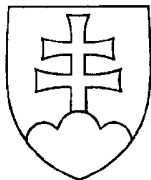


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) **SK**



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

283 913

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁷:

C01F 7/47

- (21) Číslo prihlášky: **1259-95**
(22) Dátum podania prihlášky: **7. 4. 1994**
(24) Dátum nadobudnutia účinkov patentu: **4. 5. 2004**
Vestník ÚPV SR č.: **5/2004**
(31) Číslo prioritnej prihlášky: **P 43 11 716.3**
(32) Dátum podania prioritnej prihlášky: **8. 4. 1993**
(33) Krajina alebo regionálna organizácia priority: **DE**
(40) Dátum zverejnenia prihlášky: **7. 2. 1996**
Vestník ÚPV SR č.: **02/1996**
(47) Dátum sprístupnenia patentu verejnosti: **27. 4. 2004**
(62) Číslo pôvodnej prihlášky v prípade vylúčenej prihlášky:
(86) Číslo podania medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **PCT/EP94/01081**
(87) Číslo zverejnenia medzinárodnej prihlášky podľa PCT: **WO94/24050**

(73) Majiteľ: **GIULINI CHEMIE GMBH, Ludwigshafen, DE;**

(72) Pôvodca: **Potencsik Istvan, Mannheim, DE;**
Sedelies Reinhold, Schifferstadt, DE;
Dörrer Hubert, Waldsee, DE;
Breker Johannes, Ludwigshafen, DE;
Roggenkamp Detlev, Ludwigshafen, DE;

(74) Zástupca: **Bušová Eva, JUDr., Bratislava, SK;**

(54) Názov: **Spôsob výroby čistých roztokov alkalických hlinitanov**

(57) Anotácia:

Spôsob niekoľkostupňového čistenia a koncentrácie roztokov alkalických hlinitanov, ktoré sú odpadom v priemysle spracovania hliníka, kalov, filtračných koláčov a pevných zvyškových látok obsahujúcich hliník, za získania roztokov alkalických hlinitanov alebo pevných alkalických hlinitanov. Spôsob sa uskutočňuje tak, že sa nastavuje mólový pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému prísadou alkalického lúhu a/alebo oxidu hlinitého na 1 až 5, výhodne 1 až 2 a takto získané roztoky sa oxidujú oxidačným prostriedkom a podrobujú sa po ohreve na 50 až 100 °C prvému čisteniu mechanickým oddeľovaním za prísady pomocných prostriedkov a potom sa koncentrujú na hmotnostne 10 až 25 % oxidu hlinitého, a potom sa tieto roztoky podrobujú druhému čisteniu za prísady pomocných prostriedkov a druhej oxidácii.

SK 283913 B6

Oblasť techniky

Vynález sa týka spôsobu čistenia a koncentrovania roztokov alkalických hlinitanov, ktoré sa vyskytujú v priemysle spracovania hliníka. Vynález sa tiež týka spracovania kalov a filtračných koláčov obsahujúcich hydroxid hlinitý na tekuté alebo pevné alkalické hlinitan.

I. Odpadové roztoky hlinitanu sodného

I.1 Moridlá

Povrch kovového hliníka sa pred konečným použitím ako materiálu chráni eloxovaním. Pred eloxovaním sa hliníkové súčasti čistia a zbavujú sa povrchových nepravidielností, ako sú priehlbne, ryhy a nerovnosti. Prvé čistenie alebo morenie sa robí v horúcich kúpeľoch lúhu sodného, do ktorých sa súčasti ponárajú. Pritom sa rozpustí i časť kovového hliníka a v kúpeľi vznikne hlinitan sodný. Po dosiahnutí obsahu hliníka približne 60 g/l sa také kúpele vypúšťajú alebo regenerujú. Ako materiál na spôsob podľa vynálezu sa tieto vypotrebované moridlové kúpele, obsahujúce hlinitan sodný, osobitne dobre hodia. V ďalších oplachových operáciách, ktorými morené súčasti prechádzajú, vznikajú odpadové kvapaliny (oplachy), ktoré tiež obsahujú rozpustený hlinitan sodný a sú tak v zmysle vynálezu použiteľné.

