



Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl

Zgłoszono: 21.VIII.1964 (P 105 525)

MKP C 01 f 7/02

Pierwszeństwo: _____

UKD 661.862.22

Opublikowano: 15.II.1966

Współtwórcy wynalazku: mgr Hubert Eisermann, mgr Włodzimierz Łowczowski, Jan Chromik, Elżbieta Tetzl, Anna Hędrzak

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

Sposób wytwarzania tlenku glinowego drobnokrystalicznego

1

Wynalazek dotyczy wytwarzania tlenku glinowego drobno krystalicznego nie zawierającego kryształów o wielkości powyżej 10μ przez wytrącanie wodorotlenku glinowego z roztworów soli glinowych amoniakiem i wyprażanie tego wodorotlenku.

Tlenek glinowy wytwarza się przez wyprażanie wodorotlenku otrzymywanego różnymi drogami. Można go wytrącać przez mieszanie przesyconych roztworów glinianu sodowego, przez mieszanie roztworu glinianu z roztworem soli glinowej, przez zakwaszanie roztworu glinianu lub przez alkalizowanie roztworu soli glinowej. Gdy chodzi o otrzymanie tlenku ściśle neutralnego stosuje się albo wytrącanie wodorotlenku z glinianu lotnym kwasem, albo z soli glinowej amoniakiem. Najczystszy produkt wytwarza się przez wytrącanie amoniakiem wodorotlenku z roztworu soli lotnego kwasu.

Żaden z tych znanych sposobów postępowania nie zapewnia bezpośredniego otrzymania tlenku glinowego wyłącznie w postaci kryształów poniżej 10μ . Aby taki produkt otrzymać w znany sposób, poddaje się gotowy tlenek uciążliwym zabiegom klasyfikacji w zawiesinie wodnej.

W wyniku badań nad strukturą wytrącanego wodorotlenku i powstającego z niego przez wyprażanie tlenku glinowego prowadzonych przy użyciu mikroskopu elektronowego, okazało się przede wszystkim, że o strukturze tlenku decydują w pierwszym rzędzie właściwości wodorotlenku, wo-

2

bec czego przede wszystkim na wytwarzanie wodorotlenku należy zwrócić uwagę. W dalszym ciągu okazało się, że do wytrącenia wodorotlenku, który po wyprażeniu przechodzi w tlenek drobnokrystaliczny nie zawierający kryształów poniżej 10μ potrzebne jest zachowanie dwóch warunków: w roztworze soli glinowej, z której ma się wytrącać wodorotlenek nie mogą się znajdować makrokationy, a podczas wytrącania należy uniknąć powstawania makroanionów.

Według wynalazku pierwszy z tych warunków spełnia się przez poddawanie roztworu działaniu substancji kationotropowej, na której zostają związane przede wszystkim makrokationy.

Substancją kationotropową są wszystkie te substancje, które mają właściwość wymiany kationów, jak zeolity naturalne i sztuczne, węgiel sulfonowany i kationity. Osiąga się to również przez pozostawienie na dłuższy okres czasu roztworu silnie zakwaszonego. Stwierdzono bowiem, że markokationy ulegają rozpadowi w środowisku silnie kwaśnym, jednakże rozpad ten następuje powoli.

W celu spełnienia drugiego warunku, wodę amoniakalną stosowaną do wytrącenia wodorotlenku buforuje się według wynalazku do wartości pH poniżej 11. Okazało się bowiem, że do powstawania makroanionów niezbędna jest obecność anionów $(\text{AlO}_3)^-$, z których te makroaniony powstają. Ponieważ do istnienia jonów $(\text{AlO}_3)^-$ potrzebna jest wyższa zasadowość niż $\text{pH} = 11$, stosując niższą

zasadowość unika się tworzenia tych jonów i wyklucza się możliwość powstania makroanionów. Woda amoniakalna użyta do strącania mogła by wytworzyć wyższą zasadowość i dlatego należy ją zbuforować dodatkiem soli amonowej. Dodatek ten w ilości np. 1—2 części wagowych suchej soli amonowej na 100 części 12%-owej wody amoniakalnej jest na ogół wystarczający.

Według wynalazku roztwór wodny soli glinowej zwłaszcza azotanu glinowego, zadaje się substancją kationotropową, zwłaszcza węglem sulfonowanym i po dokładnym wymieszaniu odsąca. Przesączając wlewa się do wody amoniakalnej np. 10—20%-owej zawierającej 1—2% soli amonowej. Stosując dość stężone roztwory soli glinowej, otrzymuje się jednorodną zawiesinę, którą rozdziela się przez wirowanie na gęstą pastę i roztwór soli amonowej. Pastę zarabia się kilkakrotnie wodą, odwirowując za każdym razem aż do dostatecznego odmycia, kontrolując zawartość jonów w popłucz-
kach. Osad wysuszony i przesiany przez gazę młyńską wypraża się w znany sposób w temperaturze około 600°C. Część odwirowanego roztworu soli amonowej służy jako dodatek do wody amoniakalnej w następnej szarży produkcyjnej. Środek kationotropowy przeważnie nadaje się do kilkakrotnego zastosowania po każdorazowym zregenerowaniu kwasem.

Odmiana sposobu według wynalazku polega na tym, że roztwór wodny soli glinowej zwłaszcza azotanu glinowego zakwasza się, zwłaszcza kwasem azotowym do wartości pH poniżej 2 i pozostawia na przeciąg co najmniej 48 godzin. W dalszym ciągu postępuje się jak wyżej.

Przykład. Do 150 litrów 30%-owego roztworu wodnego azotanu glinowego o pH = 2 do-

dano 2 kg węgla sulfonowanego i po dokładnym wymieszaniu przesączono przez tkaninę filtracyjną. Otrzymany roztwór wlewa się podczas mieszania do 100 litrów roztworu zawierającego 12% amoniaku i 1,25% azotanu amonowego. Z otrzymanej jednorodnej zawiesiny wydzielono większą część roztworu azotanu amonowego za pomocą wirówki. Na wirówce pozostała gęsta pasta wodorotlenku glinowego, którą pięciokrotnie zarobioną wodą i po dokładnym mieszanii ponownie kierowano na wirówkę. Po tych zabiegach zawartość anionów NO_3^- wynosiła poniżej 0,5%. Osad wysuszono, przesiano przez gazę młyńską i wyprażono w suszarce tacewej w temperaturze 600°C. Otrzymano tlenek glinowy o wysokiej czystości, w którym badanie mikroskopowe nie wykazało kryształów większych niż 10 μ . Istniały w nim zlepienie drobnych kryształów większe niż 10 μ , które rozpadały się przy ucieraniu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania tlenku glinowego drobno-kryształicznego przez wytrącanie wodorotlenku z roztworu soli glinowej i wyprażanie go, **znamienny tym**, że roztwór soli glinowej poddaje się działaniu środka kationotropowego, a po odsączeniu tego środka wprowadza do wody amoniakalnej zbuforowanej dodatkiem soli amonowej do wartości pH niższej niż 11.
2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, **znamienna tym**, że roztwór soli glinowej zakwasza się do wartości pH poniżej 2 i pozostawia na przeciąg co najmniej 48 godzin, po czym wprowadza się do wody amoniakalnej zbuforowanej dodatkiem soli amonowej do wartości pH poniżej 11.