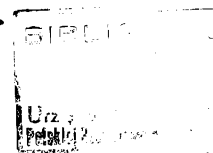


20 kwietnia 1925 r.

URZĄD PATENTOWY



COAF, 7/34

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

No 1255.

Kl. 12 m₆

Det Norske Aktieselskab for Elektrokemisk Industri Norsk 12 m₁;
 Industri-Hypotekbank,
 Kristiania (Norwegja).

Sposób otrzymywania glinki z rozczyńców nitratów glinowych.

Zgłoszono: 29 października 1920 r.

Udzielono: 23 grudnia 1924 r.

Pierwszeństwo: 19 września 1919 r. (Norwegja).

Technika wytwarzania glinki z egzystujących w przyrodzie surowców, posługuje się rozmaitymi środkami otrzymywania glinki w roztworze. W pewnych wypadkach stosuje się jako środek rozpuszczający kwas azotowy, przyczem wytwarza się mniej lub więcej czysty roztwór saletrzanu glinu. Wynalazek dotyczy sposobu wydzielania glinki z takiego roztworu.

Okazało się mianowicie, że można otrzymywać glinę w sposób prosty i ekonomiczny przy jednoczesnem odradzaniu się większej ilości, użytego do rozpuszczania kwasu azotowego.

Przy wyparowywaniu roztworu saletrzanu glinu wzrasta ciężar gatunkowy tegoż, jednocześnie jednak destylują się pary

kwasu azotowego. Punkt wrzenia łągu saletrzanego wzrasta, gdy dojdzie on do 145—150°C, masa przytem tężeje. Okazuje się jednak, że wydzieli się zaledwie 20% związanego kwasu azotowego. Jeżeli jednak nie posunie się procesu wyparowywania, aż do otrzymania stałej masy, ale przeciwnie, jeżeli doprowadzi się wodę lub parę wodną w jakiegokolwiek postaci, co pozwoli ustalić się temperaturze wrzenia łągu saletrzanego, masa pozostaje płynną, a kwasu wydzielić można znacznie więcej. Pozostała masa zachowuje zawsze charakter zasadowy. Próby wykazały, że przy utrzymaniu punktu wrzenia na 140°, dzięki przepuszczaniu przez roztwór pary wodnej, wydzielić można ponad 70% związanego

kwasu azotowego, przyczem masa jeszcze nie tężeje. Główna ilość glinki o określonym charakterze zasadowym, wydziela się w postaci ubogiego w wodę krystalicznego saletrzanu glinu. W porównaniu do zwykle otrzymywanego osadu glinki, wyróżnia się ta krystaliczna masa korzystnie, gdyż łatwo daje się filtrować. Osad ten zatem daje się łatwo odfiltrować z roztworu; przy ewentualnem nagrzewaniu rozpada się on, wydzielając gazy saletrzane, ale nie topi się; oddzielenie zatem tych gazów nie przedstawia żadnych trudności. Rzecz prosta, iż gazów tych użyć można do wytworzenia nowych ilości kwasu saletrzanego. Sposób zastosowania przewodniej myśli wynalazku, zmieniać się może w szerokich granicach. Zależy to w każdym poszczególnym wypadku od składu roztworu saletrzanego, do jakiego mianowicie stopnia należy wyparowywać, zanim rozpocznie się osadzanie. Obecne ciała, zawarte w roztworze, decydują za każdym razem, do jakiego stopnia opłaci się wydzielanie kwasu saletrzanego. O ile roztwór zawiera żelazo, skład glinki zawierać go będzie mniej, niż należałoby przypuszczać, sądząc ze składu roztworu; szczególnie wytwarzany osad będzie nader ubogim w żelazo. Przy dalszem osadzaniu zwiększa się zawartość żelaza znacznie. Można jednak zastosować do wytworzenia ostatnich resztek glinki inne jeszcze sposoby; niniejszy zatem sposób daje możliwość otrzymywania wolnego, w praktycznem znaczeniu, od żelaza glinki z żelazistych roztworów saletrzanych. Ponieważ surowce, z których otrzymuje się glin, zawierają zwykle żelazo, łatwo jest zrozumieć, jak dalece korzystnym jest omawiany sposób. Bezpośrednie wydzielanie kwasu dotyczyć może również pewnej tylko części, resztę otrzymać można przy użyciu wapnia, palonego wapna lub innych zasad. Wydzielanie może być również osiągnięte traktowaniem saletrzanu

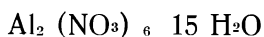
glinu o określonych własnościach zasadowych w autoklawie. W celu nadania mu odpowiedniej zasadowości można uprzednio wydzielić pożądaną ilość kwasu przez wyparowywanie, albo też zneutralizować roztwór przez dodanie odpowiednich ilości zasad lub soli w rodzaju wapnia.

Może się niekiedy okazać celowem, aby do wydzielania posilkować się roztworami, zawierającymi oprócz siarczanu glinu również takie siarczany, któreby przy odpowiedniej temperaturze pozostawały w roztworze, jak np. saletrzan wapnia i sodu. Będzie to miało ten skutek, że roztwór pozostanie ciekłym, co pozwoli na wydzielenie się większej ilości glinki.