I.2

Odpadové roztoky, obsahujúce hliník, vznikajú tiež pri opätovnej príprave katalyzátorov s obsahom hliníka, napríklad pri platformových katalyzátoroch a okrem toho pri výrobe Raney-niklu, ktorý predstavuje osobitne pyrofornú formu nikla a býva používaný ako katalyzátor v početných chemických procesoch.

Raney-nikel sa pripravuje tak, že sa napred nikel leguje kovmi, napríklad hliníkom, kremíkom, horčíkom alebo zinkom a potom sa táto zliatina spracováva po mechanickom rozmelení lúhom sodným alebo draselným. Pritom sa vyplaví katalytický neaktívny kov, pričom zostane čierna kovová huba ako „aktívny nikel“. Odpadové roztoky, ktoré pritom vznikajú, pokiaľ je súčasťou zliatiny hliník, sú v zmysle vynálezu použiteľné ako východisková látka.

I.3

Medzi technickými tvárnicami postupmi hliníka má veľký význam pretlačovanie na výrobu profilov z blokov a tyčí. Pri lisovaní sa prichytávajú na lisovacím zariadení zvyšky hliníka, ktoré sa musia odstraňovať. Najlepšie sa dajú rozpúšťať lúhom sodným. Alkalické roztoky, ktoré pritom vznikajú, nie sú nič iné ako viac alebo menej znečistené roztoky hlinitanu sodného a prichádzajú rovnako do úvahy pri spôsobe podľa vynálezu.

II. Pevné zvyšky obsahujúce hliník

Alkalické hlinitané vznikajú všeobecne rozpúšťaním pevných zvyškových látok obsahujúcich hliník vo vodných alkalických lúhoch. Podľa vynálezu sú použiteľné všetky vodné alkalické lúhy, napríklad roztoky hydroxidu sodného alebo draselného, na rozpúšťanie pevných zvyškových látok obsahujúcich hliník.

II.1 Kaly hydroxidu hlinitého

Podľa vynálezu môžu byť spracovávané všetky kaly a filtračné koláče obsahujúce hydroxid hlinitý, ktoré vznikajú pri neutralizácii alkalických alebo kyslých odpadových roztokov obsahujúcich hliník, napríklad keď sa zmiešajú dohromady alkalické eloxačné lúhy s elektrolytom kyseliny

sírovej z procesu anodizácie hliníka (americké patentové spisy číslo 4 265 863 a 3 909 405).

II.2

Vhodné hydroxidy hliníka vznikajú ďalej pri regenerácii moriaceho kúpeľa podľa patentového spisu číslo DE OS 4008379, kde je hydroxid hlinitý vyzrážaný in situ.

III. Oxidy hliníka

Na spôsob podľa vynálezu sa hodí tiež oxid hlinitý patriaci do gama-skupiny nízkoteplotných foriem. Vzniká z hydroxidu hlinitého ohrevom na teplotu 400 až 750 °C a vzhľadom na svoje veľké objemy pórov a vzhľadom na veľké špecifické povrchy nachádza uplatnenie ako katalyzátor pri dehydrogenácii alkoholov, ako nosič katalyzátorov, vysúšadlo a náplň chromatografických stĺpcov na delenie prírodných látok. Znečistené materiály z uvedených aplikácií sa rozpúšťajú v horúcich koncentrovaných alkalických lúhoch a hodia sa ako surovina na spôsob podľa vynálezu. Použit' sa dá pri spôsobe podľa vynálezu i materiál čiastočne rozpustený.

IV.

Na spôsob podľa vynálezu sa hodia prirodzené aj všetky kombinácie a zmesi, ktoré vzniknú z uvedených roztokov s pevnými zvyškovými látkami obsahujúcimi hydroxid alebo oxid hlinitý.

Tento prehľad materiálov použiteľných podľa vynálezu nie je úplný a vynález nemá akýmkoľvek spôsobom obmedzovať.

Doterajší stav techniky

Spracovanie lúhov na morenie hliníka sa opisuje už v americkom patentovom spise číslo A 4 265 863. Opisuje sa integrovaný spôsob spracovania odpadových vôd z anodizačných prevádzok, kde sa používajú dva druhy odpadových roztokov, totiž alkalické leptadlo a vodný roztok kyseliny sírovej, pričom toto spracovanie zahŕňa tri postupové cesty.

