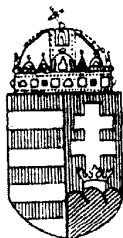


(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

SZOLGÁLATI TALÁLMÁNY

(11) Lajstromszám:

201 276 A

(22) Bejelentés napja: 1988.10.27.

(21) 5601/88

(51) Int Cl^s

C 01 F 7/02

(41) (42) Közzététel napja: Közzététel mellőzésével megadva.

(45) Megadás meghirdetésének dátuma

a Szabadalmi Közlönyben: 1990.10.28. SZKV 90/10.

(72) Feltalálók:

Bánvölgyi György 44%
dr. Zöldi József, 15%
dr. Siklósi Péter, 15%
Ferenczi Tibor, 10%
dr. Csordás T. Anna, 4%
dr. Fehér Iván, 4%
dr. Tassy Miklósné, 4%
Sajó István 4%
Budapest (HU)

(73) Szabadalmas:

Alumíniumipari Tervező és Kutató Intézet,
Budapest (HU)

(54) ELJÁRÁS TIMFÖLD ELŐÁLLÍTÁSÁRA GIBBSITES BAUXITOKBÓL

(57) KIVONAT

A találmány szerinti eljárást oly módon hajtják végre, hogy a feltárásba bevezetett bauxitot adott esetben előzetesen ismert módon kovasavtalanítják, és a bauxit és a 80–180 g/l Na₂O_k-tartalmú, legalább 2,1 mólviszonyú és 1 g/l-nél kisebb SiO₂-koncentrációjú feltáró oldat arányának ismert módon való szabályozásával a feltáró reaktorból kilépő zagy folyadékfázisában az

összefüggéssel meghatározott reaktív hidroxidion-koncentrációt, ahol
 $c^{eq}Al_2O_3$, g/l a gibbsittel szemben fennálló egyensúlyi Al₂O₃-koncentráció, g/l
 cAl_2O_3 az aktuális Al₂O₃-koncentráció, g/l és
 $cSiO_2$ az aktuális SiO₂-koncentráció, g/l,
6 g/l-nél kisebb, előnyösen 0–2 g/l értéken tartják.

$$AH = 34 \cdot \left(\frac{c^{eq}Al_2O_3, g/l - cAl_2O_3}{102} - \frac{cSiO_2}{60} \right)$$

A leírás terjedelme: 7 oldal, ábra nélkül

HU 201 276 A

A találmány tárgya eljárás timföld előállítására gibbsites típusú bauxitból a timföld kinyerésére alkalmazott Bayer-eljárás továbbfejlesztésével. A találmány tárgya közelebbről olyan eljárás, amely során a bauxitot alkálilhidroxid-alkáli-aluminát oldattal összekeverve 100–180 °C hőmérsékleten feltárjuk, a feltárt zagyból hígítás után a vörösiszapot üleptéssel elkülönítjük és kimossuk, majd a kapott nátrium-aluminát oldatból hűtéssel és keveréssel kiválasztjuk és szűrővel eltávolítjuk a timföldhidrátot, majd azt tömfölddé kalcináljuk.

A Bayer-eljárásnál a bauxitot nátrium-aluminát nézve telítetlen nátriumhidroxid-nátrium-aluminát oldatban – a bauxit ásványtani összetételétől függően – 100–300 °C hőmérsékleten feltárják, azaz az oldható alumínium-ásványokat oldott nátrium-alumináttá alakítják át. A feltárás után a zagyot – hőtartalmának hasznosítása mellett – atmoszférikus forráspontra lehűtik, hígítják és az oldhatatlan maradékok eltávolítása után további hűtéssel túltelített oldatból alumíniumhidroxidot (timföldhidrátot) kristályosítanak ki, majd annak elválasztása után az anyalúgot – esetleg egy részének bepárlása után – visszavezetik a feltáráshoz. A timföldhidrátot mosás után 1000 °C feletti hőmérsékleten tömfölddé, technikailag tiszta Al_2O_3 -má kalcinálják.

A bauxitok a feltáráshoz alumínium-ásványokon (gibbsit, böhmít, diaszpor) túl mindig tartalmaznak bizonyos mennyiségű szilíciumtartalmú összetevőt is. A SiO_2 -tartalom főleg kaolinitként ($Al_2O_3 \cdot SiO_2 \cdot 2H_2O$), ezenkívül különösen kvarc (SiO_2), chamosit, illit, halloysit alakjában fordul elő a bauxitokban. A felsorolt összetevőkön kívül kisebb-nagyobb mennyiségben Fe_2O_3 - TiO_2 -tartalmú alkotók is találhatóak a bauxitokban. Azokat a bauxitokat tekintjük gibbsites típusúnak, amelyekben a gibbsit mennyisége eléri a feltáráshoz alumínium-ásványok (gibbsit + böhmít + diaszpor) legalább 90 tömeg%-át.

