



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 29.XI.1966 (P 117 637)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 20.XII.1968

Kl. 12 m, 7/74

MKP C 01 f 7/74

UKD 661.862.532

Twórca wynalazku: inż. Janusz Chrzanowski

Właściciel patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie
Odczynniki Chemiczne”, Gliwice (Polska)

Sposób oczyszczania roztworu siarczanu glinowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania roztworu siarczanu glinowego w szczególności od żelaza, ołowiu i innych domieszek. Znane są sposoby oczyszczania soli glinowych przez działanie dwutlenkiem manganu pochodzenia mineralnego takimi jak piroluzyt i polianit na roztwory wodne soli glinowych. Sposoby te są mało efektywne, ponieważ naturalny dwutlenek manganu posiada strukturę krystaliczną i przez to małą zdolność wymiany jonowej.

Ponadto występują zanieczyszczenia roztworu soli glinowych jonami manganu i innymi rozpuszczalnymi substancjami zawartymi w rudzie manganowej. Wiadomym jest również fakt, że szczególne właściwości chemisorbcyjne posiada sztucznie wytworzona zhydratyzowana odmiana dwutlenku manganu. Znany jest sposób oczyszczania soli glinowych, polegający na dodawaniu do roztworu niewielkich ilości soli manganu, które następnie utlenia się ozonem do dwutlenku manganu. Roztwory posiadają jednak zawsze wskutek hydrolizy odczyn kwaśny. Dodatkowe silne zakwaszenie się roztworu wiąże się z reakcją:



Obecność wolnego kwasu sprzyja reakcji:

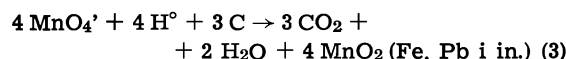


Wskutek reakcji (2) zawartość jonu manganowego może być obniżona najwyżej do rzędu 0,01 do

2

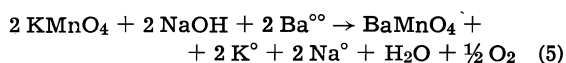
0,1% w stosunku do soli glinowej. Sposobem tym nie można więc wytwarzać soli glinowych wysokiej czystości, przydatnych dla potrzeb analizy chemicznej lub dla celów farmaceutycznych, niezależnie od faktu, że metoda ozonowa jest technologicznie bardzo skomplikowana i wymaga kosztownych urządzeń.

Sposób według wynalazku usuwa wymienione niedogodności i pozwala na otrzymanie soli glinowej o wysokiej czystości, w której zawartość manganu nie przekracza rzędu 0,0001%. Sposób ten opiera się na reakcjach:

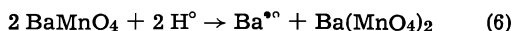


Stwierdzono, że w przypadku minimalnego nadmiaru jonu MnO_4' równowaga reakcji (4) w środowisku odpowiadającym naturalnej kwasowości soli glinowej jest praktycznie całkowicie przesunięta na prawą stronę. Sposób według wynalazku polega na wprowadzeniu do roztworu siarczanu glinowego nadmanganianu lub manganianu, który następnie redukuje się substancjami o słabych właściwościach redukujących aż do praktycznego zaniku barwy jonu nadmanganowego. Następuje to przy stężeniu jonu nadmanganowego rzędu 0,2 mg/litr. Stwierdzono, że korzystne jest stosowanie węgla aktywnego jako reduktora, którego działanie jest bardzo łagodne, przez co w pewnym stopniu utrud-

niona jest dalsza redukcja manganu do jonu Mn^{0} . Ponieważ reakcja między manganianem a węglem aktywnym zachodzi bardzo powoli, węgiel aktywny wprowadza się małymi porcjami, celem uniknięcia zbytniego nadmiaru. W powyższych warunkach następuje ponadto zmniejszenie jonów wodorowych w myśl reakcji (3), co korzystnie wpływa na usuwanie zanieczyszczeń. Jedynym tanim i dostępnym źródłem jonu MnO_4^- jest nadmanganian potasu. Jego stosowanie jest ograniczone tym, że powoduje zanieczyszczenia roztworu jonami potasu. Do wytwarzania siarczanu glinowego stosuje się korzystnie manganian baru, ponieważ bar wydziela się w postaci trudno rozpuszczalnego siarczanu barowego, który zostaje całkowicie usunięty łącznie z wytrąconym dwutlenkiem manganu, zawierającym zaabsorbowane z roztworu żelazo, ołów i inne kationy. Manganian baru, zieloną sól nierozpuszczalną w wodzie, otrzymuje się w wyniku reakcji (5):



