

URZĄD PATENTOWY



COM 7/26

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 26697.

Kl. 12-m, 6.

Stanisław Bretsznajder
(Warszawa, Polska).

12 m, 7/26

Sposób wytwarzania czystego tlenku glinu.

Zgłoszono 5 listopada 1936 r.

Udzielono 24 maja 1938 r.

Istnieje wiele sposobów otrzymywania czystego tlenku glinowego, ale tylko niektóre z nich, zazwyczaj skomplikowane i drogie, dają możliwość otrzymywania czystego tlenku glinu z gliny lub kaolinu. Sposób według wynalazku umożliwia przerabianie nawet złych gatunków gliny na bardzo czysty tlenek glinu, doskonale nadający się do elektrolitycznego otrzymywania glinu metalicznego.

Postępowanie według tego sposobu jest następujące. Glinę, kaolin, bauksyt lub podobny minerał miele się tak drobno, by np. na sicie nr 30 (900 oczek na 1 cm²) po odsianiu pozostało nie więcej, niż 2% substancji odsiewanej, po czym zmielony surowiec miesza się z kwasem siarkowym o stężeniu 52° Bé (biorąc mały nadmiar kwasu

w stosunku do stechiometrycznie obliczonej ilości) i ogrzewa do temperatury 200 — 250°C. Po dwugodzinnym ogrzewaniu otrzymuje się twarde bryły produktu, który miele się i rozpuszcza w takiej ilości wrzącego ługu pokrystalicznego, otrzymanego w jednej z następnych operacji, by otrzymać stężony roztwór siarczanu glinu. Do cieczy, zawierającej rozpuszczony siarczan glinu, siarczan żelaza i inne zanieczyszczenia oraz zawiesinę, składającą się z krzemionki, nierozłożonej gliny i t. d., dodaje się węglanu wapnia (kamienia wapiennego, drobno mielonego) lub tlenku wapnia (wapna palonego) w ilości 1 — 2 moli na każde 10 moli kwasu siarkowego użytego do reakcji. Ciecz ogrzewa się przez pewien czas mieszając i utrzymując temperaturę około

100°C. Dodanie związków wapnia ma na celu obniżenie stężenia jonów wodorowych w roztworze, czyli podwyższenie p_H roztworu. W tych warunkach następuje wytrącenie się znacznej części związków żelaza, które przechodzą w postać nierozpuszczalną.

Następnie odsącza się siarczan glinu, uwolniony od znacznej części zanieczyszczającego go żelaza, przy czym w osadzie pozostaje krzemionka, glina nierozłożona, gips (z dodanego związku wapnia) i strącony osad zawierający żelazo, tytan i t. d.

Do gorącego przesączu, zawierającego siarczan glinu, dodaje się siarczanu amonu w ilości wystarczającej do utworzenia ałunu glinowo - amonowego, po czym studząc wykryształizowuje się ałun. Jest rzeczą znaną, że ałun wykryształizowany z roztworów kwaśnych jest dość silnie zanieczyszczony żelazem, natomiast z roztworów zasadowych otrzymuje się produkt czysty. Okazało się, że utrzymanie odczynu zasadowego w celu uzyskania czystego produktu nie jest konieczne; w sposobie niniejszym prowadzi się kryształizację z roztworów słabo kwaśnych. Stwierdzono, że najlepsze wyniki osiąga się, gdy p_H ługu pokryształicznego wynosi 4,2 — 4,4. Otrzymane kryształy są bardzo czyste; w przeliczeniu na tlenki stosunek glinu do żelaza w produkcie przekracza 2 000. Jest rzeczą charakterystyczną, że kryształizacja w opisanych warunkach opóźnia się i jest rzeczą konieczną zaszczepianie cieczy przechłodzonej małą ilością kryształów ałunu glinowo - amonowego.

Kryształy ałunu oddziela się od ługu pokryształicznego, którego używa się do rozpuszczania siarczanu glinu z masy otrzymanej przez działanie kwasem siarkowym na glinę, kaolin lub bauksyt.

