

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (3)

IZDAN 1 JULA 1938.

## PATENTNI SPIS BR. 14123

**Burman Axel Sigurd, Huddinge, Švedska.**

Postupak i uređaj za proizvodjanje čistog aluminija.

Prijava od 27 maja 1937.

Važi od 1 januara 1938.

Kod dobivanja čistog aluminija po kiselom postupku, tj. rastvaranjem sirovina pomoću mineralnih soli, mogu se upotrebljavati razne sirovine, dapače sirovine, bogate kremičnom kiselinom, kao glina, leucit, sve vrsti bauksita itd. Ova prednost napram bazičnim postupcima, koji iziskuju prilično čisti bauksit kao sirovinu, isčezavala je ali do sada usljed troškova za uklanjanje onečišćenja i usljed gubitaka kiseline, koji bi potonji, naročito kod upotrebe solne kiseline ili dušične kiseline, činile postupak neekonomičnijim već onda, kada iznašaju nekoliko malo stotinki.

Pronalazak se odnosi na takove postupke, kod kojih se rastvaranjem sirovine, koja sadrži aluminija, pomoću kiseline dobivena sol disocira u aluminijev hidroksid ili u aluminij i kiselinu.

Glavna je svrha pronalaska u tom, da se omogući provedenje postupka jednostavnim i jeftinim načinom, i sa neznatnim gubicima kiseline. Prema pronalasku puštaju se na sirovinu djelovati vrele kiselinske pare neposredno kod njihovoga razvijanja kod termičkog rastvaranja, pri čemu se odvoji reakcijom dobivena kiselina rastopina od netopivog zaostatka i zatim rastopina raspari pomoću topline spomenutih kiselih para kao i topline reakcije, koja se razvija kod rastvaranja sirovina.

Druga je svrha u tom, da se izbjegne gubicima kiseline i troškovima, koji nastaju ispiranjem netopivih zaostataka i čišćenjem aluminijevih soli, prije nego što se ona podvrgne termičkom rastvaranju, što će se kasnije opširnije razložiti. Prije nego što se sirovina, koja sadrži aluminija,

rastvori kiselinom, probitačno je, da ju se izžari. Ako se uzme kao sirovina glina, najbolje je da se ugrije na 600—800° C, čime se istjera u njoj sadržina kemički vezana voda i kremična kiselina postaje netopiva, dočim aluminijev oksid postaje laglje topiv. Izžarivanje se može provesti u smjesi sa ugljikom u plinskom generatoru, npr. takovom, sa cirkulirajućim roštiljem. Izžarivanje je napose onda umjesno, kada kao sirovina upotrebljena glina sadrži ugljena. U takovom se slučaju dobiva kod izžarivanja ložni plin, koji se može upotrebiti kod rastvaranja postupkom dobivene aluminijevske soli. Temperatura se u plinskom generatoru drži ispod 800° C regulacijom ulaznja zraka i pare u generator, a i regulacijom sadržine vode u glini, jer bi višja temperatura loše delovala na topivost aluminijevskog oksida. Mogu se upotrijebiti i drugačiji postupci žarenja, npr. izžarivanje u okretnoj peći.

Izžarena, uprašena sirovina pomiješa se vodom, a na smjesu se postupa sa vrelim kiselim parama, koje se dobivaju termičkim rastvaranjem ranije dobivene aluminijevske soli. Ako se upotrebljuje solna kiselina, onda nastupa rastvaranje aluminijevskog klorida, koji se je izradio, već kod jedno 350° C prema shemi  $AlCl_3 \cdot 6H_2O = Al(OH)_3 + 3HCl + 3H_2O$ . Sirovini prevedena sadržina vode odmjerena je tako, da skupa sa sirovini privedenim kiselim parama daje kiselinu odgovarajuće jakosti. Dobiveni se hidroksid onda žarenjem rastvara dalje na aluminijevski oksid i vodu. Ako se kod rastvaranja aluminijevskog klorida uzima višja temperatura od 350° C,

može se izravno proizvodati aluminijski oksid.

