



PATENTNI SPIS BR. 6127.

Dr. Max Buchner, Hannover-Kleefeld, Nemačka.

Postupak za dobijanje aluminijum oksida iz aluminijum silikata i alumino-oksidnih materija.

Prijava od 9. novembra 1927.

Važi od 1. avgusta 1928.

Već je bilo pokušano, da se aluminijum-oksidi dobije termičkim razlaganjem aluminijumovih soli, kao aluminijum-hlorida, aluminijum-sulfata ili amonijačne stipse. Posljednji postupak nije se mogao izvesti iz ekonomskih razloga. Aluminijum-sulfat traži za razlaganje tako veliku temperaturu, da disocira jedan veliki deo sumporne kiseline i sumpor-dioksida i kiseonika, tako da se samo pomoću skupih aparata i zametnim putem može na kraju obrazovati sumporna kiselina. Razlaganje aluminijum-hlorida, koji sadrži vodu, usled razoravajućeg dejstva hlorovodonične kiseline, pruža tehnički najveće teškoće i ne može se dobro izvesti.

Sada je nadjeno, da azotna kiselina dozvoljava izradu aluminijum-oksida iz aluminijum silikata i materija, koje sadrže aluminijum oksid, na tehnički prost i najekonomičniji način.

Ovaj postupak odnosi se na dobijanje aluminijum-oksida iz aluminijum silikata i drugih alumino-oksidnih materija, i odlikuje se time, što se sirovinna po prethodnom kalcinisanju tretira sa azotnom kiselinom, obrazovani rastvor aluminijum-nitrata odvaja od nerastvorenog ostatka i iz rastvora, po prevodjenju aluminijuma u čvrst nitrat toplotnim tretiranjem, proizvodi aluminijum-oksidi, dok se iz azotnog oksida obrazuje azotna kiselina za tretiranje nove količine sirovine.

Azotna kiselina rastvarajući stvara aluminijum nitrat iz aluminijum-silikata i

sličnih materija, ako su ove najpre zagrijane na dovoljnoj temperaturi, na pr. 400—800°. Aluminijum nitrat može se, po uklanjanju suvišne vode u toploti, cepati u aluminijum oksid i azotni oksid.

Izrada rastvora aluminijum-nitrata, t. j. izvlačenje aluminijum oksida iz sirovine preduzima se najbolje tretiranjem sa azotnom kiselinom u toploti.

Za rastvaranje alumino-oksidnih materija pokazalo se korisno, da se najpre tretira vlažan ili prosušen materijal za rastvaranje sa kiselinama u razblaženom ili koncentrisanom obliku. Na taj se način smanjuju teškoće, koje postaju pri dobijanju čistog aluminijum oksida, oslobođenog gvoždja naročitim merama za postupno uklanjanje gvoždja. Kod boksita sa 50% oksida gvoždja uspelo se, da se prostim tretiranjem sa koncentrisanom hlorovodoničnom kiselinom rastvori do 98% postojećeg gvoždja. Eventualno rastvoreni aluminijumovi delovi praktično nemaju važnosti.

Prema prirodi materijala, koji se izvlači, može biti potrebno, radi većeg iskorišćavanja rastvorenog aluminijum oksida, da se preduzme tretiranje u toploti za duže vreme. Ovo tretiranje može se skratiti i time uštedeti u toploti pri izvlačenju, ako se najpre iz alumino-oksidne sirovine i azotne kiseline napravi kaša, i ista ostavi duže vremena na niskoj temperaturi mešajući je i dobijaju dakle jednu vrstu blata. Zatim se zagrevanjem priprema

rastvor aluminium-nitrata dodajući i dalje azotnu kiselinu.

Dok na primer kalcinirani aluminium-silikat, izdvojen u toploti i pod mešanjem, bez prethodnog tretiranja sa azotnom kiselinom, daje na hladno iskorišćavanje od 78%, tretiranjem na opisani način moglo bi se postići iskorišćavanje od 98,7% rastvorenog aluminium oksida.