A szakirodalomból ismeretes, hogy a bauxitokban található SiO_2 -ásványok a feldolgozás során átalakulnak nátrium-alumínium-hidroszilikátokká.

80–200 g/l Na_2O_k -koncentrációjú 2,5–3,5 mólvizonyú oldatban 140–150 °C hőmérsékleten keletkező nátrium-alumínium-hidroszilikát Na_2O/SiO_2 tömegarányára a különféle szerzők 0,62–0,79 közötti értékeket adnak meg (Adamson, A.N.: *Alumina production: principles and practice*. The Chemical Engineer, Hune, 1970, p. 156–171; Sartowski Z., Vargáné Kiss Zs., Bulkai D.: *Előkovasavtalanítás a Bayer-eljárásban*. Bányászati és Kohászati Lapok, Kohászat, 114, /1981/, 2. p. 79–85; Yamada, K. et al.: *Process for extracting alumina from aluminous ores*. /4 426 363 sz. USA szabadalmi leírás/). Ez az arány lehetővé teszi a kémiai kötött marónátronvesztés számítását, mely a Bayer-eljárás szerinti timföldgyártás egyik jelentős költségeleme.

Kausztikus Na_2O -n, amelyet Na_2O_k képlettel jelölünk, a folyadékfázisban szabad OH^- ionként és $(Al(OH)_4)^-$ komplex anionként jelen levő OH^- ionokkal egyenértékű Na^+ ionok Na_2O -ban kifejezett mennyiségét értjük.

A kausztikus mólvizony az oldatban levő kausztikus Na_2O és Al_2O_3 mólok hányadosa.

Az amerikai terminológiában a fentiekkel meg-

egyezően értelmezett kausztikus koncentrációt Na_2CO_3 -ban kifejezve adják meg. Ugyancsak az amerikai terminológiában elterjedten használják az oldott Al_2O_3 koncentráció és az Na_2CO_3 -ban kifejezett kausztikus koncentráció hányadosát, melyet A/C viszonyzámnak neveznek.

A gibbsites bauxitokat jellemzően 140–150 °C-on (kivételes esetben 105 °C-on) ún. kishőmérsékletű feltárással dolgozzák fel. A tipikus megvalósítás szerint a bauxitot a feltáráshoz vezetett, oldott Al_2O_3 -ban szegény oldat 10–20%-ot kitevő hányadában felzagyolják. A mintegy 80 °C-os zagyot rendszerint előmelegítés nélkül, 1–2 óránál nem hosszabb ideig tartó tárolás után hozzákeverik a feltárolóútnak hőcserélőkben kb. 160 °C-ra melegített fő áramához. Gőz közvetlen bevezetésével érik el, hogy az összekeverés után kapott zagy hőmérséklete a kívánt 140–150 °C-on stabilizálódjék. A vázlatosan ismertetett megoldást kétáramú feltárásnak nevezik. A gibbsites bauxitok feltáráására jellemzően 90–120 g/l kausztikus Na_2O -koncentrációjú, 2,6–2,8 mólvizonyú kikeverés utáni anyalúgot, (a timföldgyártással kapcsolatos szakirodalomban használatos kifejezéssel: returlúgot) használnak. A bauxitnak a feltárási lúgoldatba való bemérését (a bauxit/feltárási lúgoldat arányszabályozását) úgy irányítjuk, hogy a feltárási reaktor elhagyó oldatfázis kausztikus mólvizonya 1,34–1,45 (A/C viszonyszáma 0,66–0,72) legyen. A kishőmérsékletű feltárásnál 40–100 perc tartózkodási időt alkalmaznak, melyet 3–5 sorbakötött autoklávban valósítanak meg. A feltárási első 10–20 percében megtörténik a gibbsit beoldódása.

A gibbsit reakciójával párhuzamosan a kaolinit és beoldódik a folyadékfázisba. A feltehetően komplex ionként jelen lévő oldott SiO_2 egyensúlyra vezető reakcióban átalakul szilárd fázisú nátrium-alumínium-hidroszilikáttá. A göcök képződéséhez, a kristályok kialakulásához és növekedéséhez hosszabb idő szükséges, mint a gibbsit beoldásához, ezért alkalmaznak rendszerint 40–100 perc tartózkodási időt a reaktorban (Carlos, S.: *Interalumina Bauxite Grinding and Digestion*. Engineering and Mining Journal, May, 1983, p. 29–94; Kotte, J. J.: *Bayer Digestion and Predigestion Desilication Reactor System*. Light Metals. Proc. of AIME Annual Conference, 1981, p. 45–79.).

A feltárási reaktort elhagyó 140–150 °C hőmérsékletű, 1,34–1,45 mólvizonyú oldat böhmitre nézve túltelített. A bauxit és a feltárási lúgoldat arányát úgy szabályozzák, hogy az oldat Al_2O_3 -koncentrációja az egyensúlyi értéket 18–20 g/l-nél jobban ne közelítse meg. Amennyiben az egyensúlyi Al_2O_3 -koncentrációt jobban megközelítenek, a böhmitre való túltelítés növekedése miatt a szokásos tartózkodási idő alatt fellépő, 0,5–2% Al_2O_3 -at kitevő másodlagos böhmítképződés növekedne, gazdasági szempontból el nem viselhető mértéket érne el.

