

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y P A T E N T U T Y M C Z A S O W E G O

70875

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.07.1971 (P. 149672)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.07.1974

Kl. 12m, 7/46

MKP C01f 7/46

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej L.

Twórcy wynalazku: Jerzy Grzymek, Krystyna Hubicka, Włodzimierz Hubicki
Uprawniony z patentu tymczasowego: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica,
Kraków (Polska)

Sposób oczyszczania wodorotlenku glinowego od alkaliów

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania wodorotlenku glinowego od alkaliów, znajdujący zastosowanie w ceramice specjalnej do otrzymywania czystego tlenku glinu.

Wodorotlenek glinowy otrzymany klasyczną metodą Bayera zawiera 0,35 – 0,50% alkaliów. W wodorotlenku glinu otrzymanym jako produkt uboczny w metodzie spiekowo – rozpadowej J. Grzymka, zawartość alkaliów wynosi 0,19 – 0,40%. Zanieczyszczenie wodorotlenku glinu przez alkalia wpływa na pogorszenie własności mechanicznych, elektrycznych i termicznych tlenku glinu, otrzymanego przez wyprażenie wodorotlenku. Sód, znajdujący się w wodorotlenku glinu, pochodzi głównie z roztworu węgla sodowego, który to związek w procesie produkcyjnym otrzymywania wodorotlenku glinu, nie zostaje całkowicie usunięty z krystalizującego wodorotlenku i adsorbuje się na jego powierzchni. W mniejszym stopniu jest to również sód, związany w postaci glinianu.

Dotychczas znanych jest kilka sposobów oczyszczania wodorotlenku glinu z niepożądanych domieszek alkalicznych. Problem usuwania alkaliów sprowadza się do przemycania wodorotlenku glinu odpowiednio dobranymi roztworami przemycającymi. Znane metody oczyszczania dotyczą głównie wodorotlenku glinu, otrzymanego metodą Bayera. Przez kilkunastogodzinne wytrząsanie wodorotlenku z dużym nadmiarem wody destylowanej w temperaturze pokojowej uzyskuje się obniżenie alkaliów do zawartości 0,13% wagowych w tlenku glinu.

Znana jest ponadto metoda oczyszczania wodorotlenku glinu, polegająca na ogrzewaniu świeżo wytrąconego wodorotlenku glinowego z 10%-owym roztworem kwasu octowego, co powoduje obniżenie zawartości alkaliów do 0,10% wagowych.

W innej metodzie miesza się wodorotlenek glinowy z mieszaniną stężonych kwasów: solnego i siarkowego lub solnego i azotowego, w temperaturze 60°C, przez okres kilkunastu godzin, w wyniku czego uzyskuje się obniżenie zawartości alkaliów do 0,14% wagowych.

W celu obniżenia zawartości alkaliów stosuje się też wyprażanie wodorotlenku glinu w próżni, w temperaturze 1800°C.

Dotychczas stosowane sposoby oczyszczania wodorotlenku glinu posiadają szereg wad. Przede wszystkim uzyskuje się obniżenie zawartości alkaliów jedynie do 0,10% wagowych, co jest niewystarczające do otrzymania

tlenku glinu stosowanego do celów ceramiki specjalnej. Konieczność użycia stężonych kwasów w niektórych z powyższych metod wymaga specjalnej, odpornej na korozję aparatury i dodatkowo stwarza niebezpieczeństwo dla obsługi. Oczyszczanie wodorotlenku przez prażenie w temperaturze 1800°C w próżni nastręcza duże trudności techniczne w praktyce przemysłowej.

Celem wynalazku jest oczyszczenie od alkaliów wodorotlenku glinowego do zawartości co najwyżej 0,05% wagowych w tlenku glinowym, otrzymanym po jego wyprażeniu. Cel ten osiąga się przez stacjonarne lub przeciwpłądowe przemylwanie świeżo wytrąconego wodorotlenku glinu, roztworem przemylwającym w temperaturze 20° – 100°, przy czym stosunek wodorotlenku glinowego do roztworu przemylwającego jest zależny od postaci wodorotlenku glinowego i sposobu przemylwania.