1. Príprava siranu hlinitého spracovaním jedného dielu anodizačnej odpadovej vody odparením a kryštalizáciou alebo jedným dielom hydroxidu hlinitého vzniknutého v druhej operácii.

2. Príprava vyzrážaného hydroxidu hlinitého a roztoku siranu sodného spracovaním dielu anodizačnej odpadovej vody, ktorý nebol spotrebovaný v 1. operácii jedným dielom odpadového leptadla.

3. Príprava roztoku hlinitanu sodného reagovaním jedného dielu odpadového leptadla hydroxidom hlinitým pripraveným v 2. operácii pri výstupe množstva vody, aby sa nakoniec získal hlinitan sodný v podobe koncentrovaného roztoku ako prášok alebo ako granulát.

Veľmi dôležitým predpokladom, ktorý musí byť splnený je, že výstupné roztoky podľa odseku 11 od riadku 5, nesmú obsahovať žiadne organické alebo minerálne nečistoty, pretože inak nie je postup úspešne použiteľný. Tento postup nezahŕňa teda žiadne čistenie používaných roztokov, pretože je koncipovaný len na „čisté“ roztoky.

Všetkým roztokom, ktoré vznikajú alebo odpadajú v procesoch podľa odseku 1 až IV je spoločné to, že majú kolísavú koncentráciu alkalického hlinitanu, sú alkalické a obsahujú nežiaduce sprevádzajúce látky, ako sú napríklad ťažké kovy, pevné látky a sediment, ktoré obmedzujú alebo zabraňujú ich ďalšiemu použitiu pre ich znečistenie i vplyvom ich zafarbenia a toxickosti.

Cieľom tohto vynálezu však je poskytnúť všeobecne použiteľný postup, ktorým je možné vyrobiť zo znečistených alkalických odpadných roztokov obsahujúcich hlinitan, prípadne z pevných, hliník obsahujúcich zvyškových látok, alkalické hlinitan v podobe roztoku alebo prášku. Podľa tohto postupu by malo byť tiež možné vyrábať rôzne alkalické hlinitan s rozmanitou konzistenciou a s rôznymi molovými pomermi alkalického oxidu k oxidu hlinitému a s rôznymi obsahmi oxidu hlinitého.

Táto úloha mohla byť vyriešená kombinovaným postupom, ktorý sa v podstate vyznačuje tým, že spracovávajú hliník obsahujúci odpadné roztoky a prípadne kaly integrovaným procesom na roztok alkalického hlinitanu, prípadne na pevný alkalický hlinitan.

Americký patentový spis číslo US 4 261958 sa týka spôsobu čistenia roztokov, ktoré vznikajú pri spracovaní minerálu nefelín sodným lúhom a vápnom. Tento minerál sa v minulosti používal na výrobu hydrátu hlinky a vysoko aktívnych silikagélů. Pri tomto spôsobe sa neuskutočňuje žiadne čistenie, ale toľko sa oddeľujú obidve podstatné zložky. Kroky čistenia sú teda iba prípadné, to znamená, že sa používajú len v prípade potreby.

Svetový patentový spis číslo WO-A 8701107 sa týka spôsobu sušenia na získanie pevného hlinitanu sodného. Je známe, že je pevný hlinitan sodný stabilnejší ako hlinitan kvapalný. Spôsob je založený na tom, že sa používajú produkty, vznikajúce pri takzvanom Bayerovom procese, to teda znamená, že je použiteľný len v analogických prípadoch.

Český patentový spis CS 144015 sa týka spôsobu špeciálneho čistenia roztokov hlinitanu sodného, ktoré vznikajú pri Bayerovom procese. Pri čistení sa pridávajú zlúčeniny štvormocného mangánu v kombinácii s kyslíkom a s uhlíkatom vápenatým. Tento spôsob umožňuje odstraňovať vyzrážaním nečistoty, obsiahnuté v roztoku, napríklad železo alebo silikáty. Jeho využitie je obmedzené na Bayerov proces.

