

Opis wydano drukiem dnia 25 sierpnia 1964 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ **OPIS PATENTOWY**

12 m, 7/76
col f

Nr 46752

Kl. ~~12 m, 7~~
Kl. internat. C 01 f

Instytut Chemii Ogólnej *)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania czystego alunu glinowo-amonowego i technicznego siarczanu glinowego

Patent trwa od dnia 14 lipca 1961 r.

Alun glinowo-amonowy otrzymuje się zazwyczaj, dodając siarczan amonowy do roztworu siarczanu glinowego, otrzymanego przez rozkład surowca zawierającego glin, np. gliny, kaolinu, łupka, boksytu itp. kwasem siarkowym i odfiltrowanie części nierozpuszczalnych. Alun wykryształizowany z wydajnością około 50—85% (zależnie od stężenia roztworu, jego temperatury i zawartości innych składników) oddziela się od ługu pokrystalicznego, przemywa i suszy. Ług pokrystaliczny zawiera resztę alunu, który nie wykryształizował oraz zanieczyszczenia pochodzące głównie z surowca glinowego, jak siarczany żelaza, sodu, magnezu, wapnia itd. Część alunu zawartego w ługu pokrystalicznym można

wykrystalizować po zagęszczeniu tego ługu. Ług pozostały po drugiej krystalizacji zawiera jeszcze dużo alunu jednak zwykle jest tak mocno zanieczyszczony, że nie nadaje się do dalszej przeróbki i stanowi odpad.

Powyżej opisany znany sposób ma poważne wady. Zagęszczanie dużej ilości ługu pokrystalicznego jest bardzo kosztowne, a kosztu tego nie równoważy wartość stosunkowo niewielkiej ilości uzyskanego dodatkowo alunu. Po drugiej krystalizacji znaczna część alunu pozostaje w ługach, które stanowią uciążliwe ścieki.

Okazało się, że można ominąć opisane powyżej trudności i otrzymać czysty alun glinowo-amonowy, a jednocześnie jako produkt uboczny techniczny siarczan glinowy, o ile według wynalazku do rozkładu gliny, kaolinu lub innego surowca zawierającego glin stosuje się roztwór kwasu siarkowego, w ilości większej niż potrzeb-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Stanisław Bretsznajder, Janusz Porowski i Wiesław Kawecki.

na jest teoretycznie do całkowitego rozpuszczenia glinu zawartego w użytym surowcu, rozcieńczony nie wodą lecz zawierającym alun glinowo-amonowy ługiem, otrzymanymi po pierwszej krystalizacji tego alunu.

Nadmienia się, że dotychczasowe próby stosowania samego kwasu siarkowego w nadmiarze w celu rozłożenia gliny i otrzymania siarczanu glinowego nie znalazły zastosowania, ponieważ w tym przypadku rozpuszczalność siarczanu glinowego znacznie maleje i cała masa po wylugowaniu gliny krystalizuje (krzepnie) i nie daje się odfiltrować. Natomiast w sposobie według wynalazku nadmiar kwasu siarkowego jest konieczny, ponieważ w przypadku braku tego nadmiaru sole zawarte w ługu pokrystalicznym, stosowanym do rozcieńczania kwasu siarkowego, wywierają na kwas buforujące działanie i zwalniają proces rozkładu surowca.

Niespodziewanie stwierdzono fakt, że rozpuszczalność siarczanu glinowego w obecności soli amonowych nie maleje przy dodawaniu kwasu siarkowego lecz wzrasta. W związku z tym okazało się możliwe zawracanie ługu pozostałego po pierwszej krystalizacji alunu i rozcieńczanie nim kwasu siarkowego stosowanego w nadmiarze.

Po przeprowadzeniu rozkładu surowca glinowego i oddzieleniu roztworu siarczanu glinowego od części nierozpuszczonych (krzemionki, gliny itp.) do roztworu siarczanu glinowego zawierającego wolny kwas siarkowy dodaje się siarczanu amonowego i wykrystalizowuje alun glinowo-amonowy. Alun oddziela się od ługu pokrystalicznego, który zawiera wprowadzony nadmiar kwasu siarkowego, niewykrystalizowany alun oraz zanieczyszczenia. W sposobie według wynalazku do rozcieńczania kwasu siarkowego stosuje się stale tylko część tego ługu i w takiej ilości, aby zawarte w nim zanieczyszczenia nie gromadziły się w obiegu i nie wpływały ujemnie na czystość otrzymywanego alunu.

Według wynalazku pozostała część ługu poddaje się zagęszczeniu przez odparowanie, przy czym wykrystalizowuje przeważna część soli w tym ługu zawartych, głównie alun glinowo-amonowy. Ługiem pozostałym po drugiej krystalizacji, zawierającym wolny kwas siarkowy oraz zanieczyszczenia siarczkami glinu, żelaza, sodu, magnezu i innych metali, działa się według wynalazku na surowce zawierające glin,

np. glinę, kaolin, łupek, boksyt itp., przy czym w znany sposób wytwarza się techniczny siarczan glinowy.