Ovaj postupak pruža mogućnost, da se u toku postupka preduzme oslobadjanje od nečistoća, na pr. gvoždja, titana itd. Dobro čišćenje postiže se time, što se alumino-oksidsna sirovina, eventualno po tretiranju sa blatom, izdvaja u toploti i pod pritiskom pomoću azotne kiseline. Na ovaj se način izdvajaju vrlo dobro dvoždje i druge nečistoće, osim toga brže se vrši rastvaranje i potpunije rastvaranje aluminium oksida.

Šestočasovnim tretiranjem boksita sa azotnom kiselinom na pritisku od 8 atmosfera i 162° C rastvara od prilike 95% aluminium oksida, koji se u njemu nalazi; bez pritiska rastvorilo bi se, pri istom vremenu rastvaranja i na temperaturi od 95° C, koja je praktična bez primene i koja se ne penje više usled pritiska — samo od prilike 75% aluminium-oksida.

Izbacivanje nečistoća može se i tako izvršiti, da se najpre pripremi rastvor, po izdvajanju od ostatka i koncentracije, izlaže pritisku, da bi se izdvojila i nečistoća.

Naročito je korisno, ako se ovaj pritisak izvede stupnjasto, da se najpre smeša aluminium-oksidsne sirovine i azotne kiseline ili rastvor aluminium nitrata, oslobođen od nerastvornog ostatka, zagreje na 80—100° i postepeno stupnjasto povećava temperatura i pritisak.

Pri radu sa stupnjastim zagrevanjem i pod pritiskom postiže se naročito preimućstvo, da aparati nisu dugo u toj meri nagrizani, kao što bi to uilo ne obraćajući pažnju na ove propise.

Od naročite je koristi, da se pri rastvaranju alumino-oksidsne sirovine uzme azotna kiselina u nedovoljnoj količini, a prvobitna materija u suvišku s pogledom na sadržinu aluminium-oksida. Nasuprot nedovoljne količine azotne kiseline rastvara se mnogo više aluminium oksida, nego što odgovara sastavu normalnog aluminium-nitrata. Istovremeno se postiže izvlačenje gvoždja, a da se ne mora raditi pod pritiskom. Pri upotrebi azotne kiseline u nedovoljnoj količini zgodno se zagreva smeša alumino oksidsne sirovine i azotne kiseline nekoliko časova na 80—100° C.

Tretiranjem sa azotnom kiselinom u nedovoljnoj količini dobija se rastvor bazičnog aluminium nitrata, koji je sam već očišćen od gvoždja. Dalje oslobodjenje može se izvršiti tako, da se po završetku rastvaranja ostavi rastvor za duže vreme. U istom smislu deluje i hladjenje.

Rastvor aluminium nitrata, izradjen po ovom obliku izvodjenja, sadrži, čak i pri upotrebi prvobitnih materija, bogatih u gvoždju samo 1—1.5% Fe_2O_3 , i ako ovaj rastvor stoji, može se sadržina gvoždja do 0,7% Fe_2O_3 smanjiti.

Dalja mogućnost za oslobadjanje od gvoždja i drugih nečistoća data je time, što se rastvori, koji sadrže aluminium nitrat tretiraju sa koncentrisanom ili gasovitom azotnom kiselinom. Ovim tretiranjem sa azotnom kiselinom taloži se aluminiumova so. Dodavanjem dvostruke količine koncentrisane azotne kiseline hladno zasićenom rastvoru aluminium nitrata taloži se više od 80% aluminium nitrata, koji se nalazi u rastvoru, u obliku finih kristala. Još bolje dejstvo postiže se gasovitom azotnom kiselinom. Pri ovom tretiranju rastvora aluminium nitrata ostaju nečistoće u rastvoru i mogu se lako ukloniti.