Je preto potrebné vyvinúť spôsob umožňujúci vyčistiť akékoľvek znečistené zlúčeniny hliníka a získať čisté konečné produkty. Vynález rieši tento úkol.

Podstata vynálezu

Spôsob výroby čistých roztokov alkalických hlinitanov s molovým pomerom alkalického oxidu k oxidu hlinitému väčším ako 1,0 z alkalických odpadných roztokov, ktorých molový pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému je menší ako 5,0 a ktorých obsah oxidu hlinitého je hmotnostne 3 až 20 % niekoľkostupňovou rafináciou a koncentraciou spočíva podľa vynálezu v tom, že sa nastavuje molový pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému prísadou alkalického lúhu a/alebo oxidu hlinitého na 1 až 5, výhodne na 1 až 2 a takto získané roztoky sa oxidujú oxidačným prostriedkom a podrobujú sa po ohreve na 50 až 100 °C, výhodne na 70 až 80 °C prvému čisteniu mechanickým oddeľovaním za prísady pomocných prostriedkov a potom sa koncentrujú na hmotnostne 10 až 25 % oxidu hlinitého a nakoniec sa tieto roztoky podrobujú druhému čisteniu za prísady pomocných prostriedkov a druhej oxidácii.

Všeobecne sa spôsob podľa vynálezu vyznačuje nasledujúcimi operáciami.

la) Keď je k dispozícii pevný odpadový materiál obsahujúci hliník, rozpustí sa napred v horúcom alkalickom lúhu. Tieto roztoky sa potom zavádzajú do prvej oxidácie.

lb) Keď sa vychádza z tekutých odpadových roztokov, môžu byť tieto roztoky podrobené prvej oxidácii okamžite. Môže sa prípadne pridať alkalický lúh, aby sa hliník obsiahnutý v zrazenine, prípadne usadený v kale uviedol do roztoku, aby sa tak dal nastaviť molový pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému 1 až 5, najmä 1 až 2.

Roztoky z operácie la) a lb) majú pred prvou oxidáciou molový pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému menší ako 5, výhodne 0,9 až 3, najmä 1,2 až 2 a obsah oxidu hlinitého hmotnostne 3 a 20 %.

2. Znečistené odpadové roztoky sa oxidujú oxidačným prostriedkom, výhodne peroxidom vodíka, na odfarbenie roztokov. Oxidácia sa vykonáva v závislosti od stálosti, resp. rozsahu účinnosti oxidačného prostriedku pri príslušnej vhodnej teplote, výhodne pri teplote miestnosti. Ako oxidačné prostriedky sa hodia všetky bežné oxidačné činidlá, napríklad peroxid vodíka a natriumperborát. Podľa stupňa znečistenia sa pridáva hmotnostne 0,05 až 0,5 % oxidačného činidla vzťahnuté na použité množstvo. Odfarbenie roztokov sa môže uskutočniť dodatočne adsorpciou farbivých nečistôt na aktívnom uhlí.

3. Pred prvým mechanickým čistením, ku ktorému teraz dochádza, sa roztok zahreje na teplotu 50 až 100 °C, výhodne na teplotu 70 až 80 °C, na zníženie viskozity. Mechanické oddeľovanie odstráni ešte zvyšné kaly obsahujúce hydroxid. Všetky oddeľovacie pochody sa môžu kombinovať, napríklad sedimentáciou s predbežnou filtráciou s odstreďením a s protiprúdovou membránovou filtráciou. Na zlepšenie mechanického čistenia sa ako osobitne výhodné ukázalo pridávať pri prvom mechanickom čistení pomocné látky, ako napríklad trimerkapto-sym-triazín (TMT) alebo di-2-etylhexylditiofosfát na vyzrážanie a/alebo na komplexovanie ťažkých kovov a/alebo pridávať organické vložkové prostriedky, polyelektrolyty spolu s aktívnym uhlím.

4. Po tomto oddeľovaní sa materský lúh skoncentruje odparením na hmotnostne 10 až 25 % oxidu hlinitého, výhodne na hmotnostne 15 až 25 %. Pri tejto operácii je možné zmiešanie s hydroxidom hlinitým, prípadne s oxidom hlinitým, napríklad podľa odseku II až III. Pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému musí byť pritom udržiavaný väčší ako 1, výhodne 1,2 až 2,0.