Nawet w bardzo słabo kwaśnych roztworach (naturalna kwasowość roztworów soli glinu), manganian barowy przechodzi w rozpuszczalny w wodzie nadmanganian baru zgodnie z reakcją (6):



Manganian baru ulega reakcji z siarczanem glinu, z wytworzeniem nierozpuszczalnego siarczanu baru i nadmanganianu glinu. Oczyszczanie soli glinowej prowadzi się w gorącym, korzystnie we wrzącym 5—60 %-owym roztworze tej soli. Najkorzystniejsze stężenie roztworu soli wynosi 20 %.

Przykład. Do 3 l wody destylowanej, ogrzanej do temperatury 60°C, wsypano 0,65 kg nadmanganianu potasowego technicznego. Roztwór mieszało prawie do całkowitego rozpuszczenia nadmanganianu potasowego. Do roztworu nadmanganianu potasowego wlało ostrożnie 40 %-owy roztwór ługu sodowego technicznego w ilości 0,65 kg. Całość ogrzewano przez 45 minut. W międzyczasie przygotowywano roztwór technicznego chlorku baru, który w ilości 0,95 kg wsypano do 2 l wody destylowanej, ogrzanej do temperatury około 60°C. Po rozpuszczeniu się chlorku baru, jego roztwór wprowadzono mieszając, do otrzymanego w sposób wyżej opisany, gorącego alkalicznego roztworu manganianów. Z roztworu strącił się nierozpuszczalny osad manganianu baru, który odsączono i dokładnie odmyto od chlorków. Następnie po wymieszaniu go z wodą otrzymano papkę, którą użyto do usuwania zanie-

czyszczeń z siarczanu glinowego. W 180 l wody destylowanej rozpuszczono 120 kg siarczanu glinu technicznego. Rozpuszczenie przyspieszono przez ogrzewanie i mieszanie całej zawartości. Do otrzymanego roztworu siarczanu glinowego dodano około 1 kg wodorotlenku glinowego technicznego. Roztwór utrzymywano w stanie wrzenia, mieszając przez 15 minut. pH roztworu powinno się wahać w granicy 3,7—4. Następnie dodano całą ilość manganianu baru w formie dobrze wymieszanej z wodą pasty. Całość utrzymywano w stanie wrzenia przez dalsze 15 minut a następnie dodawano porcjami po 25 g węgla aktywnego, aż do praktycznie całkowitego odbarwienia roztworu. Przesączony gorący roztwór siarczanu glinowego zatężono do gęstości 1,45 mierzonej w temperaturze bliskiej temperatury wrzenia roztworu. Zatężony do gęstości 1,45 roztwór pozostawiono w chłodnym miejscu do krystalizacji. Od momentu gdy zaczynają się wydzielać kryształy siarczanu glinowego roztwór mieszało aż do całkowitego zestalenia się produktu. W ten sposób otrzymano 100 kg siarczanu glinowego o zawartości żelaza poniżej 0,003 % i metali ciężkich poniżej 0,001 % a więc odpowiadającego pod względem wymienionych zanieczyszczeń normie obowiązującej dla odczynnika „czystego do analizy”.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania roztworu siarczanu glinowego od żelaza, ołowiu i innych domieszek na drodze wytrącania w tym roztworze dwutlenku manganu stanowiącego sorbent zanieczyszczeń i następnego odsączania oczyszczonego roztworu **znamienny tym**, że do roztworu siarczanu glinu wprowadza się nadmanganian lub manganian z substancją o słabych właściwościach redukujących, przy czym następuje wytrącenie dwutlenku manganu, który sorbuje zanieczyszczenia, po czym wytrącony osad oddziela się od roztworu.
2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że jako substancję redukującą stosuje się węgiel aktywny.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2 **znamienny tym**, że do roztworu oczyszczanego wprowadza się manganian metalu tworzącego trudnorozpuszczalny siarczan korzystnie manganian barowy.
4. Sposób według zastrz. 1—3, **znamienny tym**, że proces oczyszczania prowadzi się w gorącym, korzystnie wrzącym, 5—60 %-owym roztworze soli glinowej.