W przypadku grubokrystalicznego wodorotlenku i stacjonarnego przemylwania, stosunek masy wodorotlenku glinowego do objętości roztworu przemylwającego wynosi: 1 kg wodorotlenku do 10 litrów roztworu.

Jako roztwory przemylwające stosuje się: 1–20%—owe roztwory soli amonowych, takich jak: azotan, siarczan, fluorek, siarczyn, węglan, octan i mrówczan amonu lub też mieszaniny roztworów tych soli z kwasami: azotowym, solnym, siarkowym, siarkawym, octowym i mrówkowym; przy czym stężenie danego kwasu nie jest większe niż 10%.

Sposób oczyszczania wodorotlenku glinowego od alkaliów według wynalazku pozwala na szybkie i efektywne oczyszczenie wodorotlenku do zawartości co najwyżej 0,05% wagowych w tlenku glinowym, otrzymanym przez wyprażenie wodorotlenku. Sposób według wynalazku jest bezpieczny do stosowania ze względu na użycie do przemylwania rozcieńczonych roztworów soli amonowych względnie rozcieńczonych roztworów soli amonowych i kwasów. Zastosowanie wodnych roztworów soli amonowych daje szczególnie dobre wyniki, ponieważ jon amonu wymienia jon sodu, związany ulatnia w wodorotlenku glinowym i przy prażeniu ulatnia się w postaci gazowego amoniaku. Ponadto w przypadku zastosowania soli amonowych roztwory, pozostałe po przemylwaniu, mogą być wykorzystane w rolnictwie jako płynny nawóz sztuczny.

Przykład I. 110 kg świeżo otrzymanego z produkcji krystalicznego wodorotlenku glinowego o zawartości 0,040% alkaliów w przeliczeniu na tlenek glinowy, przemylwa się mieszając w temperaturze 60°C, trzema porcjami po 33,3 litra 5%—go roztworu azotanu amonowego. Po każdym przemylciu odsąca się wodorotlenek od roztworu a po ostatnim przemylciu dodatkowo przemylwa się ciepłą wodą. Następnie przemylty wodorotlenek praży się w temperaturze 1200°C przez okres 3 godzin. W otrzymanym tlenku glinowym zawartość alkaliów, oznaczona przy użyciu fotometru płomieniowego, wynosiła 0,05% wagowych.

Przykład II. 10 kg świeżo otrzymanego z produkcji wodorotlenku glinowego o zawartości 0,40% alkaliów, w przeliczeniu na tlenek glinu, przemylwa się mieszając w temperaturze 70°C, trzema porcjami po 33,3 litra mieszaniny roztworów: 2%—go kwasu azotowego, 4%—wego azotanu amonowego o stosunku 1:1. Po każdym przemylciu odsąca się wodorotlenek od roztworu, a po ostatnim przemylciu dodatkowo przemylwa się go ciepłą wodą. Następnie przemylty wodorotlenek praży się w temperaturze 1200° przez okres 3 godzin do tlenku glinowego. W otrzymanym tlenku glinowym zawartość alkaliów, oznaczona przy użyciu fotometru płomieniowego, wynosi 0,045% wagowych.

Zastrzeżenie patentowe

%

Sposób oczyszczania wodorotlenku glinowego od alkaliów, znamieny tym, że świeżo wytrącony wodorotlenek glinowy przemylwa się stacjonarnie lub przeciwpłądowo, w temperaturze 20–100°C, jednym z następujących roztworów przemylwających: 1–20% roztwór soli amonowych, takich jak: azotan, siarczan, fluorek, siarczyn, węglan, octan lub mrówczan amonu albo też mieszaninami roztworów tych soli z kwasami: azotowym, solnym, siarkawym, siarkowym, octowym lub mrówkowym, przy czym stężenie danego kwasu nie jest większe niż 10%.