Po wysuszeniu i odwodnieniu w suszarni ałun glinowo - amonowy rozkłada się w piecach w dwóch okresach: w pierwszym okresie rozkłada się ałun na siarczan glinu i siarczan amonu, który zbiera się w ozię-

bianych odbieralnikach. Okazało się mianowicie, że reakcję tę można prowadzić prawie bez strat z dobrą wydajnością siarczanu amonu, jeżeli stosuje się atmosferę obojętną, mianowicie gazy spalinowe o zawartości 0,4 — 0,8% tlenu i temperaturę maksymalną 580°C.

Otrzymany siarczan amonu stosuje się znów do kryształizacji w sposób wyżej opisany. Pozostały siarczan glinowy praży się w piecu obrotowym w celu otrzymania tlenku glinu i trójtlenku siarki, który zostaje zaabsorbowany i daje kwas siarkowy, niezbędny do prowadzenia pierwszej reakcji rozkładu gliny. Jest rzeczą korzystną, by rozkład siarczanu glinu odbywał się w atmosferze utleniającej, przy czym reakcję należy prowadzić tak, by możliwie największa część siarczanu glinu (ponad 95%) rozłożyła się w temperaturze 700 — 800°C. W celu ostatecznego uwolnienia produktu od SO_3 i pozbawienia tlenku jego właściwości higroskopijnych praży się produkt w temperaturze 1 200°. Najlepiej w praktyce cel powyższy można osiągnąć w ten sposób, że prażenie prowadzi się w piecu obrotowym o dwóch strefach rozszerzonych utrzymując w strefie rozszerzonej, bliższej wejścia materiału prażonego, temperaturę 700 — 800°, w strefie zaś rozszerzonej przy wyjściu materiału gotowego — temperaturę powyżej 1 150°.

Opisany sposób pozwala na wytwarzanie bardzo czystego tlenku glinu, doskonale nadającego się do elektrolitycznego otrzymywania glinu metalicznego, przy czym straty siarczanu amonu i kwasu siarkowego są nieznaczne; należy tylko uzupełniać ubytek kwasu powstający wskutek stosowania wapna lub kamienia wapiennego do wytrącania żelaza.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania czystego tlenku glinu z minerałów zawierających glin,

znamienny tym, że na glinę, kaolin lub bauksyt działa się jak zwykle kwasem siarkowym, otrzymany siarczan glinu rozpuszcza się w ługu po krystalizacji ałunu glinowo - amonowego, z roztworu wytrąca się żelazo działaniem węgla lub tlenku wapniowego, roztwór odsącza się, po dodaniu siarczanu amonu wykryształizowuje się ałun glinowo - amonowy, z którego przez prażenie w atmosferze obojętnej otrzymuje się z powrotem siarczan amonu oraz siarczan glinu, dający przy dalszym prażeniu tlenek glinu i kwas siarkowy, stosowany do rozkładu dalszych ilości surowca zawierającego glin.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do cieczy, otrzymanej po rozpuszczeniu w ługu po krystalizacji ałunu glinowo - amonowego produktu, uzyskanego działaniem kwasu siarkowego na minerał zawierający glin, dodaje się węgla lub tlenku wapniowego w ilości 1 — 2 moli

związku wapnia na każde 10 moli kwasu siarkowego zawartego w roztworze w postaci siarczanów.

3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że ałun glinowo - amonowy wykryształizowuje się ze słabo kwaśnych roztworów takich, by p_H ługu pokryształicznego po oddzieleniu kryształów mieściło się w granicach od 4,2 do 4,4.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że rozkład siarczanu glinowego na tlenek glinowy prowadzi się w atmosferze utleniającej w piecu obrotowym o dwóch strefach rozszerzonych, przy czym materiał prażony przechodzi najpierw przez strefę rozszerzoną, w której utrzymuje się temperaturę od 700° do 800°C, a następnie przez drugą strefę rozszerzoną, w której utrzymuje się temperaturę powyżej 1150°C.

Stanisław Bretsznajder.