowadzony jest przy dużym stężeniu soli amonowych (działanie roztworem kwaśnego siarczanu soli amonowych), jak też wówczas gdy rozpuszczalnikiem jest roztwór kwasu siarkowego.

Obecnie okazało się, czego nie można było przewidzieć na podstawie znanego stanu techniki, że o ile do roztworu kwasu siarkowego użytego do rozkładu w autoklawie gliny lub innych glinokrzemianów doda się niewielką ilość, np. 0,4% wagowych soli amonowych, np. siarczanu amonowego, wówczas krzemionka koloidowa nie przechodzi do roztworu. W tym szczególnym przypadku jony amonowe powodują koagulację koloidowej krzemionki, której cząstki łączą się w większe ziarna i w przeprowadzonym po rozkładzie procesie filtracji zostają zatrzymane na filtrze.

W sposobie według wynalazku do rozkładu gliny lub innych glinokrzemianów stosuje się roztwór kwasu siarkowego zawierający co najmniej 0,1%, jednak nie więcej niż 0,85% wagowych amoniaku, w postaci związanej, np. jako siarczan amonowy, alun glinowo-amonowy itp. Po rozkładzie surowca w znany sposób w autoklawie otrzymuje się roztwór siarczanu glinowego, w którym normalnie stosowanymi metodami analitycznymi nie można wykryć krzemionki. O ile w siarczanie glinowym nie

jest pożądana zawartość soli amonowych dodatkowych do koagulacji krzemionki koloidowej, przesącz z autoklawu oziębia się do temperatury otoczenia, przy czym wykrystalizowuje alun glinowo-amonowy, którego kryształy można bez trudu oddzielić od roztworu.

Wyższość techniczna sposobu według wynalazku w stosunku do sposobów znanych jest niewątpliwa. Otrzymuje się roztwór siarczanu glinowego wolny od krzemionki z pominięciem długotrwałego kosztownego odparowywania i kłopotliwego powtórnego filtrowania cieczy.

Przykład 1) Do autoklawu o pojemności 1 litra, wyposażonego ołowiem i zaopatrzonego w mieszadło wprowadzono 100 g mielonej i wysuszonej gliny o zawartości 28,3% Al_2O_3 i 3,1% Fe_2O_3 , 700 ml wody i 50 ml kwasu siarkowego o ciężarze właściwym 1,84. Po zamknięciu autoklawu ogrzewano aż do osiągnięcia ciśnienia 4 atm. i utrzymywano pod tym ciśnieniem w przeciągu 8 godzin. Następnie autoklaw oziębiono do temperatury 80°C i jego zawartość przefiltrowano. Otrzymano roztwór technicznego siarczanu glinowego o stężeniu: 108,0 g $Al_2(SO_4)_3$ w 1 litrze. Analiza wykazała, że przesącz zawierał krzemionkę koloidalną w ilości 0,082 g SiO_2 /litr. W celu wydzielenia tej krzemionki roztwór odparowano do 1/3 pierwotnej objętości i ogrzewano w ciągu 4 godzin w temperaturze 102°C. Następnie wytrącony osad krzemionki odfiltrowano, roztwór ponownie rozcieńczono do pierwotnej objętości i oznaczono w nim krzemionkę. Znalezione, że roztwór zawierał 0,0013 g SiO_2 /litr, co uważa się za dobre odkrzemowanie.

2) Opisane doświadczenie powtórzono z tą jednak różnicą, że do autoklawu wprowadzono nie tylko glinę, wodę i kwas siarkowy w takich ilościach, jak w doświadczeniu poprzednim, ale też dodano 3 g siarczanu amonowego. Po przeprowadzeniu reakcji wyżej opisanym sposobem i odfiltrowaniu osadu otrzymano roztwór zawierający w 1 litrze:

106,8 g $Al_2(SO_4)_3$ i 0,0009 g SiO_2

Jak wynika z przykładu sposobem według wynalazku osiąga się w otrzymanym roztworze siarczanu glinowego stukrotne zmniejszenie się stężenia krzemionki, a więc bardzo dobre odkrzemowanie bez wykonywania kłopotliwego ząteżania roztworu i bez dodatkowego odfiltrowania krzemionki.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania roztworu siarczanu glinowego, nie zawierającego krzemionki, z glin lub glinokrzemianów nie poddanych uprzednio prażeniu, przez rozkład tych surowców roztworem kwasu siarkowego w temperaturze wyższej od temperatury wrzenia, jaką posiada roztwór pod normalnym ciśnieniem, znamienny tym, że do reakcji stosuje się roztwór kwasu siarkowego zawierający w postaci związków amoniak w ilości stanowiącej co najmniej 0,1% jednak nie

więcej niż 0,85% wagowych ilości roztworu, a następnie po przeprowadzeniu reakcji rozkładu oddziela się roztwór od nierozpuszczonej pozostałości.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że otrzymany przesącz oziębia się do temperatury otoczenia i oddziela od wykrystalizowanych kryształów alunu glinowo-amonowego.

Instytut Chemii Ogólnej

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek
rzecznik patentowy