A vörösiszapmosás célja, hogy ellenáramú mosás révén a gyárat elhagyó vörösiszapot kísérő folyadékfázis oldott Na_2O_k - és Al_2O_3 -koncentrációját a lehető legkisebbre csökkentsék. Az üleptetőben a folyadékfázis Al_2O_3 -ra nézve túltelített, ezért megkezdődik az adott körülmények között egyensúlyi fázis, a gibbsit kiválása. Az 1. mosóban a ki-

sebb Na_2O -koncentráció és hőmérséklet következtében a túlteltés nagyobb, mint az üleptőben, ezért a másodlagos gibbsitképződés erőteljesebb. Az üleptés-mosás során a másodlagos gibbsitképződés miatt a bauxittal bevitt Al_2O_3 2-3%-át kitevő veszteség lép fel.

A 203 873 sz. közzétett európai szabadalmi bejelentés és a T/41326 számon közzétett 1697/86 sz. magyar szabadalmi bejelentés kis SiO_2 -tartalmú gibbsites bauxitok feldolgozására vonatkozik. Lepetit és Mordini eljárása szerint a bauxitot 50-120 g/l Na_2O_k -koncentrációjú oldatban őrlik, mely oldat legalább részben vörösiszap vagy timföldhidrát mosásából származik, a kapott zagyot 80-100 °C hőmérsékleten annyi ideig kezelik, hogy a kaolinit legalább 85%-a átalakuljon nátrium-alumínium-hidroszilikáttá. Az eljárás hátránya, hogy a mosóvízben végzett őrléssel a feltárási műveletet felesleges víz bevitelével terheli, mely víznek az elpárologtatása a gyártás energiafelhasználását növeli.

Nagy kaolinittartalmú, gibbsites típusú bauxitok feldolgozására ajánl eljárást Grubbs találmány (4 614 641 sz. USA szabadalmi leírás). A találmány szerint a bauxitot törlik, majd 105 μm -nél (50 mesh) osztályozzák, a kaolinitban dúsabb finom frakciót 140 g/l-nél nagyobb Na_2O_k -koncentrációjú nátrium-alumínát oldatban 80-130 °C hőmérsékleten feltárlják, a szilárd fázist üleptéssel eltávolítják, az oldott alumíniumban és kvasavban dús folyadékfázist hozzákeverik a külön ágon, 140-150 °C hőmérsékleten feltárt durva frakcióhoz.

A gibbsites bauxitok feldolgozására széleskörűen alkalmazott ismert technológiák kedvezőtlen vonása, hogy a timföldgyárba bekerülő reaktív SiO_2 kb. 0,65-0,69 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ tömegarányal kötött marónátron-vesztéséget okoz. A feltárológ oldóképességét nem használják ki teljesen, ilyen módon a lúgáram egy részének felmelegítésére és szivattyúzására feleslegesen fordítanak hő- és villamosenergiát. Mindez a feltároló üzemrész átbocsátóképességét csökkenti, a fajlagos energiafelhasználást növeli. A tipikus kishőmérsékletű feltárlási technológia további hátránya a 0,5-2 órás tartózkodási idő, mely költséges, nyomás alatt üzemelő berendezések (autoklávok) beépítését igényli. Az autoklávokban nehézkes az anyagtovábbítás megoldása ill. a zagy leülepedésének megakadályozása. Az elterjedten alkalmazott kishőmérsékletű feltárlási technológia további hátránya a másodlagos böhmitképződés, emly sok esetben 0,5-2% Al_2O_3 -vesztéséget okoz. A jelenlegi technológiák hátránya az üleptő- és mosórendszerben bekövetkező másodlagos gibbsitképződés is, melynek következtében rendszerint 2-3% Al_2O_3 -vesztés lép fel.

A találmány célja az ismert technológiák hátrányainak csökkentése olyan egyszerű eljárás révén, mely lehetővé teszi a reaktív SiO_2 által okozott kötött marónátron-vesztések csökkentését, a feltárológ oldóképességének és a berendezések kapacitásának teljesebb kihasználását, a feltárlási reakció idejének és a feltárlási művelet energiafelhasználásának számottevő csökkentését, valamint azt, hogy az oldatban a piaci igényeknek megfelelő minőségű timföld gyártásához kedvező SiO_2 -koncentrációt érjünk el. A találmány célja továbbá a vesz-

teséget okozó másodlagos böhmit- és gibbsitképződés mérséklése, illetve megelőzése is.