5. Takto získaný medziprodukt, medziprodukt 1, sa podrobuje druhému mechanickému čisteniu, pri ktorom sa odstráni prípadné zvyšky z prvého čistenia koncentrovaním vyzrážaných kalov i prípadne nerozpustené časti látok pridaných v štvrtej operácii. Táto operácia sa môže uskutočniť podobne ako prvé mechanické čistenie pri použití pomocných látok a pri použití najrôznejších spôsobov oddeľovania, uvedených v odseku 3.

6. Medziprodukt 1 môže byť prípadne odfarbený pred operáciou 5 pomocou oxidačných prostriedkov, pokiaľ by sa také zložky ešte vyskytovali, alebo boli vnesené pri operácii podľa odseku 4. Farbiace podiely je však tiež možné odstrániť aktívnym uhlím.

Po týchto operáciách je prvý koncový produkt, koncový produkt 1, už v podobe číreho roztoku a je použiteľný na všetky známe účely. Má molárny pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému najmenej 1 až 2 a obsah oxidu hlinitého hmotnostne 10 až 25 %.

Na výrobu pevného alkalického hlinitanu s obsahom oxidu hlinitého hmotnostne 36 až 62 %, výhodne hmotnostne 45 až 55 % slúžia podľa vynálezu ďalšie operácie.

7. Koncový produkt, koncový produkt 2, sa dá odparením vody skoncentrovať až na pevnú látku. Podľa stupňa odparenia a podľa pomeru alkalického oxidu k oxidu hlinitému je možné pripraviť produkty s rôznymi obsahmi oxidu hlinitého.

8. Odparením vody je možné koncový produkt 1 skoncentrovať až na obsah oxidu hlinitého hmotnostne 25 až 35 % a roztok potom vysušiť v dýzovom sušiči alebo v inom vhodnom agregáte. Prednosť tohto spôsobu spočíva v tom, že vznikne pevný koncový produkt 2 krupicovitej konzistencie s nepatrnou synnou hustotou. To môže byť výhodné pri niektorých aplikáciách, napríklad v stavebníctve.

9. Ako ďalší variant je možná kalcinácia. Roztok koncového produktu 1 sa odstránením vody odparí až na pevnú látku a potom sa kalcinuje v rúrkovej rotačnej peci. Vynález objasňujú, žiadnym spôsobom však neobmedzujú nasledujúce príklady praktického uskutočnenia.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklad 1

Výroba hlinitanu sodného z eloxačných lúhov a vlhkého hydrátu

Čierne zafarbený eloxovací lúh obsahujúci pevné častice, ktorý je bližšie charakterizovaný v tabuľke I, sa nechá reagovať v dvoch dávkach v nádrži s obsahom 25 m³ pri teplotách nad 30 °C s 0,15 % peroxidom vodíka (prísada v podobe 30 % roztoku) a roztok sa mieša ďalšiu hodinu k úplnému prebehnutiu reakcie. Eloxové lúhy sa potom zahrejú na teplotu približne 80 °C s vločkovacou pomocnou látkou (8 ppm Alclar[®] W5, Allied Colloids GmbH, Hamburg) a spracujú sa 0,1 % roztokom soli trimerkapto-S-triazintriinátria (TMT 15, Degusa AG, Hanau) a nechajú sa 12 hodín sedimentovať. Výluh sa zahusť v jednostupňovom expanznom odparovači za získania medziproduktu 1, s nasledujúcim zložením: Al₂O₃: 16,27 %, Na₂O: 18,46 %.

Medziprodukt 1 sa potom upraví 1,24 t hydroxidu hlinitého (vlhký hydrát zodpovedajúci 0,719 t oxidu hlinitého) na konečný obsah 18,4 % oxidu hlinitého. Tento roztok sa spracuje polymérnou vločkovacou pomocnou látkou (8 ppm Alclar[®] W5, Allied Colloids GmbH, Hamburg), nechá sa sedimentovať cez noc (12 hodín) a supernatant sa podrobí číriacej filtrácii pomocou filtra s nanosenou pomocnou filtračnou vrstvou na báze celulózy. Roztok, ktorý je po číriacej filtrácii ešte žltý, sa opäť oxiduje 0,15 % peroxidom vodíka (prísada v podobe 30 % roztoku) a je potom čirý a ko mierne žltkastá voda.

