



(19) REPUBLIKA HRVATSKA
DRŽAVNI ZAVOD ZA
INTELEKTUALNO VLASNIŠTVO

(10) Identifikator
dokumenta:



HR P960126 A2

HR P960126 A2

(12) PRIJAVA PATENTA

(51) MKP⁶: C 01 F 7/06

(21) Broj prijave:

P960126A

(22) Datum podnošenja prijave patenta:

18.03.1996.

(43) Datum objave prijave patenta:

31.08.1997.

(31) Broj prve prijave: 95 04069

(32) Datum podnošenja prve prijave: 31.03.1995.

(33) Država ili organizacija podnošenja prve prijave: FR

(62) Broj i datum prvobitne prijave u slučaju podjele patenta:

(71) Podnositelj prijave:

Aluminium Pechiney, Immeuble Balzac, 10 Place des Vosges - La
Defense 5, 92400 Courbevoie, FR

(72) Izumitelj:

Jean Michel Lamerant, Mas de l'Escaillon - D60, 13320 Bouc Bel Air, FR

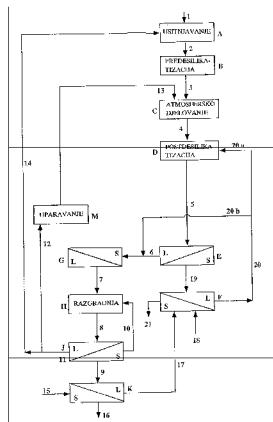
(74) Zastupnik:

CPZ - CENTAR ZA PATENTE d.o.o., Zagreb, HR

(54) Naziv izuma: POSTUPAK OBRADE BOKSITA S TRIHIDRATOM ALUMINIJA NISKOG SADRŽAJA
REAKTIVNOG SILICIJA

(57) Sažetak: Postupak obrade boksita s trihidratom aluminija s niskim sadržaje reaktivnog silicija alkalnim djelovanje prema posutku Bayer spomenutog usitnjeno boksita pod atmosferskim tlakom naznačen time:

- desilikatizaciji prije rastvaranja spomenutog usitnjeno boksita, ili predestilikatizaciji, u trajanju od minimalno 30 minuta, izvršenoj na temperaturi koja ne prelazi 108°C u prisustvu alikvota razložene otopine nekritičnog odnosa Rp koncentracija Al₂O₃sol g/l/Na₂O kaust g/l obično između 0,5 i 0,7, koncentracije kaustične sode između 140 i 170 g Na₂O/l, u cilju dobivanja desilikatizirane otopine, čija koncentracija suhe tvari je najmanje 0,7 tona po m³ otopine,
- dodaje, neposredno nakon atmosferskog djelovanja spomenute otopine ostatkom razložene otopine sa nekritičnom Rp, obično između 0,5 i 0,7 i koncentracije kaustične sode podešene između 180 i 220 g Na₂O/litra, druga desilikatizacija ili postdesilikatizacija u trajanju od najmanje 2 sata na temperaturi koja ne prelazi 108°C i općenito između 95 i 105°C sveukupne otopine proistekle iz rastvaranja, čiji Rp je između 1,05 i 1,17, a koncentracija kaustične sode se prethodno regulira razrjeđivanjem između 140 i 180 g Na₂O/litra.



Ovaj izum se, prema postupku Bayer, odnosi na obradu boksita s trihidratom aluminija s niskim sadržajem reaktivnog silicija, koji se može otapati u alkalnoj otopini za vrijeme rastvaranja pod atmosferskim tlakom.

5 Tehnički uvjeti

Postupak Bayer, opširno opisan u stručnoj literaturi, sadrži osnovnu tehniku proizvodnje glinice, koja se sastoji u tome, da se pretvaranje u aluminij vrši elektrolizom taline ili da se koristi kao hidrat, kao razne modifikacije hidrata, kalcijev aluminat, kalcinirani ili taljeni aluminat, i to u raznim područjima primjene.

10 Prema tom postupku se boksit obrađuje pomoću vruće vodene otopine natrijevog hidroksida ili kaustične sode odgovarajuće koncentracije, što dovodi do otapanja glinice i stvaranja prezasićene otopine natrijevog aluminata.

15 Nakon odvajanja krute faze koja sadrži intaktni ili neizreagirani ostatak (crveni mulj) minerala, prezasićena otopina natrijevog aluminata se cijepi pomoću čestica trihidrata aluminija u cilju postizanja taloga aluminija u obliku trihidrata aluminija. Otopina natrijevog aluminata s malim sadržajem aluminija, osiromašena otopina, vraća se u fazu otapanja (nagrizanja, agresije) nakon što se eventualno koncentriira i nadopuni natrijevim hidroksidom ili kaustičnom sodom u cilju dobivanja otopine za rastvaranje, čija koncentracija odgovara vrsti boksite koji se rastvara.