Reakcija između kiseline i sirovine, koja sadrži aluminijsku, je eksotermična, tako da se razvija para, koja se probitačno skupa sa parom iz drugih stepena postupka upotrebljuje za isparivanje solnih rastopina, koje su ranije u izviđanju postupka proizvodane dok se ne dobije solna masa, koja se sastoji iz aluminijske soli u kristaliziranom obliku i maleni postotak ostaline, koja sadrži onečišćenja, osobito željezo. Isparivanje se probitačno provoda u vakuumu u jednom ili u više stepena. Svršishodnim izborom sadržine vode u sirovini i temperature kiselih para dostajati će kroz vrele kisele pare i sa rastapanjem kiselih para u nazočnoj vodi razvijena toplina, koja se razvija kod reakcije između kiseline i sirovine, za rasparivanje vode u solnoj rastopini, koja se je dobila od odgovarajuće količine sirovine. Jakost solne kiseline shodno ne treba da bude iznad 20%, jer vrelište ove kiseline ima kod ove jakosti svoj maksimum, naime 110° C. Kiseline ove jakosti daje prikladnu koncentraciju rastopine soli, koja se ima ispariti i najmanju sadržinu solne kiseline u pari, koja izlazi iz posude za rastvaranje. Navedenim se načinom kiselina stalno regenerira malenim gubicima. Pošto je neizbježno, da mali dio kiseline izađe sa parom iz posude za rastvaranje, to se kondensirana voda od ove pare, koja se tvori u napravi za rasparivanje, shodno upotrebljuje za pranje netopivih zaostataka, koji se dobivaju kod rastvaranja sirovine, nakon čega se ispirna tekućina uvodi za slijedeću šaržu u posudu za rastvaranje. Tim se jednostavnim načinom opet dobiva aluminijska sol iz ispirne tekućine, a i kiseline iz kondensirane vode bez naročitih troškova.

Čišćenje aluminijske soli od onečišćenja, osobito od željeza, izvada se probitačno slijedećim načinom:

Koncentrirana se ostalina odvoji npr. vrcanjem od solne mase, koja se dobiva kod rasparivanja solne rastopine, proizvodane gore opisanim načinom, iza čega se sol pere. Kod ovoga pranja, koje se može preduzimati u centrifugi, pri čem se upotrebljuje prilično malo vode, dobiva se ispirna ostalina, koja sadrži mali dio onečišćenja, te u kojoj je rastopljen i mali dio aluminijske soli. Ispirna se ostalina dodaje slijedećoj solnoj rastopini, koja se ima raspariti. Moguće je, da se jedan dio ostaline odvodi natrag u napravu za rasparivanje, koja, kako je gore napomenuto, sadrži maleni dio aluminijske soli u rastopini, čime se aluminijska sol savršeniije dobiva natrag. Pošto se ostalina koncen-

trira i njezina je količina neznatna, može se u njoj sadržana kiselina brzo dobiti natrag i opet unijeti u radni proces. Ako se upotrebljuje dušična kiselina ili solna kiselina, može se postići dobivanje kiseline natrag, koja je sadržana u onečišćenjima, tim da se kiselina istjera sumpornom kiselinom i grijanjem. Ako se je upotrijebila solna kiselina, pa ako su se rastopile velike količine željeza, onda se može ostalina pomiješati drvenim ugljenom, pilotinom, šećerom ili s drugim ugljičnim hidratima, pa smjesu ugrijati, čime se solna kiselina lahko i potpuno istjera, a zaostaje željezni oksid pomiješan sa ugljikom, koji potonji kod grijanja na visoku temperaturu reducira željezni oksid. Željezni se klorid može dobivati i zasebno natrag iz rasporene i izvrcane kristalne mase i to pomoću prikladnog topivog sredstva npr. etera ili acetona.

Nacrt je shematski prikaz uređaja za kontinuirano proizvodanje postupka po moću solne kiseline kao topivog sredstva za sirovinu.