100 °C-on 100-180 g/l Na_2O_k -koncentrációjú, 3,1-3,4 mólvízos oldatokban különböző szilárdanyag-tartalmú zagyokkal végzett előkvasavtalanítási kísérletek kimutatták, hogy 100-150 g/l Na_2O_k -koncentráció-terományban a kaolinit átalakulása 4-6 órára történő növelésével sem érhető el a 4-6 óra alatt elért 50-70%-nál nagyobb mértékű átalakulás.

Korábban nem vizsgálták mélyrehatóan a gibbsit beoldódásának és a kaolinit átalakulásának összefüggését.

A reakció mechanizmusát kinetikai modellezés segítségével vizsgáltuk. A kinetikai modellezés révén jutottunk arra az új felismerésre, hogy a komplex reakciómechanizmusban mind a kaolinit, mind a gibbsit beoldódásának közös hajtóereje a reaktív OH^- -koncentráció; a kaolinit és a gibbsit mintegy verseng a rendszerben lévő szabad OH^- -ionokért. A reaktív OH^- -koncentráció definíciója:

$$AH = 34 \cdot \frac{c^{\text{eq}}\text{Al}_2\text{O}_3, \text{gi} - c^{\text{Al}_2\text{O}_3} - \frac{c^{\text{SiO}_2}}{60}}{102}$$

ahol:

$c^{\text{eq}}\text{Al}_2\text{O}_3, \text{gi}$ a gibbsittel szemben fennálló egyensúlyi Al_2O_3 -koncentráció, g/l

$c^{\text{Al}_2\text{O}_3}$ az aktuális Al_2O_3 -koncentráció, g/l

c^{SiO_2} az aktuális SiO_2 -koncentráció, g/l

A képletben szereplő 102 az Al_2O_3 , a 60 SiO_2 móltömegét, a 34 két OH^- móltömegét reprezentálja.

Nem okoz lényeges változást, ha AH kiszámításánál az oldott SiO_2 -koncentrációt figyelmen kívül hagyjuk, ugyanis az rendszerint 2-3 nagyságrenddel kisebb az Al_2O_3 -koncentrációnál.

A szakirodalom szerint az átalakulási folyamat során a kaolinit beoldódása igen rövid idő alatt eljátszódik (Adamson, A.N.: Alumina production: principles and practice. The Chemical Engineer, June, 1970, p. 156-171; Kotte, J.J.: Bayer Digestion and Predigestion Desilication Reactor System. Light Metals. Proc. of AIME Annual Conference, 1981, p.45-79.).

A szakirodalom tanúsága szerint nem vizsgálták a gibbsit és a kaolinit alkálhidroxid-alkálialumínát oldatokban párhuzamosan lejátszódó reakcióinak sebessége viszonyait és a reakciók összefüggését.

A kinetikai modellezés során a szakirodalom alapján nem várhatóan azt tapasztaltuk, hogy a gibbsit beoldódásának sebessége mintegy 2-8-szor nagyobb, mint a kaolinité.

Ebből következett az a felismerés, hogy ha eleendő mennyiségű gibbsit van jelen, akkor az elfogyasztja a jelenlévő reaktív OH^- -t, ezért a kaolinit bizonyos, adott esetben számottevő hányada „túléli” akár a 140-160 °C-os feltárlást is.

Az általunk elvégzett vizsgálatok beigazolták ezt a felismerést. Megfelelő mennyiségű gibbsit jelenléte esetén a feltárlás utáni iszapban az elméleti 0,69 értéknél lényegesen kisebb, 0,4-0,5 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ arányokat találtunk. Röntgendiffrakcióméterrel kimu-

tatható volt a reagálatlan kaolinit 20, sőt 60 percig tartó, 150 °C-on végzett feltárás után is. Ezek az eredmények a korábbi ismeretek alapján nem voltak várhatóak.

A közel azonos mólviszonyú, de különböző Na_2O_k -koncentrációjú nátriumhidroxid-nátrium-aluminát oldatokban végzett mérések eredményeit legjobban leíró kinetikai modell azt sugallja, hogy a reakció során képződő nátrium-alumínium-hidroszilikát lassítja, majd leállítja a kaolinit további átalakulását. Ezt a jelenséget azzal magyarázzuk, hogy a kaolinit egy részének átalakulása során képződő nátrium-alumínium-hidroszilikát mintegy védőréteggént viselkedve gátolja a kaolinit további átalakulását. A timföldgyári lúgodatban részlegesen átalakult kaolinit felületén a nátrium-alumínium-hidroszilikát jelenlétét a legújabb kutatások igazolták (Roach G.I.D., White, A.J.: Dissolution Kinetics of Kaolin in Caustic Liquors. Light Metals. Proc. of AIME Annual Conference, 1988. p. 41-47.).

A találmány alapja az a felismerés, hogy ha a 140–180 °C hőmérsékletű feltárásnál az adott esetben részlegesen előkovasavtalanított bauxitot tartalmazó zagy oldatfázisának reaktív OH^- -koncentrációját 6 g/l-nél, előnyösen 2 g/l-nél kisebb értéken tartjuk, akkor meggátolhatjuk a kaolinitnek nátrium-alumínium-hidroszilikáttá történő átalakulását.