Produkt je čirý, ľahko žltkastý, pri teplote miestnosti však už veľmi hustý tekutý roztok. Analýza je v tabuľke I.

Tabuľka I

Analýzy eduktu a produktu pri výrobe roztoku hlinitanu sodného z eloxačného lúhu

Údaj	Eloxačný lúh homogenizovaný roztok	Produkt Filtrát
oxid sodný	% 13,35	18,30
oxid hlinitý	% 11,77	18,40
Na/Al	mol/mol 1,87	1,63
železo	ppm 3 005,00	140,00
arzen	ppm 0,04	0,03
chróm	ppm 387,00	8,00
nikel	ppm 26,00	0
meď	ppm 137,00	4,50
olovo	ppm 5,30	0
ortuť	ppm 0,21	0
kadmium	ppm 0	0
kremík	ppm 2,172	548,00

Príklad 2

Výroba roztoku hlinitanu sodného pomocou pevných zvyškových látok obsahujúcich hliník

Zvyšková látka obsahujúca hydroxid hliníka, bližšie definovaná v tabuľke II, získaná spôsobom opísaným v odseku II.2, sa rozpustí v reaktore priamo ohrievanom parou s 50 % lúhom sodným. Silne zafarbený, ešte horúci produkt, obsahujúci pevné látky, sa nechá reagovať s polymérnou vločkovacou pomocnou látkou (8 ppm Mikrosorban[®] 502, Giuliani Chémie GmbH, Ludwigshafen), nechá sa cez noc (12 hodín) sedimentovať a supernatant sa podrobí číriacej filtrácii pomocou filtra s nanosenou pomocnou filtračnou vrstvou na báze celulózy. Roztok, ochladený po filtrácii na približne 40 °C, sa pre odfarbenie spracuje 0,15 % peroxidom vodíka (prísada v podobe 30 % roztoku). Výrobkom je čirý, takmer bezfarebný hustý roztok.

Tabuľka II

Analýzy zvyškovej látky obsahujúcej hliník a z nej vyrobeného roztoku hlinitanu sodného

Údaj	Zvyšková látka	Produkt
vlhkosť	% 16,00	--
oxid sodný	% 0,66	19,70
oxid hlinitý	% 52,42	19,60
Na/Al	mol/mol --	1,65
železo	ppm 740,00	16,00
chróm	ppm 2,00	1,00
nikel	ppm 760,00	1,00
meď	ppm 30,00	0
olovo	ppm 5,00	0
zinok	ppm 30,00	2,00

Príklad 3

Trojtupňová výroba kalcinovaného pevného hlinitanu sodného z roztoku zvyškových látok obsahujúcich hliník

Roztok alkalickéj čiernošedej zvyškovej látky bližšie charakterizovanej v tabuľke III, pochádzajúci z výroby Raney-niklu a obsahujúci pevné látky, sa v nádrži s obsahom 25 m³ po oxidácii 0,15 % peroxidom vodíka (prísada v podobe 30 % roztoku) zahreje na teplotu približne 80 °C a potom sa zbaví pevných látok podobne ako podľa príkladu 1. Supernatant sa zahusť v jednostupňovom odparovači na približne 82 % svojej hmotnosti za získania medziproduktu 1.

Koncentrát z odparovača sa prečerpá do otvoreného vykurovaného reaktora, zmieša sa s hydroxidom hlinitým a zahusť sa odparením vody na približne 77 % svojej hmotnosti (medziprodukt 2). Po stuhnutí sa medziprodukt 2 vnesie do rotačnej rúrkovej pece, kalcinuje sa a nakoniec sa rozomelie. Vyrobený pevný hlinitan sodný je hygroskopický prášok farby vaječnej skupiny so synnou hustotou približne 0,8 g/cm³, ktorý má veľmi dobrú rozpustnosť vo vode. Charakteristiky jednotlivých stupňov sú zhrnuté v tabuľke III.

