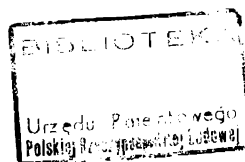


31 marca 1927 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

COif 7/26

Nr 5357.

Rudolf Jacobsson
(Kågeröd, Szwecja).

Kl. 12 m 6.

12 m, 7/26

Sposób wytwarzania tlenku glinowego.

Zgłoszono 25 sierpnia 1924 r.

Udzielono 13 lipca 1926 r.

Pierwszeństwo: 29 sierpnia 1923 r. dla zastrz. 1, 3, 6; 6 grudnia 1923 r. dla zastrz. 2, 4, 5 (Szwecja).

Niniejszy wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania czystego tlenku glinowego z nieczystych surowców, zawierających oprócz glinu krzem, tytan, żelazo, wapń, w pierwszym zaś rzędzie z bogatych w krzem i z innych, zawierających glin, minerałów jak np. bauksytu i labradoru.

Takie, zawierające glin, surowce rozpuszcza się zwykle w kwasie np. siarkowym, celem oddzielenia kwasu krzemowego i tytanowego, przeprowadzenia tlenku glinowego w odpowiednią sól i oddzielenia następnie rozpuszczalnych soli od stałych pozostałości, a wreszcie dla przeprowadzenia jakimkolwiek sposobem soli glinowej w tlenek glinu przy oddzieleniu innych, zawartych w roztworze, soli względnie ich tlenku.

O ile wiadomo żaden z tych sposobów nie znalazł praktycznego zastosowania w wielkim przemyśle, co tłumaczy się wynikającymi przy takiej fabrykacji technicznymi trudnościami, jak np. zużyciem nadmiernej ilości odczynników, niemożliwością wykonania dość szczelnych przyrządów, trudnościami w otrzymaniu w dostatecznym stopniu czystego tlenku glinowego i t. d.

Niniejszy wynalazek dotyczy sposobu fabrykacji z wymienionych surowców czystego tlenku glinowego, przy użyciu kwasu siarkowego jako czynnika roztwarzającego. Postępowanie to jest łatwe i tanie, a dostatecznym produktem jego jest czysty tlenek glinowy, nadający się do produkowania metalowego glinu.

Nowość wynalazku polega na sposobie

przeistoczenia znajdującego się w roztworze roztworu siarczanu w siarczan bezwodny i tlenek, jako też na sposobie uwolnienia tlenu glinowego od żelaza. Przebieg tych procesów podaje się poniżej.

Całokształt postępowania przedstawia się w sposób następujący:

Najpierw lekko praży się surowiec dla wyparowania z niego wody krystalizacyjnej i usunięcia jego koloidalnego stanu, do czego materiał należy sproszkować o ile poprzednio nie był w tej postaci; poczem taki surowiec zmieszany z gorącym kwasem siarkowym poddaje się ciśnieniu w zamkniętym garnku Papina, wskutek czego krzem, tytan i wapń oddzielają się w stanie nie rozpuszczonym jako SiO_2 , TiO_2 i Ca SO_4 , siarczan zaś Al , K , Mg i Fe rozpuszcza się. Stopień stężenia kwasu siarkowego dobiera się tak, by siarczan zawierał 10 do 18 cząsteczek H_2O .

Roztwór dopóki jest gorący pozostaje w stanie płynnym, i wówczas usuwa się z niego nierozpuszczalne resztki zapomocą wirówki, przesączania (filtracji) lub płókania gorącą wodą. Gdy stosuje się słabszy kwas, zostaje on, po usunięciu z niego nierozpuszczalnych cząstek, poddany odparowaniu tak długo, aż pozostała woda zostanie z nim związana jako woda krystalizacyjna.

Otrzymany powyższym sposobem stężony roztwór siarczanu przestacza się po oziębieniu go w skrzepniętą masę, w której woda znajduje się w stanie krystalizacyjnym.