Ako pri rastvaranju odnosno tretiranju rastvora aluminium nitrata uspe čišćenje, naročito od gvoždja, onda se mogu lako i potpuno udaljiti i poslednji ostaci u toku ovog postupka, pri čem se rastvori aluminium nitrata po koncentraciji sa feroci-ankalumom prevode u koncentrisan rastvor ili čvrst oblik. Može se i tako raditi, da se sačuva što veća koncentracija, jer se tako može dobiti talog ferocianovog jedinjenja, koji se može dobro filtrirati. Rad u toploti i sa mešanjem, kao i održavanje neutralne reakcije korisni su pri taloženju gvoždja.

Dobiveni ferocianov talog može se uzeti kao plava boja ili može služiti za ponovno dobijanje cianovog jedinjenja, na pr. tretiranjem sa alkalijama, amonijakom ili alkalnim karbonatom. Pri tom postaje s jedne strane hidroksid gvoždja, s druge strane cianovo jedinjenje, koje se upotrebljava za sam postupak.

Drugi oblik izvodjenja za uklanjanje poslednjih ostataka gvoždja iz rastvora aluminium nitrata jeste tretiranje sa rodanovom soli. Dodavanjem ove soli obrazuje se rodan-gvoždje, koje se eterom vadi iz rastvora. Eter isparava dobijajući ga ponovo bez ostatka i zaostalo rodan-gvoždje sa alkalnim hidratom ili alkalnim karbonatom pretvara se radi obrazovanja rodanove soli.

Mada cianova jedinjenja, kao i rodanova jedinjenja, imaju srazmerno veliku vrednost u trgovini, to je njihova primena u ovom slučaju, pošto praktično dobijanje bez ostataka ne pruža nikakve naročite teskoće, mogućna i iz ekonomskim razloga.

Rastvor aluminium nitrata, koji se dobija vadjanjem alumino oksidne sirovine, po potrebi potpuno ili delimično oslobođen od gvozdja, iskorišćava se za dalje preradjivanje u aluminium oksid. Neocetkivano je utvrđeno, da su uslovi za razlaganje aluminium nitrata takvi, da se ovo može tehnički izvesti na tak način. Tom prilikom se radi tako, da se najpre rastvor aluminium nitrata sasvim ispari u vakuum-aparatu, dok ne ostane samo u kristalnoj vodi istopljena masa kristala aluminium nitrata. Tako dobivena istopljena zagreva se zaum još više, usled čega se dobijaju azotni oksidi u vrlo koncentrisanom obliku. Za to je dovoljna srazmerno niska temperatura, tako da postoji mogućnost, da se primene opšte poznati aparati i da se iskoristi spoljnje zagrevanje. Mislio se tu i na dobosaste aparate, posto azotna kiselina dopusta primenu običnog materijala za sudove.

Propisani uslovi temperature za razlaganje aluminium nitrata praktično su vrlo korisni. Na primer temperature od 300 do 500° sasvim su dovoljne, a naročito dvostrupnjasti oblik (isterivanje vode i razlaganje) dozvoljava i manje i veće temperature.

U mesto da se pri rastvaranju preduzme uklanjanje zagađenih baza, a radi upotpunjavanja ovih mera može se i tako postupiti, da se isparavanjem ili hladjenjem proizvede čvrst aluminiumov nitrat ili kristalna kaša. Ovaj postupak naročito je pogodan za bazisne rastvore aluminium nitrata, koji se dobijaju pri rastvaranju sa nedovoljnom količinom azotne kiseline. Odvajanje gvozdja naročito je pogodno, ako se preduzmu mere, da se gvozdje u rastvoru prevede u koloidalni oblik. To se na primer postiže na taj način, što se dobivenom rastvoru dodaju baze, kao aluminium oksid, zemljo-alkalijske, alkalijske, u takvoj količini, da se postiže potreban sistem bazisnosti ili da se rastvori ispare dotle, dok se razvijanjem para azotne kiseline ne postigne potreban stepen bazisnosti.

Ako imamo rastvor bazisnog aluminium nitrata, onda se može ostavljanjem da stoji, ili hladjenjem, smanjiti sadržina gvozdja. U izvesnim okolnostima sa hladjenjem se može eventualno ići do stvrdnjavanja rastvora. Pri tom se pokazalo,

da pri kristaliziranju bazisnog aluminium nitrata nastupa znatno smanjivanje gvozdja, i da 100 gr. aluminium oksida, izrađenog iz pomenutog preparata, nema više od 0,1 do 0,05% Fe_2O_3 . Uklanjanje gvozdja iz rastvora, dobivenog pri rastvaranju, može se, kao što je već pomenuto, izvesti na različite načine.