E felismerés alapján gibbsites bauxitokból azokat alkálilhidroxid-alkálialuminát feltáró oldattal összekeverve és 100–180 °C, előnyösen 140–160 °C hőmérsékleten feltárva, a feltárt zagyból a vörösiszap hígítás után ülepítéssel való elkülönítése és kimosása révén kapott nátrium-aluminát oldatból a timföldhidrát hűtéssel és keveréssel való kiválasztása és a timföldhidrát kalcinálása útján oly módon állítunk elő timföldet, hogy a feltárásba bevezetett bauxitot adott esetben előzetesen ismert módon kovasavtalanítjuk, és a bauxitot adott esetben előzetesen ismert módon kovasavtalanítjuk, és a bauxit és a 80–180 g/l Na_2O_k -tartalmú, legalább 2,1 mólviszonyú és 1 g/l-nél kisebb SiO_2 -koncentrációjú feltáró oldat arányának ismert módon való szabályozásával a feltáró reaktorból kilépő zagy folyadékfázisában a fenti képlet szerinti reaktív hidroxidion-koncentrációt 6 g/l-nél kisebb, előnyösen 0–2 g/l közötti értéken tartjuk.

A feltáró berendezésekben 3 fő rész különíthető el:

- a feltárólúg, illetve a bauxitzagy feltárási hőmérsékletre történő felmelegítésére szolgáló rész
- a feltárási reakció lefolytatására szolgáló rész (reaktor)

c) a reaktort elhagyó zagy hőmérsékletének és nyomásának csökkentésére szolgáló rész.

Ha a reaktív hidroxidion-koncentráció számításánál az SiO_2 -koncentrációt elhanyagoljuk, a reakció hajtóereje az egyensúlyi és az aktuális Al_2O_3 -koncentrációk különbségével lesz arányos.

Ezért a találmány szerinti eljárást előnyösen úgy valósítjuk meg, hogy a bauxit és a feltáró oldat arányának szabályozásával a feltárást a feltáró reaktorból kilépő zagy folyadékfázisára jellemző egyensúlyi Al_2O_3 -koncentráció legalább 18 g/l-re,

előnyösen 0–6 g/l-re való megközelítéséig vezetjük.

A bauxit és a feltáró oldat összekeverésekor a két komponens arányát ismert módon állítjuk be. Előnyösen a bauxit tömegáramát és a feltáró oldat térfogatáramát mérjük, és ezek arányának szabályozásával tartjuk a reaktív hidroxidion-koncentrációt a fent megadott határok között. Ez az egyébként ismert művelet analóg a szakirodalomban zagybeállításnak, A/C viszony-, illetve mólviszony-szabályozásnak nevezett művelettel.

A találmány gyakorlati megvalósítása során előnyösen úgy járunk el, hogy a szabályozott jellemzőt számítjuk, és annak kiszámítása során figyelembe vett koncentrációkat a folyamat modellje segítségével határozzuk meg. A szabályozás egyszerűen megvalósítható a feltárt zagy elektromos vezetésének mérése révén is.

A találmány megvalósítása során előnyösen úgy járunk el, hogy a bauxitot a feltáró oldat legalább 10/-ával összekeverve pihentetjük. Ezt az előkovasavtalanításnak nevezett műveletet 80–120 °C, előnyösen 90–100 °C hőmérsékleten enyhe keverés mellett – 0,03–0,2 kW/m^3 zagy keverési energia felhasználásával – végezzük, a kaolinit átalakulását 0,5–20, előnyösen 2–4 óra után, azaz a kaolinit 10–80, előnyösen 20–50%-ának átalakulása után megszakítjuk. Így gátoljuk meg a még nem reagált kaolinitnek a későbbi műveletekben nátrium-alumínium-hidroszilikáttá való átalakulását. Ugyanakkor annak révén, hogy a feltáró reaktorba kerülő szilárd fázisban nátrium-alumínium-hidroszilikát göcöket képezünk, elősegítjük a folyadékfázisba a feltárás műveletében beoldódó SiO_2 nátrium-alumínium-hidroszilikátként való mielőbbi kiválasztását.

A találmány szerint a korábban szokásosnál lényegesen kisebb idő, 1–60, előnyösen 3–20 perc alatt elvégezhető a gibbsites bauxitok feltárása. A művelet az úgynevezett autoklávornál eljárás technikai szempontból kedvezőbb csőreaktorban is gazdaságosan megvalósítható.