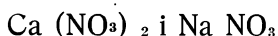
Poniżej podajemy przykład zastosowania idei wynalazku. Jako surowiec stosuje się siarczany glinu w składzie mniej więcej następującym: 6,5 g Al_2O_3 i 3 g CaO na każde 100 cm^3 z dodatkiem nieznacznych domieszek Fe i Na. Wodowniem naczyniu, np. z żelaza doprowadza się roztwór ten do stanu wrzenia, przyczem utrzymuje się stałą temperaturę tego wrzenia, wynoszącą 140°C. Dzieje się to przez dodawanie nowych ilości roztworu z chwilą podnoszenia się temperatury. Podczas gotowania wydziela się krystaliczny saletrzan glinu o własnościach zasadowych, osad ten usuwa się ustawicznie wraz z zawierającą go częścią osadu. Usuwanie to można skutecznie również na innej drodze. Zawarty w roztworze saletrzan wapnia lub sodu pozostaje w nim nadal. W czasie wrzenia ulatnia się i destyluje kwas azotowy o koncentracji odpowiadającej mniej więcej 16 g HNO_3 na 100 cm^3 . Ulega on kondensacji w znany sposób, poczem służy do rozpuszczania dalszych ilości surowca. Otrzymana ilość kwasu odpowiada w przybliżeniu 60% użytego saletrzanu glinu. Pozostałe 40% pozostają w przefiltrowanym osadzie. Otrzymuje się je zpowrotem przez dalsze podgrzewa-

nie osadu, co prowadzi do wydzielania się gazów saletrzanych i rozpadania się osadu na gazy i glin. Glin wysusza się i wypraża przy 1000°C, co pozwala otrzymać czyste z praktycznego punktu widzenia Al_2O_3 , najzupełniej odpowiednie do wyrobu glinu.

Gazy saletrzane, otrzymywane przy rozkładzie zasadowego osadu, ulegają w znany sposób wchłonięciu i służą do wyrobu kwasu saletrzanego. Po odciągnięciu zasadowego osadu zawiera pozostały roztwór 20—30% początkowej ilości glinu w postaci siarczanu glinu o słabo zasadowych właściwościach wraz z siarczanami wapnia i sodu. Dodaje się doń tyle kwasu azotowego, ile potrzeba do wytworzenia normalnego siarczanu, poczem poddaje się roztwór waporyzacji, doprowadzającej do krystalizacji.



Kryształy usuwa się, a pozostały roztwór, zawierający w przybliżeniu 2—3% początkowej ilości glinki wraz z



daje po wyparowaniu sole, nadające się doskonale jako nawóz.

Krystaliczny siarczan glinu znajduje zastosowanie jako taki, albo też służy do wytworzenia pierwotnego roztworu. Niniejszy wynalazek pozwala nam zatem otrzymywać całą ilość glinki zawartej w roztworze, przyczem 60% użytego kwasu azotowego otrzymujemy zpowrotem bezpośrednio w postaci 20% roztworu. Resztę otrzymuje się w postaci gazów. Zamiast otrzymywać glin z wydzielonego osadu za pośrednictwem nagrzewania, można również zastosować w tym celu jakikolwiek inny znany sposób.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania glinki z roztworów siarczanów glinu, znamieny wydzie-

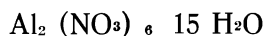
laniem z nich kwasu azotowego przez nagrzewanie przy doprowadzaniu wody lub pary wodnej, dopóki nie utworzy się osad saletrzanu glinu o właściwościach zasadowych, służących do wytwarzania żel z znany sposób tlenku glinu.

2. Sposób otrzymywania glinki z roztworów siarczanów glinu, podług zastrz. 1, znamieny doprowadzaniem wody przez dodanie świeżego roztworu saletrzanu glinu.

3. Sposób otrzymywania glinki z roztworów siarczanów glinu, podług zastrz. 2, znamieny stałym dopływem świeżego roztworu przy jednoczesnym odprowadzaniu roztworu, zawierającego osad, który po ostatecznym oddzieleniu przetwarza się w tlenek glinu.

4. Sposób otrzymywania glinki, podług zastrz. 1—3, znamieny domieszką do roztworu saletrzanu glinu saletrzanów wapnia i sodu, pozostających w roztworze podczas waporyzacji niedopuszczając do stężenia skoncentrowanego roztworu.

5. Zastosowanie sposobu otrzymywania glinki, podług zastrz. 1, przy roztworach saletrzanu glinu, zawierających nieznaczne domieszki żelaza oraz zasad ziemnych lub soli, znamieny wydzielaniem kwasu azotowego tak długo, dopóki nie osadzi się 80% glinki niezanieczyszczonej, z praktycznego punktu widzenia, domieszką żelaza, poczem odfiltrowywa się osad i nagrzewa go, aż do wytworzenia Al_2O_3 , przy jednoczesnym wydzielaniu gazów saletrzanych, a następnie dodaje się do roztworu tyle kwasu saletrzanego, ile potrzeba do wytworzenia normalnego saletrzanu, wreszcie waporyzacja tego ostatniego prowadzi do wykrysztalizowania się



po wydzieleniu kryształów, wysusza się resztę przez wyparowanie do końca.

6. Zastosowanie sposobu otrzymywania glinki, podług zastrz. 1 — 6, znamienne wy-

dzielaniem części kwasu saletrzanego przez
dodanie zasady lub soli w rodzaju wapnia
lub t. p.

7. Zastosowanie sposobu otrzymywania

glinki, podług zastrz. 1—6, znamienne wy-
twarzaniem osadu zasadowego saletrzanu
glinu w autoklawie.

**Det Norske Aktieselskab for Elektrokemisk
Industri Norsk Industri-Hypotekbank.**

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.