Drugi put za odvajanje nečistoće je taj, da se ispari rastvor aluminium nitrata i da se po isparavanju dovode koncentrisana azotna kiselina ili gasovita azotna kiselina. Gore je već naglašeno, da se dodavanjem koncentrisane azotne kiseline može izvršiti taloženje aluminium nitrata. Ako se istovremeno isparava rastvor aluminium nitrata, onda se može najveći deo aluminiuma, koji se nalazi u rastvoru nitrata, kristalisati na temperaturi većoj od 47,5° i na taj način dobiti u čistom obliku.

Dobiveni kristali aluminium nitrata ispiraju se najviše sa azotnom kiselinom. Pri tom se preduzima ispiranje najbolje sa koncentrisanom azotnom kiselinom, jer se time može i takođe izvesti uklanjanje nečistoća. I tretiranjem čvrstog aluminium nitrata odn. kristalne kaše sa gasovitom azotnom kiselinom, može se preduzeti čišćenje.

Jaka azotna kiselina, potrebna za tretiranje rastvora aluminium nitrata odn. za tretiranje čvrstog aluminium nitrata, može se dobiti u postupku na najprostiji način. Za vadjanje sirovine, t. j. za izradu rastvora aluminium nitrata, mogu se uzeti razblažene azotne kiseline. Isparavanjem rastvora i razlaganjem aluminium nitrata uspelo se, da se na vrlo prost način dobije azotna kiselina u gasovitom obliku ili vrlo koncentrisana.

Po razlaganju dobiveni aluminium oksid izlaže se još jednom čišćenju. Pokazalo se, da se jedinjenja gvozdja kao i druge nečistoće mogu sasvim ukloniti tretiranjem sa koncentrisanom azotnom kiselinom. Ili se aluminium oksid, dobiven razlaganjem aluminium nitrata, rastvara u natrijumovoj lužini, eventualno sa zagrevanjem u kompresionom sudu. Dobiveni natrijum-aluminat filtrira se i zatim se taloženjem nepoznati način luči aluminium oksid.

Pokazalo se posebno, da se razlaganje aluminium nitrata izvrši u vakuumu. Na taj način se lako izvodi razlaganje u aluminium oksid i vrlo koncentrisanu azotnu kiselinu. Na primer u vakuumu se može destilisati 75% azotne kiseline već na 145°, ostatak na 200°, a vrlo male količine padaju kao nitroze. Ovi rezultati postižu se već na apsolutnom pritisku od 220 mm.

Razlažući aluminium nitrati mogu se uzeti kako u kristalisanom kao i u rastvorenom stanju, tako i u prisustvu slobodne azotne kiseline. Stepenn koncentracije azotne kiseline prirodno zavisi od vode odn. od delova, koji prouzrokuju ovo cepanje i daju vodu. Ako se aluminium nitrati siromašni vodom izlože razlaganju i ako se želi dobiti azotna kiselina određene koncentracije, onda može biti potrebno, da se dovede odgovarajuća količina vode ili eventualno da se pri destilaciji sprovede vodena para.

Ovo razlaganje aluminium nitrata može se pomoći time, da se razlaganje vrši u prisustvu aluminium oksida. Razlaganje se vrši na taj način, što se prema destilujućoj azotnoj kiselini obrazuju sve jači bazisni aluminium nitrati. Ovi se nadimaju na toploti, obrazuju kožicu i lepljiv premaz, koji se protive prolazu toplote. Dodavanjem aluminium oksida razlažućem nitratu otklanjaju se ove teškoće. Na primer meša se visokoprocenatni aluminium oksid u srazmeri 1 prema 2 sa razlažućim nitratom. Ali se aluminium oksidu može dodati ispareni rastvor aluminium nitrata, i smeša se izlaže razlaganju. Naročiti oblik izvodjenja je sprovođenje kroz siskove lužine isparene aluminium nitratom pomešane sa aluminium oksidom.