Tabuľka III

Analýzy eduktu, medziproduktov a produktu pri trojtupňovej výrobe pevného hlinitanu sodného z lúhu zvyškovej látky obsahujúceho hliník

Údaj	Vstup: roztok obsahu- júci Al	Medziprodukt 1	Medziprodukt 2	Produkt
oxid sodný	% 20,9	25,2	26,0	40,5
oxid hlinitý	% 16,2	20,0	37,1	54,6
Na/Al	mol/mol 2,1	2,1	1,2	1,2
železo	ppm 52,0	30,0	30,0	43,0
nikel	ppm 43,0	11,0	12,0	17,0

Príklad 4

Dvojstupňová výroba pevného aluminátu sodného z alkalických roztokov zvyškových látok obsahujúcich hliník. Do 500 kg čierne zafarbeného, studeného eloxačného lúhu, bližšie charakterizovaného v tabuľke IV, sa v dvojplášťovej miešacej nádrži ohrievanej parou pridá za miešania 2,5 kg 30 % peroxidu vodíka. Po približne jednod hodinovom miešaní sa lúh zahreje na teplote 80 °C. Táto horúca suspenzia sa čisto prefiltruje na bubnovom odsávacom filtre s nanesenou filtračnou vrstvou pomocou škrabacieho odberu a odloží sa. Ako filtračná vrstva sa použije celulóza.

Charakteristiky odsávacej bubnovej filtrácie

Teplota lúhu počas filtrácie: 80 °C.

Nanesená filtračná vrstva: celulóza s hrúbkou 1 cm. Vrstva je nanesená na filter z 2,5 % suspenzie. Kontinuálny odber filtračného koláča sa vykonáva pomocou hydraulického oškriabania.

Otáčky bubna: 0,3 až 1 za minútu.

Prúd filtrátu: 250 l/(m²h).

Ešte horúci, číry, ľahko žltkastý filtrát sa potom v reaktore zahusť v priebehu troch hodín za miešania. Charakteristiky takto získaného koncentráta sú uvedené v tabuľke V.

Z tohto roztoku sa rozprášením a vysušením v rozprašovacom sušiaciaku získa 12,4 kg.

Údaje rozprašovacieho sušiaciaku:

Elektricky ohrievaný,
vstupná teplota vzduchu : 350 °C,
výstupná teplota vzduchu: 200 °C,
množstvo sušeného roztoku: 3 kg/h.

Hlinitan sodný, vyrobený rozprašovacím sušením, je hygroskopický, jemný prášok farby vaječnej škrupiny, ktorého synná hustota je približne 0,1 g/cm³ a vo vode sa veľmi dobre rozpúšťa.

Charakteristiky eduktu, medziproduktu a produktu sú uvedené v tabuľke IV.

Tabuľka IV

Charakteristiky eduktu, medziproduktu a produktu pri dvojstupňovej výrobe pevného hlinitanu sodného z alkalického lúhu zvyškových látok obsahujúcich hliník

Údaj	Edukt roztok obsahu- júci Al	Koncentrovaný medziprodukt	Pevný produkt
oxid hlinitý	12,50	28,9	48,3
oxid sodný	9,00	20,9	34,9
Podiel pevných látok	1,80	---	---
Na/Al	mol/mol	1,19	1,19

Príklad 5

Oddelenie pevnej látky z eloxačných lúhov prietokovou mikrofiltráciou

Pretože sa niektoré eloxačné lúhy nedajú filtrovať filtráciou „dead-end“, konajú sa pokusy s filtráciou „cross-flow“ (filtrácia s membránami). Postup je nasledujúci.

Roztokom zvyškových látok, ktorý je veľmi ťažko filtrovateľný, je kal eloxačného lúhu opísaný v príklade 1. Zahreje sa v nádrži na teplotu približne 80 °C a filtruje sa v prietokovej mikrofiltračne-ultrafiltračnej jednotke. Medzi-membránový tlak, prúd permeátu a retentátu je možné merať príslušnými meradlami. V príklade filtrácie kalu, opísan-

nom v tabuľke V, sa použije keramický modul oxidu hlinitého s veľkosťou pórov 0,8 µm.