Előnyös továbbá, ha oldott Al_2O_3 -ban szegény alkálilhidroxid-alkálialuminát oldatot vezetünk a hígítás és/vagy a vörösiszap-elkülönítés (ülepítés) és/vagy a vörösiszapmosás művelethez. Ily módon ugyanis a mosósori oldatfázis Al_2O_3 -túltelítését csökkenthetjük, ezáltal a másodlagos gibbsitképződést mérsékelhetjük. Oldott Al_2O_3 -ban szegénynek azt a timföldgyári lúgodatot tekintjük, amelynek kausztikus mólviszonya 2,5-nél, előnyösen 2,7-nél nagyobb. Az oldott Al_2O_3 -ban szegény alkálilhidroxid-alkálialuminát oldat nemcsak returlúg, hanem vörösiszap-kauszifikálásból, szódasó-kauszifikálásból, timföldhidrát mosásából, vörösiszap hidrotermális kezelésből származó oldat ill. ezek keveréke is lehet. Az oldott Al_2O_3 -ban szegény oldat(ok)at a vörösiszapülepítés-mosás folyamatban egy vagy több ponton is hozzáadhatjuk a vörösiszap-zagyhoz ill. a mosófolyadékhoz. A feltárást megkerülő returlúg ülepítő és mosósor közötti megosztásának optimumát műszaki-gazdasági vizsgálat segítségével, szabályozástechnikai megfontolások figyelembevételével célszerű meghatározni.

A különféle eredetű és minőségű bauxitok esetében a technológiai jellemzők optimális kombinációját optimalizáló kísérletekkel határozzuk meg.

A feltárás végén megengedhető SiO₂-koncentráció meghatározását egyszerűsített példán mutatjuk be. Vegyünk alapul egy olyan timföldgyárat, ahol jó minőségű, kevés vörösiszapot adó gibbsites bauxit kerül feldolgozásra. Tegyük fel, hogy a kikeverés során 1 m³ aluminátlúgból 75 kg Al₂O₃ válik ki, a timföld SiO₂-szennyezését 0,020%-ban kívánjuk maximálni és hogy a feltárást elhagyó oldatfázisban lévő SiO₂ 25%-a válik ki a hígítás és az ülepítés során. A szakirodalomból ismeretes (Teas, E.B., Kotte, J.J.: The effect of impurities on process efficiency and methods for impurity control and removal. Proc. of JBI/JGS Symposium 1980 Titled „Bauxite/Alumina Industry in the Americas”), hogy a kikeverőbe belépő oldott SiO₂-nak mintegy 2%-a kerül a timföldbe. Tegyük fel továbbá, hogy a feltáró reaktort a hőredukálási eljáráshoz és a kikeverőbe belépő oldat Na₂O_k-koncentrációja nem tér el egymástól és a teljes returlúgmennyiség áthalad a feltáráson. Ebben az esetben a kikeverőbe belépő és a feltáró reaktort elhagyó oldatfázis mennyisége közel megegyezik. A fenti feltételezések mellett a feltáró reaktort elhagyó oldatfázisban az SiO₂-mértékből következően 1 g/l SiO₂ engedhető meg.

A találmány szerinti eljárás főbb előnyei a követ-

kezők:

- 5 a) A SiO₂-tartalmú ásványok teljes átalakulását meggátoljuk, ennél fogva a kémiai kötött maronátron-vesztés Na₂O/SiO₂ arányban kifejezve 0,4–0,55 értékre csökken,
 - 10 b) a korábban alkalmazott eljárásokhoz képest több bauxit mérhető be egységnyi térfogatú feltárólúgba, ezért a feltárási művelet energiafelhasználása kisebb, a feltáró berendezés kisebbre méretezhető, illetve a már meglévő feltáró berendezések kapacitása növekszik,
 - 15 c) a kisebb tartózkodási idő lehetővé teszi a meglévő reaktoroknál a kapacitás további növelését, illetve új berendezés létesítésekor jelentős megtakarítás érhető el,
 - 20 d) az eljárás alkalmazása révén a feltárás mellékreakciójaként lejátszódó, veszteséget okozó gibbsit → böhmít átalakulás mérsékelhető, illetve gyakorlatilag kiküszöbölhető,
 - 25 c) az ülepítés-mosás műveletekben fellépő másodlagos gibbsitképződés számottevően mérsékelhető.
- A kishőmérsékletű feltárás széles körben alkalmazott megvalósításának és a találmány szerinti eljárásnak az összevetését az alábbi táblázatban mutatjuk be:

Összehasonlító táblázat

		tipikus hagyományos megoldás	találmány szerinti
feltárólúg Na ₂ O _k -koncentráció	g/l	140	140
feltárás utáni mólviszony	-	1,35	1,20–1,25
feltárási hőmérséklet	°C	143	150–160
a zagy tartózkodási ideje a reaktorban	perc	100	3–15
reaktív OH-koncentráció a feltáró reaktorból való kilépés helyén	g/l	7	2
Na ₂ O/SiO ₂ tömegarány a feltárás utáni iszapban		0,69	0,40–0,55
másodlagos böhmítképződés a feltárás során, Al ₂ O ₃	%	0,5–2	0–0,5
másodlagos gibbsitképződés az ülepítés-mosás során, Al ₂ O ₃	%	2–3	0–0,5
aluminátlúg mólviszony	-	1,40	1,40
feltárást megkerülő returlúg hányad	%	0	20–25

A találmány szerinti eljárás néhány lehetséges kiviteli módját példák segítségével mutatjuk be, a példák azonban nem jelentik az igénypontok korlátozását.