Drugi oblik izvodjenja razlaganja aluminium nitrata je taj, da se uvodi razlažuća masa u podesnu istopljenu masu ili tečnost sa odgovarajućom tačkom ključanja, eventualno sa potrebnim obradivanjem, i destiliše azotne okside pri potrebnoj temperaturi razlaganja, pri atmosferskom ili podpritisku uvodjenjem vodene pare, vazduha, kiseonika ili gasa. Pri tom se može poslužiti preimućstvom sprovođenja vodene pare i gasova radi smanjivanja parcijalnog pritiska ili radi što boljeg prevodjenja razlažućih gasova u azotnu kiselinu. Time, što se razlaganje preduzima u istopini ili tečnosti sa potrebnom temperaturom, postiže se bolje prenošenje toplote. Kao materije za topiono kupatilo odnosno kao tečnost za razlaganje dolaze u pitanje istopljene soli, postojane na potrebnoj temperaturi, dalje tečnosti, naročito organske, istopljene metali itd. Uslov je ravnomerno sjedinjenje nitrata u topionom kupatilu.

Pod navedenim uslovima vrši se razlaganje u istopini ravnomerno i potpuno, mnogo ravnomernije u sravnjenju sa drugim merama za razlaganje. Verovatno da prvobitne materije (sirovine) deluju katalično.

Naročito je korisno, da se pri izvodjenju razlaganja praktično ne razvijaju nitroze, koje bi mogle uticati na gubitak azotne kiseline.

Na primer radi se sa istopinom iz natrium nitrata. Pošto se ovaj malo topi više 300°, dobija se ugodno topiono kupatilo (toplotno kupatilo) i omogućava da se aluminium nitrat brzo i bez ostatka razloži u prostim aparatima, kao kotlovi sa mešalicom. Uvodjenjem vodene pare ili uopšte dovodom vode postaje s jedne strane azotna kiselina, s druge strane težak, zrnat aluminium oksid, koji se po završetku razlaganja, tretirajući topiono kupatilo ta vodom u vodenom rastvoru, taloži na dno, čime se olakšava odvajanje aluminium oksida, koji se nalazi u istopini, sa koga se gornji deo istopine može dekantirati. Razdvajanje aluminium oksida i natrium nitrata, koji je služio kao topiono kupatilo, može se pogodnim filtriranjem izvršiti po rastvaranju sa vodom. Lužina natrium nitrata, koja postaje po rastvaranju, može se ponovo ispariti zajedno sa razlažućim aluminium nitratom i iskoristiti za razlaganje topljenjem. Umesto natrium nitrata može doći i smeša natrium i kalium nitrata. Kao sirovina može služiti i kalium nitrat, u glavnom onaj, koji sadrži vodu.

I razlaganje primenom topionog kupatila može se zgodno izvesti u vakuumu. Zgodno je i uvodjenje gasova za sprovođenje azotne kiseline, na pr. uvodjenje vodene pare.

Kao što je već pomenuto pri razlaganju aluminium nitrata u topionom kupatilu, zgodan je dovod gasova za vreme zagrevanja.

Ovo važi uopšte za toplotno tretiranje rastvora aluminium nitrata odnosno za razlaganje aluminium nitrata. Pri isparivanju rastvora aluminium nitrata vodi se računa o prisustvu vazduha, kiseonika i vodene pare, kao i indiferentnih gasova (azot, ugljena kiselina), i pri razlaganju aluminium nitrata korisno je uvodjenje gasova, sve jedno, da li se zagrevanje i razlaganje sprovodi u jednom toku rada ili u dva stupnja, ili da li se radi u vakuumu, sa podpritiskom ili sa nadpritiskom.

