



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 224 019 A1

4(51) C 01 F 11/18

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 01 F / 263 400 0

(22) 25.05.84

(44) 26.06.85

(71) VEB Gärungschemie Dessau, 4500 Dessau, Johann-Meier-Straße 12, DD

(72) Heinemann, Peter, Dipl.-Ing.; Bergmann, Horst, Dipl.-Ing.; Appel, Walter; Ziegler, Reiner; Heinze, Sigrid, Dipl.-Chem.; Lindner, Siegmund, DD

(54) Verfahren zur Herstellung von schwefelarmem Bariumcarbonat

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von schwefelarmem Bariumcarbonat, vorzugsweise für den Einsatz in der Glas- und Keramikindustrie. Der Erfindung liegt das Ziel zugrunde, schwefelarmes Bariumcarbonat kostengünstiger herzustellen, wobei die Umweltbelastung durch das Abwasser vermindert wird. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Ablauge, die nach der Abtrennung des Bariumcarbonates aus der Umsetzung von Bariumsulfid-Lösung mit Kohlendioxid entsteht und Ammoniak in Form von Ammoniumhydroxid, Ammoniumsulfid und -polysulfid enthält, wieder zum Lösen von Rohschwefelbarium verwendet und im Kreislauf geführt wird. Die erhaltene Bariumsulfid-Lösung wird erneut mit Kohlendioxid zu Bariumcarbonat umgesetzt.

Titel: Verfahren zur Herstellung von schwefelarmem
Bariumcarbonat

Anwendungsgebiet:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von schwefelarmem Bariumcarbonat vorzugsweise für den Einsatz in der Glas- und keramischen Industrie.

Charakteristik der bekannten technischen Lösung:

Es ist bereits bekannt, schwefelarmes Bariumcarbonat durch Umsetzung von Bariumsulfid-Lösung mit Kohlendioxid kontinuierlich in einer Rührwerkskolonne herzustellen (DD-WP 58501 und DD-WP 79472). Ungünstig ist bei dem genannten Verfahren der Anfall von heißer sulfidhaltiger Ablauge.

In der JP-AS 51-29517 wird ein Verfahren zur Herstellung von Bariumsulfid-Lösung in Gegenwart von Kohlendioxid und Ammoniak oder/und Ammoniumsulfid beschrieben, wobei eine Ammoniak-haltige Mutterlauge anfällt, welche durch Erhitzen zersetzt und als Kondensat (Ammoniumsulfid) zurückgewonnen und wiederverwendet wird. Nachteilig ist bei dem genannten Verfahren, daß Bariumsulfid-Lösungen mit einem Konzentrationsgehalt von 120 - 160 g BaS/l verwendet werden und daß ein zusätzlicher Energieaufwand durch die Verfahrensstufe Destillation notwendig wird.

Ziel der Erfindung:

Der Erfindung liegt das Ziel zugrunde, schwefelarmes Bariumcarbonat kostengünstiger herzustellen, wobei gleichzeitig die Umweltbelastung vermindert werden soll.

Wesen der Erfindung:

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu entwickeln, das einen geringen Sulfidgehalt im Endprodukt hat und eine Verwertung der anfallenden sulfidhaltigen Ablauge ohne zusätzliche Arbeitsgänge ermöglicht.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Ablauge, die nach der Abtrennung des Bariumcarbonates aus der Umsetzung von Bariumsulfid-Lösung mit Kohlendioxid entsteht und Ammoniak in Form von Ammoniumhydroxid, Ammoniumsulfid und -polysulfid enthält, wieder zum Lösen von Rohschwefelbarium verwendet und im Kreislauf geführt wird. Nach der Fällung des Bariumcarbonates wird zur Entschwefelung Ammoniaklösung entsprechend den Verlusten zugesetzt, so daß ein konstanter Ammoniakgehalt in der erzeugten Bariumsulfid-Lösung erhalten wird. Diese Bariumsulfid-Lösung wird erneut mit Kohlendioxid zu Bariumcarbonat umgesetzt.

Ausführungsbeispiel:

1 l technische Bariumsulfid-Lösung mit 180 g BaS/l wird bei 343,15 K (70 °C) so lange mit Kohlendioxid versetzt, bis alle Barium-Ionen als Bariumcarbonat ausgefällt sind. Die aussaturierte Bariumcarbonat-Maische wird mit 10 ml 25 %iger Ammoniaklösung versetzt und 20 Minuten bei 333,15 K (60 °C) entschwefelt. Nach dem Filtrieren, Waschen und Trocknen erhält man ein Bariumcarbonat mit einem Gesamtschwefelgehalt, ausgedrückt als SO_3 , von 0,46 %.

Die Ablauge ist sulfatfrei und schwermetallarm mit einem Gehalt an Ammoniakverbindungen, ausgedrückt als NH_3 , von 0,8 g/l. 1,5 l der vorher angefallenen Ablauge wird zum Lösen von Rohschwefelbarium verwendet, so daß eine Lösung mit einer Konzentration von 180 g BaS/l entsteht. 1 l dieser Bariumsulfid-Lösung wird mit Kohlendioxid zu Bariumcarbonat umgesetzt. Die aussaturierte Bariumcarbonat-Maische wird mit 5 ml 25 %iger Ammoniaklösung versetzt und 20 Minuten bei 333,15 K (60 °C) entschwefelt. Nach dem Filtrieren, Waschen und Trocknen erhält man ein Bariumcarbonat mit einem Gesamtschwefelgehalt von 0,22 %, berechnet als SO_3 .

Die sulfatfreie und schwermetallarme Ablauge kann erneut zum Lösen von Rohschwefelbarium verwendet werden.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung von schwefelarmem Bariumcarbonat, gekennzeichnet dadurch, daß die Ablauge, die nach der Abtrennung von Bariumcarbonat aus der Umsetzung von Bariumsulfid-Lösung mit Kohlendioxid anfällt und Ammoniak in Form von Ammoniumhydroxid, Ammoniumsulfid und -polysulfid enthält, zum Auslaugen von Rohschwefelbarium verwendet wird und erneut zur Herstellung von Bariumcarbonat dient.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die verwendete Bariumsulfid-Lösung einen Konzentrationsgehalt von 170 - 200 g BaS/l vorzugsweise 180 g BaS/l hat.