20 Stručnjacima je poznato da se uvjeti obrade moraju prilagoditi prema stupnju hidratacije i kristalografskoj strukturi glinice kao i vrsti i sadržaju prisutnih nečistoća (silicij, oksid željeza, huminske materije). Zato se boksi koji sadrže oksihidrat kao monohidrat (boehmit, diaspor) obrađuju na temperaturama iznad 200°C, većinom između 220 i 300°C, dakle boksi koji sadrže aluminij kao trihidrat (hydrargilit nazvan i gibisit) se rastvaraju na temperaturama ispod 200°C, naime pod atmosferskim tlakom, što predstavlja pojednostavljenje i značajno ekonomiziranje s obzirom na troškove investiranja i eliminiranje autoklava i reaktora pod tlakom. U većini slučajeva iskorištenje topivog aluminija može biti preko 95%, a čistoća dobivene otopine natrijevog aluminata (uvjetovano čistoćom prethodno istaloženog trihidrata aluminija) je zadovoljavajuća, ako se vodi računa o smanjenju tih nečistoća (topivi silicij, oksidi željeza, degradirane huminske materije) selektivnim fazama čišćenja. To čišćenje, naročito u slučaju silicija, se može vršiti na manje ili više komplikiran način ovisno o mineraloškim oblicima prisutnih nečistoća.

30 Silicij se u boksu može pojaviti u više mineraloških oblika nejednako topivih u sodi (natriju). Neki mineraloški oblici, od kojih je kaolin (Al_2O_3 , 2SiO_2 , $2\text{H}_2\text{O}$) najraširenija vrsta, se otapaju (rastvaraju) u isto vrijeme kao i trihidrat aluminija, koji se nalazi u boksu.

35 Kao "reaktivni silicij" zajednički se naziva dio silicija prisutan u boksu u jednom od ovih oblika, mjereno u SiO_2 što obično varira od 0,5 do 7% težine suhog boksa. U prisustvu sodne otopine reaktivni silicij se prvo otapa, a zatim ponovno taloži u obliku natrijevog siliko-aluminata, koji se slabo rastvara.

40 Koncentracija silicija otopljenog u natrijevoj otopini se određuje ujednačenom topivošću natrijevog siliko-alummatata tijekom dužeg perioda. Za vrijeme industrijske obrade boksa s trihidratom, iznimno se postiže ujednačenost rastvaranja natrijevog siliko-aluminata. Općenito, koncentracija silicija u natrijevoj otopini je veća, dapače znatno veća od topivosti natrijevog siliko-aluminata. Ta koncentracija je prema tome povezana s ujednačenošću topivosti natrijevog siliko-aluminata i s kinetikom taloženja posljednjeg. Ta kinetika je polaganja ako boksit sadrži manje reaktivnog silicija, jer se reakcija taloženja natrijevog siliko-aluminata poboljšava prisustvom proizvoda reakcije.

45 U ciklusu Bayer je koncentracija silicija topivog u otopini obogaćenoj glinicom poslije obrade boksa značajan element, jer njegov element određuje nivo otopine za rastvaranje kao i nivo nečistoće silicija u prethodno proizvedenom aluminiju. Najčešće je dovoljno, da se uz proces ekstrakcije aluminija za vrijeme rastvaranja boksa nadoveže proces "desilikatizacije" natrijeve otopine, čiji cilj je smanjenje koncentracije silicija u otopini kao i nivo nečistoće silicija u proizvedenom aluminiju. Kako bi došlo do stvaranja netopivog (nerastvorivog) natrijevog siliko-aluminata čija kinetika taloženja je relativno spora, potrebni su periodi desilikatizacije koji traju više sati, ali ne smiju trajati više od desetak sati.

55 Ovaj proces desilikatizacije se može realizirati za vrijeme rastvaranja boksa, ali po mogućnosti za vrijeme jedne odvojene radnje prije ili poslije rastvaranja (patenti US 4426363 i FR 1506516 = US 3413087).