Ta masa ulega rozdrobnieniu i przesianiu, przyczem drobniejsze oddzielone ziarenka oddziela się i rozpuszcza w siarczanie, otrzymywanym przy następnej roztworzeniu, ziarna zaś grubsze siarczanu podgrzewają się w próżni dla zupełnego usunięcia z niego krystalizacyjnej wody, bez ponownego jego przetapiania. Przy usuwaniu wody ziarna zachowują swoją postać

i otrzymuje się wyjątkowo porowaty, bezwodny siarczan.

Następnie ten porowaty siarczan rozkłada się zapomocą żarzenia przy temperaturze, wzrastającej od 700° — 800° C, przy czem powstaje tlenek glinu w postaci porowatych ziaren, zawierający tlenek żelaza i mieszanina SO_3 , SO_2 i O_2 ; te ostatnie gazy zostają ujęte i drogą znaną przeprowadzone w kwas siarkowy, którego używa się znowu do fabrykacji, a nieuniknione straty w nim uzupełnione są dodawaniem świeżego kwasu.

Otrzymany z pewną zawartością tlenu żelaza, tlenek glinu odznacza się pomimo swej porowatości mechaniczną trwałością, przez co zabezpiecza się od większych strat spowodowanych rozpylaniem jego. Wskutek swej porowatości jest produkt ten dla gazów bardzo przenikalnym; właściwość ta ma doniosłe znaczenie dla dalszych zabiegów w celu zwolnienia produktu od żelaza.

Dla usunięcia żelaza tlenek żelaza zostaje najpierw odtleniony, co uskutecznia się zapomocą odtleniających gazów jako to: wodoru, tlenu węgla, lotnego węglowodoru lub też przy użyciu metalu o większym od żelaza powinowactwie względem tlenu, a którego tlenek nie oddziaływa szkodliwie na tlenek glinu. Praktycznie biorąc takim metalem może być tylko glin. Podczas odtleniania zachowuje tlenek glinowy swą porowatą strukturę, gdy reakcja odbywa się przy temperaturze znacznie niższej od punktu jego topliwości. Po odtlenieniu oddestylowuje się żelazo z chlorem przy temperaturze powyżej 300°C , przyczem ulatnia się w postaci chlorku żelazowego. Dla usunięcia całego żelaza należy używać chloru zupełnie wolnego od tlenu, gdyż przy większej temperaturze żelazo prędzej wiąże się z tlenem niż z chlorem. Jednak przy technicznym wykonaniu postępowania nie można dokładnie usunąć powietrza i pary wodnej; niedokładność tę przez wynalazek ni-

niejszy usuwa się w ten sposób, iż pewna mała część metalowego glinu poddaje się oddziaływaniu ciepłego gazu chlorowego, przyczem powstaje lotny chlorek glinowy, mieszający się z gazem chlorowym, lub też nieznaczna część tego bezwodnego chlorku łączy się z gazem chlorowym. Towarzyszący gazom chlorowym chlorek glinu wchodzi natychmiast w reakcję z tlenkiem żelaza, przyczem powstaje tlenek glinu i ułatniający się chlorek glinowy. Ponieważ przebieg reakcji uzależnia się ilościowym stosunkiem odczynników, wystarcza by pewnej ilości tlenu odpowiadał równoważnik lub nieznaczny nadmiar glinu lub chlorku glinowego.

Oddzielony chlorek glinowy spala się z powietrzem lub czystym tlenem, przyczem otrzymuje się tlenek żelaza i wolny chlor. Ta reakcja przebiega również ilościowo, wobec czego wystarcza dla niej wziąć o ile możliwości najmniejszy nadmiar tlenu. Otrzymywany chlor może być znowu użyty do fabrykacji, a jego nieznaczne straty uzupełniają się dodawaniem świeżego chloru.

Dla oddzielania żelaza może być użyty zamiast chloru gazowego bezwodny lub wolny od tlenu chlorowodór z małą domieszką chlorku glinowego, i reakcja może się odbyć przy udziale węgla lub chlorku nie glinowego, lecz innego metalu, jak np. czterochlorku węgla, chlorku chromowego lub chlorku cynkowego; wymienione połączenie odczynników zastępuje wskazane poprzednio dodanie chlorku glinowego do chloru gazowego.