1. példa

A kísérlethez az alábbi tömeg%-os összetételű, a braziliai Treebetas lelőhelyről származó, „ultra-fine” minőségű bauxitot használtuk:

Al ₂ O ₃	gibbsitben	51,0-51,4%
	böhmítben	0,4-0,8%
	kaolinitben	2,2%
		54,0%
SiO ₂	kvarcban	0,52%
	kaolinitben	2,53%

50	Fe ₂ O ₃	hematitban	3,05%
		geothitben	7,7%
			4,3%
			12,0%
55	Izzítási veszteség		29,9%
		A bauxitot 152,3 g/l Na ₂ O _k -, 79,7 g/l Al ₂ O ₃ -, 0,3 g/l SiO ₂ -koncentrációjú timföldgyári lúgban feltártuk, 1 liter oldatba 235 g száraz bauxitot mértünk be. A feltárást 150 °C-on, autokláv bombákban végeztük. A kísérleti időt az előre felmelegített olajfürdőbe való behelyezéstől számítottuk. A kísérleti technikából következően (az autokláv bomba és a benne lévő zagy felmelegítésének időigénye miatt) a zagynak a fürdő hőmérsékletén való tartózkodási ideje a mért értéknél kevesebb. A kísérleti időket lejártá után a bombákat lehűtés után kibontottuk, a	
60			
65			

fyoladékfázist centrifugálással elválasztottuk, majd elemeztük. A szilárd fázist desztillált vízzel három-

szor kimostuk, majd szárítás után elemeztük. A mérési eredmények a következők:

kísérlet idő perc	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	oldatfázis molvi szony -	SiO ₂ g/l	reaktív OH ⁻ g/l	szilárd fázis	
	g/l	g/l				Na ₂ O SiO	Al ₂ O ₃ SiO ₂
10	136,2	179,2	1,25	1,07	3,14	0,137	6,90
15	133,1	182,4	1,20	0,92	0,26	0,319	1,80
20	134,2	185,5	1,19	0,68	0,03	0,327	1,52

Megjegyezzük, hogy amennyiben a kaolinitből a kísérleti körülmények között képződő nátrium-alumínium-hidroszilikátban az Al₂O₃/SiO₂ tömegarányt a kaolinitével megegyezően 0,85-nek vesszük és a böhmitet fel nem táródónak tekintjük, a gibbsit teljes feltárása esetén az iszapban várható Al₂O₃SiO₂ tömegarány 1,01–1,17-nek adódik attól függően, hogy a böhmites Al₂O₃-at 0,4 vagy 0,8 értékkel vesszük számításba.

Amint a táblázatból látható, 15 és 20 perces feltárás után mind az oldat mólviszonya, a szilárd

fázisban mért Na₂O/SiO₂ és Al₂O₃/SiO₂ tömegarány, mind az oldat SiO₂-koncentrációja kedvező érték. Másodlagos böhmitképződést nem tapasztaltunk.

2. példa

A kísérletekhez felhasznált bauxit és lúg összetétele megegyezett az 1. példában feltüntetettel. A feltárást autokláv bombákban 150 °C hőmérsékleten 60 perc reakcióidővel végeztük. A mérési eredmények:

kísérleti idő perc	bauxit-bemérés g/l	Na ₂ O ₃ g/l	Al ₂ O ₃ szony g/l	oldatfázis mólvi OH ⁻ -	SiO ₂ SiO ₂ g/l	reaktív SiO ₂ g/l	szilárd fázis	
							Na ₂ O	Al ₂ O ₃
60	235	135,4	189,6	1,17	0,58	0,00	0,346	1,21
60	221	134,9	180,9	1,23	0,73	1,97	0,386	1,02
60	207	132,3	174,5	1,25	0,54	2,63	0,409	1,10

A hosszú reakcióidő ellenére valamennyi mérésnél kedvező mólviszonyt, oldott SiO₂-koncentrációt, Al₂O₃/SiO₂ tömegarányt, és alacsony Na₂O/SiO₂tömegarányt kaptunk. A 60 perc feltárás után a szilárd fázisban reagálatlan kaolinit jelenléte kimutatható. Másodlagos böhmitképződést nem tapasztaltunk.