Iz lijevka 1 uvodi se uprašena, žarena sirovina, kao glina, u odmjerenim količinama u okretljivu cijev 2, koja je providena vijčastim sredstvom za uvođenje ili je sasvim ispunjena sa Rašigovim prstima ili sličnim tjelesima za punjenje. Kroz vod 13 upusti se na glinu ovoj ekvivalentna količina solne kiseline, pri čem se kiselina sastoji iz kiselih para  $3\text{HCl} + 3\text{H}_2\text{O}$ , koje imaju temperaturu od približno 110° C, a uzete su iz okretne peći 3, u kojoj se rastvara ranije tvoreni aluminijski klorid  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , pri čem se sol unaša u peć 3 kroz lijevak 16 u brižno izmjenjenim količinama. Skupa sa kiselim plinovima upuštava se regulirana količina vode kroz raspršivača 4. Ova se voda shodno sastoji od ispirne vode, koja se je dobila kod pranja ostaline od topljenja sirovine, koja sadrži aluminijsku, i od kondenzata od rasparivanja rastopine hlorida u vakuum-napravi 6. Mjesto da se glina i voda upuštaju odvojeno pa miješaju u cijevi 2, može se upotrijebiti posebno miješalo, iz kojega se smjesa gline i vode u obliku mulja uvodi u reguliranim količinama, npr. kroz napravu za mjerenje u cijev 2. Kisele se pare u ovom slučaju vode kroz vod 13 neposredno kroz centralnu cijev, koja nešto siže u cijev 2, te je u cijevi opkoljena po daljnjem rupičastom prstenu, koji je čvrsto spojen sa cijevi 2, i sa svoje strane opkoljen Rašigovim cijevima radi osiguranja dobrog razdjeljenja i apsorpcije kiselih para.

Razdjeljenje sirovine, koja se pokreće u istom smjeru kao sredstvo za rastva-

ranje kroz cijev 2, potpomaže se temeljitim miješanjem i visokom temperaturom. Cijev 2 ulazi zabrtvena u spremnik 14, koji ima ispušt za izlaženje pare, koji se sastoji od učvršćene cijevi 15, te koji može da bude spojen sa tornjem za pranje ili sličnim uređajem, koji na nacrtu nije prikazan, radi pranja izlazeće pare. Rastopina klorida i netopiva ostalina mogu se sabirati u posudama, iz kojih se rastopina nakon staloženja krutih tvari otpusti, ili se rastopina može u napravi za filtriranje filtrirati i iz ove jasna rastopina uvadati u vakuum-spravu 6, u kojoj se pomoću pare iz ispusta 15 rasparuje. Naprava 6 može probitačno biti rasparivač sa dvostrukim učinkom, kako je prikazan na nacrtu. Netopiva se ostalina ispere, probitačno sa kondenzatom, koji se kondenzacijom privodi u vakuum-napravu 6 kod rasparivanja rastopine klorida, koja se je prije dobila. U napravi 6 za rasparivanje dobivena gusta masa klorida uvede se u vrtalo 7, u kojem se odstranjuje ostalina, nakon čega se masa pere. Najbolji se učinak pranja dobiva, ako se pranje izvodi neposredno u centrifugi. Ostalina se kroz vod 8 vodi u peć 9 za ponovno dobivanje, u kojem se ugrije skupa sa sumpornom kiselinom, tako da se dobiva natrag solna kiselina, koja se kroz vod 10 vodi natrag u cijev 2. U centrifugu se kroz cijev 11 uvada voda za pranje, a ispirna se tekućena onda kroz vod 12 vodi u vakuum-aparat za rasparivanje 6, dočim se čisti kristali aluminijskog klorida uvadaju u peć 3, gdje se podvrgavaju termijskom rastvaranju.

Uređaj je naravno providen slavinama i brtvama, gdje je to potrebno, da se zapriječi izstrujavanje plinova i para. U peći 3 tvoreni aluminijski hidroksid otpuštava se kroz zapornu napravu, koja spriječava ulazak vanjskoga zraka u peć.

Mjesto da se za rastvaranje sirovine upotrijebi okretna cijev 2, može se uzeti okomiti toranj sa odgovarajućim ulošcima uz pretpostavu, da se gore uvada smjesa fino uprašene sirovine i vode skupa sa solnom kiselinom.

Nacrt prikazuje kontinuirano provedenje postupka, on se ali može provodati i u šaržama. Za trajanje topljenja je ispravno, da se količina sirovine drži nešto u suvišku iznad upotrebljene kiseline ili da se inače dobivena rastopina načini nešto bazična, da se djeluje protiv njezine hidrolize kod rasparivanja. Ako se uzme suvišak kiseline, pogodova bi se doduše tečaj topljenja, ali bi izlazeća para sadržavala nedopustivo veliku količinu kiselih para.