Pojedine mere ovog postupka zgodno se izvode u sudovima od metalnih legura, postojanih prema kiselinama. Naročito se rastvaranje, zagrevanje i razlaganje vrši u takvim aparatima. Kao primer za takve metalne legure postojane prema kiselinama navodimo legure gvoždja, hroma, nikla, legure koje sadrže volfram i dr.

Postupak kao celina ima naročiti značaj za tehniku, jer se njime na lak način, prvo dobija vrlo čist aluminium oksid, drugo, pošto iz istog ne izlazi nijedan upotrebljen sastojak u obliku skupocenog sporednog produkta, ponovo se dobijaju svi reagensi za rastvaranje i čišćenje i kontinualno se provlače kroz proces. Ovo naročito važi za azotnu kiselinu, isto tako jaku, odn. gasovitu azotnu kiselinu potrebnu za uklanjanje gvoždja iz rastvora aluminium nitrata odnosno iz čvrstog aluminium nitrata ili kristalne kaše, odnosno uzima se za ispiranje taloženog aluminium nitrata, koji se može primeniti pri toplotnom tretiranju alumino-oksidge sirovine.

Primeri izvodjenja:

1.) 100 kgr. aluminium silikata kalcinisan na 500° , tretiraju se sa 200 litara azotne kiseline od 400 gr. na litar četiri časa na 80° sa neprekidnim mešanjem. Topao rastvor odvaja se od nerastvornog ostatka pomoću filtriranja. Filtrat sadrži 140 kgr. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ u rastvoru, osim toga od prilike 2,2 kgr. $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ i male količine nečistoća od zemnoalkalija i alkalija. Sve silicijumove kiseline, kao i titan kiseline, kao i najveći deo gvoždja nalaze se u ostatku; tako dobiveni rastvor isparava se u vakuumu i zatim zagreva na 500° radi potpunog razlaganja nitrata. Odlažeći azotni oksidi hvataju se i mogu se primeniti za novo rastvaranje. Ostaje 19 kgr. Al_2O_3 . Tako dobiven aluminium oksid, koji sadrži od prilike 0,45 kgr. Fe_2O_3 kao nečistoće, može se sa natrijumovom lužinom rastvoriti eventualno pod pritiskom i na poznati način, na pr. po Bayer-u dalje preraditi. Gubitci u alkalijama znatno su manji nego pri neposrednom alkalnom rastvaranju boksita ili aluminium silikata.

2.) 100 kgr. kristala aluminium nitrata, koji se mogu dobiti koncentracijom nitratnih rastvora, najbolje rastvori nitrata, i ne moraju biti odvojeni od prvobitne lužine, ispiraju se sa 2,2% Fe_2O_3 (u odnosu na Al_2O_3) dva put hladno sa koncentrisanom azotnom kiselinom ($d = 1,4$). Usled toga smanjuje se sadržina gvoždja na 0,5 posto Fe_2O_3 , dok se tragovi aluminium nitrata nalaze u rastvoru. Tako dobivena azotna kiselina sa malo gvoždja može se ponovo upotrebiti za čišćenje ili za rastvaranje.

3.) 490 kgr. kalcinisanog aluminium silikata, koji ima od prilike 23% aluminium oksida, tretira se sa 100 litara azotne kiseline (400 gr. HNO_3 u litru) od prilike četiri časa na pritisku od 8 atmosfera i temperaturi od 160° C. Rastvor aluminium ni-

trata (koji sadrži od prilike 100 kgr. Al_2O_3) gotovo je potpuno čist. Sadržina gvoždja iznosi od prilike samo 0,7%, u odnosu na količinu Al_2O_3 .

Po odvajanju ostataka može se azotna kiselina dobiti termičkim razlaganjem aluminium nitrata za novo rastvaranje.