Gdy w tlenku glinowym, zawierającym żelazo jest zbyt mała ilość tegoż, można wyjątkowo działać lotnym chlorkiem glinowym zamiast tego, by najpierw odtleniać tlenek żelaza i następnie oddzielać żelazo i chlor; w tym przykładzie lotny chlorek glinowy reaguje wprost z tlenkiem żelaza, tworząc tlenek glinu, i ułatniający się chlorek żelazowy. Sposób powyższy jest dość prosty, jednak zwiększa zużycie chlorku

glinowego względnie glinu metalowego dla wytworzenia tlenku glinu.

Techniczna przewaga postępowania podług niniejszego wynalazku nad innemi, poprzednio stosowanemi metodami polega po pierwsze na tem, że oddzielenie żelaza jest ostatnim szczeblem całego procesu, wobec czego wszystkie poprzedzające zabiegi mogą odbywać się przy używaniu aparatów żelaznych, wyłączając szkodliwy wpływ żelaza aparatu na jakość przetworu, po drugie, że po wydzieleniu żelaza produkt staje się wyjątkowo porowatym a przez to dostępnym do szybkiego przenikania całej jego masy, przeznaczonemu do oddzielenia żelaza lotnemi odczynnikami i do odpowiednio szybkiego ułatniania się nazewnątrz powstającego przy reakcji chlorku żelazowego; te zalety dają możność wytwarzania produktu na wielką skalę w sposób zupełnie zadawalniający i we właściwym okresie czasu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania tlenku glinu przez rozpuszczanie w kwasie siarkowym surowców zawierających glin i oddzielenie powstających lotnych siarczanów przez podgrzewanie, znamienny tem, że wymienione rozpuszczenie odbywa się przy użyciu ciepłego kwasu siarkowego o takim stopniu stężenia, by zawarta w roztworze, po usunięciu z niego nierozpuszczalnych resztek i ostudzeniu, woda była związana z nim jako woda krystalizacyjna, odparowywana przy podgrzewaniu produktu w próżni bez ponownego stapiania siarczanów, przez co uzyskuje się bezwodny lub praktycznie bezwodny siarczan o znacznym stopniu porowatości, który celem oddzielenia kwasu siarkowego poddaje się żarzeniu, wskutek czego otrzymuje się jako produkt ostateczny odpowiedniej porowatości tlenki.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1,

znamienna tem, że rozpuszczanie, zawierających glin surowców, odbywa się w rozcieńczonym kwasie siarkowym, odparowywanym po oddzieleniu od niego nierozpuszczalnych resztek tak długo, aż pozostająca w roztworze, po oddzieleniu od niego nierozpuszczalnych resztek i ostudzeniu, woda związana jest z nim jako woda krystalizacyjna.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że powstający przy żarzeniu a zawierający tlenek żelaza, porowaty tlenek glinu oddziela się od żelaza zapomocą odtleniania tlenku żelaza na metalowe żelazo i dalszego podgrzewania w strumieniu chloru gazowego w obecności chlorku glinowego, przez co żelazo ulatnia się w postaci chlorku żelazowego.

4. Odmiana sposobu według zastrz. 3, znamienna tem, iż otrzymane przez żarzenie, zawierającego tlenek żelaza, tlenku glinu, żelazo, najpierw odtlenia się na metalowe żelazo, a następnie przez podgrzewa-

nie produktu w prądzie bezwodnego i wolnego od tlenu chlorowodoru w obecności chlorku glinowego produkt oddziela się od żelaza.

5. Sposób według zastrz. 3 lub 4, znamienny tem, że zamiast chlorku glinowego używa się węgla lub chlorku metalu, mającego większe powinowactwo z tlenem niż z chlorem, jak np. czterochlorku węgla, chlorku chromowego lub chlorku cynkowego.

6. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że otrzymany przy żarzeniu a zawierający tlenek żelaza, tlenek glinu, podgrzewa się w obecności chlorku glinowego, przy czem wskutek reakcji chlorku glinowego z tlenkiem żelaza powstaje tlenek glinu i ulatniający się chlorek żelaza.

Rudolf Jacobsson.

Zastępca: M. Kryzan,

rzecznik patentowy.