## Patentni zahtevi:

Postupak za dobivanje čistog aluminijskog rastvaranjem sirovina, koje sadrže aluminijsku pomoću kiseline i termičke disocijacije dobivene aluminijske soli u oksid i kiselu paru, naznačen tim, da se uprašena sirovina, probitačno u žarenom stanju, pomiješa s vodom i na nju postupa sa vrućim kiselim plinovima, koji se dobivaju kod disocijacije, tako da se stvara para, koja se dobiva natrag, nadalje kiselina sol i netopiva ostalina, koja se odvaja od rastopine i pare, dočim se dobivena rastopina rasparuje pomoću kod rastvaranja sirovine proizvedene pare, dok ne nastane masa kristalizirane aluminijske soli.

2) Postupak prema zahtjevu 1, naznačen, tim, da se kiselina i voda skupa sa sirovinom u istom smjeru šalju kroz reakcionu posudu, npr. tako, da se uvadaju na jednom kraju okretna cijevi, dok se rastopina soli, para i netopiva ostalina otpuštaju na drugom kraju.

3) Postupak prema zahtjevu 1 i 2, naznačen tim, da se rasparivanje zbiva u vakuum-napravi u jednom ili u više stepena i to pomoću pare, koja se stvara u postupku.

4) Postupak prema zahtjevu 1--3, naznačen tim, da se kod rastvaranja sirovine uvadana voda sastoji iz ispirne vode, koja se dobiva kod pranja netopive ostaline i/ili iz kondenzne vode, nastaje kod rasparivanja solne rastopine.

5) Postupak prema zahtjevu 1--4, naznačen tim, da se ostalina od rasporene mase aluminijske soli odvaja vrcanjem ili sl., iza čega se sol pere vodom i parna tekućina privodi solnoj rastopini, koja će se kod slijedećeg radnog stepena raspariti.

6) Postupak prema zahtjevu 1--5, naznačen tim, da se jedan dio ostaline, koji se odvaja u centrifugi, vodi natrag u solnu rastopinu, da se kod slijedećeg radnog stepena raspari.

7) Postupak prema zahtjevu 1--6, naznačen tim, da se termičko rastvaranje postizava pomoću izgorivog plina, koji se dobiva žarenjem sirovine u smjesi sa ugljenom u plinskom generatoru a kod prikladne temperature.

8) Postupak prema zahtjevu 1--7, naznačen tim, da se u ostalini sadržane soli rastvaraju radi ponovnog dobivanja kiseline, koja se opet vodi natrag u radni proces.

9) Uređaj za izvedenje postupka prema zahtjevu 1, naznačen tim, da se sastoji iz reakcione posude sa upustima za sirovinu i vodu, te iz ispusta za rastvorene tvari, pri čem je posuda s jedne strane spo-

jena sa peći za termičku disocijaciju mase aluminijskih soli, iz koje se razvijene kisele pare vode u reakcionu posudu, a s druge strane sa vakuum-napravom za rasparivanje, u koju se uvodi kod rastvaranja sirovine razvijena para i rastopina aluminijske soli radi rasparivanja, koje se je ranije dobilo u postupku, te naprave za odvajanje, da se natopiva ostalina odvodi od proizvedene solne rastopine, a koja je naprava umetnuta između reakcione posude i naprave za rasparivanje.

10) Naprava prema zahtjevu 9, naznačena tim, da se reakciona posuda sastoji od vodoravne ili kose okretne cijevi, koja je unutra providena srestvima za uvadanje i napunskim tjelesima, pri čem jedan kraj

ove cijevi ima upuste za sirovinu, vodu i kisele pare iz termičke disocijacije, dok su na drugom kraju predviđen ispusti za paru i za reakcione proizvode.

11) Naprava prema zahtjevu 9, naznačena tim, da se reakciona posuda sastoji od okomitog tornja, koji ima umetke, kroz koje protiče gore upuštena sirovina i voda, pri čem je toranj providen i upustom za kisele pare iz termičkog rastvaranja i sa ispuštima za reakcione proizvode u paru.

12) Naprava prema zahtjevu 9, naznačena tim, da je ispust iz vakuum-naprave za rasparivanje spojen sa centrifugom, radi odvajanja ostaline od proizvedene aluminijske soli.