4.) Tretiranjem 525 kgr. kalcinisanog aluminium silikata (koji sadrži od prilike 23% Al_2O_3) sa 1000 litara azotne kiseline, (koja sadrži 400 gr. HNO_3 u litru) rastvor dobiven na običnom pritisku i temperaturi od prilike 80° C odvaja se od nerastvorenog ostatka. Rastvor aluminium nitrata, koji sadrži od prilike 102 kgr. Al_2O_3 , ima gvoždja u količinama od prilike 2% Fe_2O_3 , u odnosu na sadržinu rastvora Al_2O_3 . Ovaj rastvor po koncentrisanju izlaže se pritisku pod uslovima kao u primeru 3. Obrazuje se mrk talog. U rastvoru se nalazi aluminium nitrat, gotovo bez ostatka. Gubitak varira od 1—2% Al_2O_3 . Sadržina gvoždja u rastvoru spala je od prilike na 0,6 Fe_2O_3 u odnosu na količinu Al_2O_3 , koje se nalaze u rastvoru.

Patentni zahtevi:

1.) Postupak za dobijanje aluminium oksida iz aluminium silikata i drugih alumino-oksidge materija, naznačen time, što se sirovina po prethodnom kalcinisanju tretira sa azotnom kiselinom, postali rastvor aluminium nitrata odvaja od nerastvornog ostatka, i iz rastvora po predvodenju aluminiuma u čvrst nitrat toplotnim tretiranjem, proizvodi aluminium oksid, dok se obrazovana jedinjenja azota i kiseonika uzimaju za rastvaranje novog materijala, koji sadrži aluminium oksid ili za druge svrhe.

2.) Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se rastvor aluminium nitrata dobija u toploti tretiranjem sa azotnom kiselinom.

3.) Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se alumino-oksidge materije, radi uklanjanja najvećeg dela nečistoće, naročito gvoždja, izlažu prethodnom tretiranju sa razblaženim ili koncentrisanim kiselinama.

4.) Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se kaša, spravljena iz alumino-oksidge sirovine i azotne kiseline, na niskoj temperaturi ostavi duže vremena mešajući, posle čega se priprema rastvor aluminium nitrata, dodavanjem azotne kiseline i zagrevanjem smeše.

5.) Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se alumino-oksidge sirovina, po tretiranju po zahtevu 4, izdvaja u

toploti i pod pritiskom pomoću azotne kiseline.

6.) Postupak po zahtevu 1—5, naznačen time, što se rastvor, dobiven tretiranjem sa azotnom kiselinom iz alumino-oksidne sirovine, po odvajanju od ostatka i po koncentraciji izlaže pritisku.

7.) Postupak po zahtevu 5 i 6, naznačen time, što se rastvaranje u azotnoj kiselini vrši sa zagrevanjem i pritiskom i to pri postepenom povećanju temperature i pritiska, na pr. početnim zagrevanjem na 80—100° i zatim postepenim povećanjem pritiska i temperature.

8.) Postupak po zahtevu 1—7, naznačen time, što se pri rastvaranju alumino-oksidne sirovine uzima azotna kiselina u nedovoljnoj količini, a prvobitna materija u odnosu na sadržinu aluminium oksida uzima se u suvišku.

9.) Postupak po zahtevu 8, naznačen time, što se smeša alumino-oksidne sirovine i azotne kiseline zagreva nekoliko časova na 80—100°.

10.) Postupak po zahtevu 1—9, naznačen time, što se rastvori sa aluminium nitratom tretiraju sa koncentrisanom ili gasovitom azotnom kiselinom.

11.) Postupak po zahtevu 1—10, naznačen time, što se rastvori aluminium nitrata po potrebi mešaju posle koncentracija sa ferociankalijom u koncentrisanom rastvoru ili čvrstom obliku, pri čem se iz jedinjenja ferocijana, dobivenog kao talog, ponovo dobija cijan sa alkalijom.

12.) Postupak po zahtevu 1—10, naznačen time, što se rastvor aluminium nitrata meša sa rodanovom soli, obrazovano rodan — gvoždje izdvaja sa eterom i po isparavanju etra pretvara sa alkalijom ili alkalnim karbonatima radi obrazovanja rodnove soli.

13.) Postupak po zahtevu 1—12, naznačen time, što se rastvor aluminium nitrata tretira u vakuumu i u dva stupnja tako da se na niskoj temperaturi isparuje voda, i zatim na većoj temperaturi vrši se razlaganje nitrata, pri čem se, za vreme zagrevanja, prevode indiferentni gasovi, što se može izvesti kod svakog načina razlaganja.