W stosunku do znanych metod sposób według wynalazku ma duże zalety. Wprowadzane do procesu: surowiec zawierający glin i kwas siarkowy są niemal całkowicie wykorzystane do otrzymywania czystego alunu glinowo-amonowego i technicznego siarczanu glinowego. Ilość wody, którą należy odparować w czasie zagęszczania roztworu po pierwszej krystalizacji alunu, jest kilkakrotnie mniejsza aniżeli w sposobach znanych dotychczas, w których zagęszczano nie część lecz cały ług po pierwszej krystalizacji alunu. Poza tym nie zachodzi potrzeba odprowadzania ścieków, stanowiących uprzednio uciążliwy odpad produkcyjny.

Przykład. 10 kg prażonej kaolinowej gliny (kalcynowanej w ciągu 2 godzin w temperaturze 780—800°C) zmielono w młynie kulowym do rozdrobnienia 25% pozostałości na sicie 1600 oczek/cm². Otrzymany produkt zawierający 33,8% Al_2O_3 i 0,36% Fe_2O_3 mieszając ogrzewano do temperatury 94°C w ciągu 4 godzin z roztworem, który otrzymano przez zmieszanie 6,5 litrów kwasu siarkowego stężonego o ciężarze właściwym 1,84 z 86 litrami ługu po krystalizacji alunu glinowo-amonowego. Ług ten zawiera 3,3% wagowo kwasu siarkowego i 7,4% wagowo alunu glinowo-amonowego $(NH_4)Al(SO_4)_2$. Ciężar właściwy ługu wynosił 1,11. Po zakończeniu reakcji ługowania roztwór przesączono, osad przemyto 40 litrami wody i ciecz z przemywania dodano do głównego przesączu. W roztworze połączonych przesączów rozpuszczono w temperaturze 70°C 4,2 kg siarczanu amonowego i po ochłodzeniu cieczy do temperatury 28°C wykrystalizowano alun glinowo-amonowy, który odwirowano i wysuszone. Otrzymano 24,8 kg krystalicznego alunu glinowo-amonowego $(NH_4)Al(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$ i 106 litrów ługu pokrystalicznego o składzie takim samym, jak wyżej przytoczony ług wzięty do rozkładu gliny.

86 litrów ługu pokrystalicznego zawrócono do procesu wytwarzania alunu w sposób opisany wyżej. Pozostałe 20 litrów ługu pokrystalicznego odparowano do objętości 4 litrów, ochłodzono i wykrystalizowano alun. Po odwirowaniu i wysuszeniu otrzymano 2,2 kg technicznego alunu glinowo-amonowego.

Pozostały ług ponownie ogrzano do temperatury 90°C, dodano 1,4 kg gliny kalcynowanej,

ogrzewano w ciągu 4 godzin, rozcieńczono wodą w ilości potrzebnej do filtracji, odsączono stałe zanieczyszczenia i osad przemyto. Przesącz wraz z cieczą z przemycia odparowano i wylano do krystalizatora, gdzie cała masa zakrzepła. Otrzymano 2,5 kg technicznego siarczanu glinowego o zawartości 14% Al_2O_3 .

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania czystego alunu glinowo-amonowego i technicznego siarczanu glinowego z gliny, kaolinu, łupku, boksytu lub innego surowca zawierającego glin przez rozkład tego surowca rozcieńczonym roztworem kwasu siarkowego, oddzielenie części nierozpuszczonych, dodanie siarczanu amonowego i oddzielenie wykrystalizowanego alunu od ługu pokrystalicznego, znamieny tym, że do rozkładu surowca glinowego stosuje się roztwór zawierający alun glinowo-amonowy oraz kwas siarkowy w ilości większej aniżeli

potrzebna jest teoretycznie do rozpuszczenia glinu zawartego w surowcu, przy czym po oddzieleniu części nierozpuszczonych i dodaniu siarczanu amonowego alun glinowo-amonowy krystalizuje się z roztworu zawierającego wolny kwas siarkowy, po czym otrzymany ług pokrystaliczny częściowo zawraca się i zużywa w procesie rozkładu surowca glinowego, częściowo zaś przerabia na techniczny siarczan glinu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że część ługu po krystalizacji alunu poddaje się zagęszczeniu przez odparowanie, po czym oddziela się wykrystalizowane sole od zagęszczonego ługu kwaśnego, którym działa się na surowce zawierające glin w celu otrzymania siarczanu glinowego.

Instytut Chemii Ogólnej
Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek
Rzecznik Patentowy