3. példa

A bauxit összetétele megegyezett az 1. példában szereplővel. A kísérlethez használt timföldgyári lúg 140 g/l Na₂O_x-t, 74,1 g/l Al₂O₃-at és 0,4 g/l SiO₂-t

tartalmazott. 1 liter lúgba 800 g száraz bauxitot adagolva 100 °C-on 2 óráig előkavasaltatást alkalmaztunk, miközben a bombákat percenként 19 fordulattal mozgattuk a fürdőben. Ez a keverési intenzitás ipari körülmények között tapasztalatunk szerint 0,03–0,2 kW/m³ zagy keverési energia bevitelével reprodukálható. Ezután a zagyot a feltáró lúggal oly mértékben hígítottuk, hogy az oldatra vonatkoztatva 232 g/l bauxitbemérést kapjunk. A zagyot ezután 150 °C-on autokláv bombákban 15 perces feltárásnak vetettük alá. A feltárás után a következő mérési eredményeket kaptuk:

kísérleti idő perc	Na ₂ O g/l	Al ₂ O ₃ g/l	oldatfázis molvi szony -	SiO ₂ g/l	reaktív OH ⁻ g/l	szilárd fázis	
						Na ₂ O SiO ₂	Al ₂ O ₃ SiO ₂
15	127,2	165,4	1,26	0,81	2,49	0,504	1,01

A mérésnél kedvező Na₂O/SiO₂ és Al₂O₃/SiO₂ tömegarányt, feltárás utáni mólviszonyt és oldott SiO₂-koncentrációt kaptunk. Másodlagos böhmitképződést nem tapasztaltunk.

4. példa

Mind a bauxit és a lúg összetétele, mint a bemérés megegyezett a 3. példában részletezettel. A kísérlet során a 3. példa szerinti módon 100 °C-on

4 órás előkovasavtalanítást alkalmaztunk, a zagyot a 3. példában megadott mértékben hígítottuk, majd

feltártuk. A 150 °C-os feltárás után mért adatok a következők:

kísérleti idő perc	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	oldatfázis molviszony -	SiO ₂ g/l	reaktív OH ⁻ g/l	szilárd fázis	
	g/l	g/l				Na ₂ O SiO ₂ -	Al ₂ O ₃ SiO ₂ -
15	126,4	162,4	1,26	0,71	3,08	0,522	1,02

Mind a feltárás utáni mólviszony, az oldott SiO₂-koncentráció, mind a Na₂O/SiO₂ és Al₂O₃/SiO₂ tömegarány szempontjából kedvező értéket kaptunk. Másodlagos böhmitképződést nem tapasztaltunk.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás timföld előállítására gibbsites bauxitokból, amelynek során a bauxitot alkálihidroxid-alkáli-aluminát feltáró oldattal összekeverve 100–180 °C, előnyösen 140–160 °C hőmérsékleten feltárjuk, a feltárt zagyból hígítás után a vörösiszapot üleptéssel elkülönítjük és kimossuk, majd a kapott nátrium-aluminát oldatból hűtéssel és keveréssel kiválasztjuk és szűréssel eltávolítjuk a timföldhidrátot, majd timfölddé kalcináljuk, *azzal jellemezve*, hogy a feltárás bevezetett bauxitot adott esetben előzetesen ismert módon kovasavtalanítjuk, és a bauxit és a 80–180 g/l Na₂O_k-tartalmú, legalább 2,1 mólviszonyú és 1 g/l-nél kisebb SiO₂-koncentrációjú feltáró oldat arányának ismert módon való szabályozásával a feltáró reaktorból kilépő zagy folyadékfázisában az

$$AH = 34 \cdot \left(\frac{{}^{\circ}Al_2O_3, \text{ g/l} - {}^{\circ}Al_2O_3}{102} - \frac{{}^{\circ}SiO_2}{60} \right)$$

összefüggéssel meghatározott reaktív hidroxidi-

on-koncentrációt, ahol
^gAl₂O₃, g/l a gibbsittel szemben fennálló egyensúlyi Al₂O₃-koncentráció, g/l
^kAl₂O₃ az aktuális Al₂O₃-koncentráció, g/l
^oSiO₂ az aktuális SiO₂-koncentráció, g/l

6 g/l-nél kisebb, előnyösen 0–2 g/l közötti értékben tartjuk.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a bauxit és a feltáró oldat arányának szabályozásával a feltárást a feltáró reaktorból kilépő zagy folyadékfázisára jellemző egyensúlyi Al₂O₃-koncentráció legalább 18 g/l-re, előnyösen 0–6 g/l-re való megközelítéséig vezetjük.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a bauxitot a feltáró oldat legalább 10%-ával összekeverve a feltárás előtt 80–120 °C, előnyösen 90–100 °C hőmérsékleten 0,5–20, előnyösen 2–4 órán át pihentetjük, és a bauxit és a feltáró oldat keverékét pihentetés közben adott esetben 0,03–0,2 kW/m³ zagy keverési energia felhasználásával keverjük.

4. Az 1–3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a reakcióelegyet 1–60, előnyösen 3–20 percig tartjuk a feltárási hőmérsékleten.

5. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a szabályozott jellemzőt a feltárt zagy elektromos vezetéseinek mérésével határozzuk meg.