14.) Postupak po zahtevu 1—13, naznačen time, što se iz rastvora aluminium nitrata isparavanjem i —ili hladjenjem na niskoj temperaturi proizvodi čvrst aluminium nitrat ili kristalna kaša i ovaj tretira, radi uklanjanja nečistih baza, na pr. gvoždja, sa koncentrisanom ili gasovitom azotnom kiselinom.

15.) Postupak po zahtevu 1—14, naznačen time, što se kristalizacija aluminium

nitrata preduzima po prethodnom prevodjenju gvoždja u rastvoru, u koloidalni oblik.

16.) Postupak po zahtevu 1—15, naznačen time, što se kristalizacija aluminium nitrata vrši u prisustvu odnosno pri dovodjenju koncentrisane ili gasovite azotne kiseline, eventualno na povećanoj temperaturi, najbolje više 47,5°.

17.) Postupak po zahtevu 1—16, naznačen time, što se vrši ispiranje iskrystalisanog aluminium nitrata sa azotnom kiselinom

18.) Postupak po zahtevu 10—14, naznačen time, što se za dobijanje jake azotne kiseline koncentriše rastvor aluminium nitrata i zatim se isteruje azotna kiselina, najbolje u vakuumu.

19.) Postupak po zahtevu 1—18, naznačen time, što se ostatak pri razlaganju aluminium nitrata radi uklanjanja gvoždja i drugih nečistih baza tretira sa koncentrisanom azotnom kiselinom.

20.) Postupak po zahtevu 1—19, naznačen time, što se dobiven aluminium oksid — radi potpunog čišćenja od gvoždja — rastvara u natronovoj lužini, eventualno rastvara pod pritiskom i aluminat razlaže na poznati način.

21.) Postupak po zahtevu 1—20, naznačen time, što se razlaganje aluminium nitrata vrši u vakuumu u kristalnom ili rastvorenom stanju, eventualno u prisustvu slobodne azotne kiseline.

22.) Postupak po zahtevu 1—21, naznačen time, što se razlaganje aluminium nitrata vrši u prisustvu aluminium oksida.

23.) Postupak po zahtevu 1—22, naznačen time, što se radi cepanja uvodi čvrst aluminium nitrat u istopinu ili tečnost sa odgovarajućom tačkom ključenja, po potrebi sa odgovarajućom obradom, i destilišu azotni oksidi na potrebnoj temperaturi razlaganja, na atmosferskom ili pod pritiskom, uvodjenjem vodene pare ili gasa.

24.) Postupak po zahtevu 23, naznačen time, što kao topiono kupatilo odnosno kao razlažuća tečnost služe istopljene soli, postojane na potrebnoj temperaturi, organske tečnosti, metali itd.

25.) Postupak po zahtevu 23 i 24 naznačen time, što se aluminium nitrat uvodi u istopinu natrium nitrata i zagrevanjem i istovremenim sprovođenjem vode, po potrebi u vakuumu, destiliše azotne kiseline, koja se cepa.

26.) Postupak po zahtevu 25, naznačen time, što se u mesto natrium nitrata uzima kalcium nitrat.

27.) Postupak po zahtevu 25, naznačen time, što se u mesto natrium nitrata uzima smeša kalium i natrium nitrata.

28.) Postupak po zahtevu 1—27, naznačen time, što se rastvaranje, zagrevanje i cepanje vrši u sudovima od metalnih legura postojanih prema kiselinama.

29.) Postupak po zahtevu 28, naznačen time, što se uzimaju sudovi od legura

gvoždja, hroma, nikla, od legura, koje sadrže volfram i drugo.

30.) Postupak po zahtevu 1—29, naznačen time, što se za izdvajanje gvoždja i drugih nečistoća, kao i za pranje kristala aluminium nitrata uzima potrebna azotna kiselina iz postupka i po upotrebi uzima za rastvaranje, izdvajanje aluminooksidnih materija.
