



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 05. VIII. 1966 (P 115 987)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25. X. 1968

Kl. 12 m, 7/06

MKP C 01 f, 4/08

UKD

Współtwórcy wynalazku: prof. dr inż. Tadeusz Pompowski, dr inż. Edward Wiewiórowski, mgr inż. Mirosław Kobierski

Właściciel patentu: Politechnika Gdańska (Katedra Chemicznej Technologii Nieorganicznej i Analizy Technicznej), Gdańsk (Polska)

Sposób otrzymywania tlenku glinu i krzemianu wapnia

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania tlenku glinu i krzemianu wapnia na drodze hydrotermalnego rozkładu surowca ilastego w środowisku alkalicznym, a następnie działaniu wodorotlenkiem wapnia na ługi poreakcyjne.

Według dotychczas znanych metod surowce ilaste były wykorzystywane do otrzymywania tlenku glinu na drodze rozkładu za pomocą kwasu siarkowego (Bretsznajder S., Przem. Chem. 42, 677, 1963) lub w środowisku alkalicznym w autoklawie przy zastosowaniu wysokich wartości parametrów rozkładu (Barlot J., Fr. 1, 251, 226 Appl. Sept. 30, 1957).

W sposobie według wynalazku rozkładu surowca ilastego dokonuje się w warunkach beciśnienia, co daje możliwości prowadzenia procesu w sposób ciągły. Okazało się, że jeżeli wsad składający się z mieszaniny alkaliów, a mianowicie węgla lub wodorotlenku sodu i surowca ilastego podda się w temperaturze 400—1100°C działaniu przegrzanej pary wodnej wówczas można uzyskać spiek dający się łatwo wylugować wodnym roztworem alkaliu, a następnie można oddzielić krzemionkę zawartą w ekstrakcie przez działanie wodorotlenkiem wapnia.

Według wynalazku reakcję hydrotermalnego rozkładu surowca ilastego przeprowadza się w piecu np. rurowym wprowadzając do suchej mieszaniny surowca ilastego i węgla lub wodorotlenku sodu w stosunku wagowym $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ wynoszącym

2

0,5 + 1—4:1 przegrzaną parę wodną w ilości 10—400 kg pary/1 kg wsadu na godzinę w temperaturze 400—1100°C w ciągu 5—120 minut. Otrzymany spiek ługuje się roztworem alkaliów w celu wymycia z niego krzemianów i glinianów alkaliów. Na uzyskany roztwór działa się wodorotlenkiem wapnia przy czym wytrąca się krzemian wapnia, który oddziela się od roztworu przez filtrację. Z przesączu wytrąca się wodorotlenek glinu znanymi metodami, oddziela od roztworu na drodze filtracji i suszy.

W przypadku wytrącania wodorotlenku glinu za pomocą dwutlenku węgla, pozostały roztwór, po oddzieleniu wodorotlenku, zagęszcza się do otrzymania stałego węglanu sodu, a ten ostatni zwraca się do procesu.

Postępując sposobem według wynalazku uzyskuje się wydajność reakcji w przeliczeniu na uzyskany glin i krzemionkę wynoszącą powyżej 90%.

Przykład I. Mieszaninę złożoną ze 100 części wagowych gliny, zawierającej 63,2% SiO_2 oraz 22% Al_2O_3 i 223 części wagowych sody bezwodnej umieszcza się w piecu rurowym, przez który przepuszcza się strumień przegrzanej pary wodnej w ilości około 32.000 części wagowych. Rozkład prowadzi się w temperaturze 700°C przez około 120 minut. W wyniku hydrotermalnego rozkładu otrzymuje się spiek, który poddaje się ługowaniu 10%-wym roztworem wodorotlenku sodu. Otrzymany roztwór zawierający około 57 części wago-

wych SiO_2 traktuje się około 320 częściami wagowymi wodorotlenku wapnia. Powstały osad krzemianu wapnia oddziela się od roztworu na drodze filtracji. Przesącz poddaje się działaniu CO_2 , otrzymany wodorotlenek glinu odsącza się, a roztwór zagęszcza się do otrzymania stałego węglanu alkalicznego, który zawraca się do procesu.

Przykład II. Mieszaninę złożoną ze 100 części wagowych gliny, zawierającej 63,2% SiO_2 oraz 23% Al_2O_3 i 179 części wagowych wodorotlenku sodu umieszcza się w piecu rurowym, przez który przepuszcza się strumień przegrzanej pary wodnej w ilości około 24.000 części wagowych. Rozkład prowadzi się w temperaturze 600°C przez około 120 minut.

W wyniku hydrotermalnego rozkładu otrzymuje się spiek, który poddaje się ługowaniu 10%-wym roztworem wodorotlenku sodu. Otrzymany roztwór traktuje się około 330 częściami wagowymi wodorotlenku wapnia. Powstały osad krzemianu wapnia oddziela się od roztworu. Przesącz poddaje się działaniu CO_2 , wytrącony wodorotlenek glinu odfiltruje się, a roztwór zagęszcza do otrzymania stałego węglanu sodu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania tlenku glinu i krzemianu wapnia na drodze hydrotermalnego rozkładu surowca ilastego w środowisku alkalicznym, a następnie działaniu wodorotlenkiem wapnia na ługi poreakcyjne, **znamienny tym**, że do suchej mieszaniny surowca ilastego i węglanu lub wodorotlenku sodu w stosunku wagowym $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$ wynoszącym 0,5 : 1—4 : 1 wprowadza się przegrzaną parę wodną w ilości 10—400 kg pary/kg mieszaniny/godzinę w temperaturze 400—1100°C w ciągu 5—120 minut, po czym otrzymany spiek ługuje się wodnym roztworem alkaliów, a z uzyskanego roztworu krzemianów i glinianów sodu wydziela się w znany sposób najpierw za pomocą wodorotlenku wapnia krzemian wapnia, a następnie tlenek glinu.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że roztwór po oddzieleniu krzemianu wapnia traktuje się dwutlenkiem węgla, po czym po oddzieleniu wytrąconego wodorotlenku glinu roztwór zagęszcza się do otrzymania stałego węglanu sodu, który zawraca się do procesu.