Použitý kal má nasledujúce zloženie:

19,3 % oxidu sodného,
14,3 % oxidu hlinitého.

Získaný permeát je číry, žltkastý, husté tekutý roztok, ktorý je možné ďalej spracovávať odparením a čistením. Spätným preplachovaním membrán permeátom, prípadne zriedeným lúhom sodným je možné doceliť dlhšiu výdrž membrán medzi jednotlivými intervalmi čistenia.

Tabuľka V

Filtračné charakteristiky prietokovej filtrácie sedimentačného zvyšku podľa príkladu 1.

Prietoková rýchlosť: 3,5 m/s
Veľkosť pórov: 0,8 µm

Čas	Teplota	Medzi-membránový tlak	V _{permeát}	Začistenie pevnými látkami v retentáte
min	°C	MPa	l/(m ² h)	g/l
3	81	0,23	90	17,5
30	82	0,21	75	38,5
300	82	0,23	85	87,8
355	88	0,23	69	234,1

Priemyselná využiteľnosť

Spôsob niekoľkostupňového čistenia a koncentrácie roztokov alkalických hlinitanov, ktoré sú odpadom v priemysle spracovania hliníka, kalov, filtračných koláčov a pevných zvyškových látok obsahujúcich hliník, pri získaní roztokov alkalických hlinitanov alebo pevných alkalických hlinitanov.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Spôsob výroby čistých roztokov alkalických hlinitanov s molovým pomerom alkalického oxidu k oxidu hlinitému väčším ako 1,0 z alkalických odpadných roztokov, ktorých molový pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému je menší ako 5,0 a ktorých obsah oxidu hlinitého je hmotnostne 3 až 20 % niekoľkostupňovou rafináciou a koncentraciou, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa nastavuje molový pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému prísadou alkalického lúhu a/alebo oxidu hlinitého na 1 až 5, výhodne na 1 až 2 a takto získané roztoky sa oxidujú oxidačným prostriedkom a podrobujú sa po ohreve na 50 až 100 °C, výhodne na 70 až 80 °C prvému čisteniu mechanickým oddelovaním za prísady pomocných prostriedkov a potom sa koncentrujú na hmotnostne 10 až 25 % oxidu hlinitého a potom sa tieto roztoky podrobujú druhému čisteniu za prísady pomocných prostriedkov a druhej oxidácii.

2. Spôsob podľa nároku 1, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa pevné zvyškové látky, obsahujúce pevný hydroxid hlinitý a/alebo oxid hlinitý, a filtračné koláče, obsahujúce hydroxid hlinitý, rozpustia najprv v horúcom alkalickom lúhu.

3. Spôsob podľa nároku 1 alebo 2, **v y z n a č u j ú c i s a t ý m**, že sa tieto roztoky ďalším odparovaním vody koncentrujú za získania pevnej látky, pričom sa odparovanie vykonáva v rozprašovacom sušiaciaku alebo v

inom vhodnom agregáte za získania pevných alkalických hlinitanov s obsahom oxidu hlinitého hmotnostne 36 až 62 %, výhodne 45 až 55 %.

4. Spôsob podľa nároku 1 až 3, **v y z n a ě u j ú c i s a t ý m**, že mechanické čistenie sa vykonáva sedimentáciou, filtráciou cez filtračnú vložku, membránovou filtráciou s priečnym prietokom cez membrány alebo odstred'ovaním a/alebo kombináciou týchto spôsobov.

5. Spôsob podľa nároku 1 až 4, **v y z n a ě u j ú c i s a t ý m**, že ako pomocné prostriedky sa používajú organické komplexotvorné prostriedky, organické alebo anorganické vložkovacie činidlá, ako sú celulózy, kremelina a aktívne uhlie.

6. Spôsob podľa nároku 1 až 5, **v y z n a ě u j ú c i s a t ý m**, že sa na zvýšenie koncentrácie pridávajú pevné látky obsahujúce hydroxid hliníku alebo oxid hlinitý, pričom sa nastavuje pomer alkalického oxidu k oxidu hlinitému väčší ako 1, výhodne 1,2 až 2.

Koniec dokumentu