60 Cilj procesa desilikatizacije je spajanje rastvorene Bayer-ove otopine kompletno ili djelomično sa mljevenim boksim sa koncentracijama kaustičnog Na_2O između 190 i 200 g/litra i pri temperaturama između 80°C i 200°C, prema vrsti obrađenog boksa. Pomoći tih procesa se mogu dobiti zadovoljavajući parametri desilikatizacije s boksimima koji sadrže najmanje 3% reaktivnog silicija u odnosu na masu suhog boksa.

Prethodan način desilikatizacije boksita s trihidratom, naročito afričkog ili indijskog porijekla, koji se rastvara pod atmosferskim tlakom i čiji sadržaj reaktivnog silicija je ispod 3% a najčešće između 0,5 i 1,5%, zahtjeva, neovisno o momentu kada se vrši desilikatizacija, prije, za vrijeme ili nakon rastvaranja, vrijeme stajanja od najmanje tridesetak sati ili tri puta više od uobičajenog trajanja desilikatizacije. To se radi u svrhu postizanja prihvatljivog sadržaja silicija topivog u prezasićenoj otopini natrijevog aluminata prije razlaganja, a mjeri se u odnosu na $\text{SiO}_2\text{Sol}/\text{Na}_2\text{O}$ ispod 0,90%, a po mogućnosti ispod 0,70%.

U takvim uvjetima se prednosti dobivene procesom rastvaranja pod atmosferskim tlakom gube, zbog velikog smanjenja kapaciteta obrade koji se trebaju kompenzirati, dakle zbog velikih dodatnih investicija.

Treba spomenuti, da se otopina potvrđena dokumentom EP 0203873 (US 4650653), u svrhu ubrzavanja kinetike taloženja silicija u natrijevom siliko-aluminatu kao i u svrhu smanjenja koncentracije razrjeđivanjem vodom najmanje 120 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$ alikvota razložene otopine namijenjene za predesilikatizaciju, ne može efikasno primijeniti u ovom slučaju, jer je u proturjeđu s traženim ciljevima, koji su:

- održavanje postojećeg kapaciteta proizvodnje, uz izbjegavanje ne samo produženja boravka nego i povećanja volumena uslijed razrjeđivanja proizvoda koji cirkuliraju u lancu.
- postizanje proizvodnosti od najmanje 70 kg po m^3 zasićene otopine natrijevog aluminata, koji se treba rastvarati.

Ovaj kapacitet P se obično mjeri proizvodom koncentracije C kaustične sode spomenute otopine promjenom ARp odnosa koncentracije $\text{Rp} = \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ sol g/l}/\text{Na}_2\text{O g/l}$ između početka i završetka razlaganja, a za rastvaranje se preporuča najveća moguća koncentracije C kaustične sode, a ta koncentracija C određuje također maksimalnu vrijednost Rp prije rastvaranja i prema tome ARp. Također treba precizirati, da su za vrijeme razrjeđivanja i dekantacije suspenzije proizašle iz atmosferskog rastvaranja, rizici retrogradacije u obliku hidrargilita, odnosno za vrijeme taloženja spontanom nuklearacijom dijela glinice otopljene u trihidratu aluminija to veći, kada se dostigne kritično prezasićenje, to znači, da je za zadani Rp koncentracija kaustične sode jako slaba. U ovom slučaju maksimalni Rp prije razlaganja ne smije prijeći 1,05 što praktički limitira kapacitet na 70 kg $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{m}^3$ za završni Rp koji je obično između 0,5 i 0,6.

- Dobivanje koeficijenta ekstrakcije glinice topive do najmanje 95%, to znači sličnog onome, koji se obično dobiva s ostalim tipovima boksita, a koji ne uključuje samo kompletno razlaganje minerala, nego i prevenciju svake retrogradacije (kao što je prethodno naznačeno), može dovesti do znatnog smanjenja koeficijenta glinice (5 do 10% što više 20% mase predane cjelokupnoj količini razgradive glinice).
- Konačno ograničenje postotka (sadržaja) silicija koji se rastvara u prezasićenoj otopini prije dekantacije i razlaganje mjereno s obzirom na težinski odnos $\text{SiO}_2\text{Sol}/\text{Na}_2\text{O}$ kaustične sode od najmanje 0,90%, a po mogućnosti manje od 0,70% kako bi se jamčio sadržaj silicija prethodno nataložen u trihidratu aluminija, ne smije prijeći 100 ppm.

Predmet izuma

Izum za obradu boksita s trihidratom glinice sa slabim sadržajem reaktivnog silicija odgovara razliitim zahtjevima i bazira se na činjenici, da kombiniranjem desilikatizacije prije razgradnje ili predesilikatizacije sa desilikatizacijom nakon razgradnje ili post-desilikatizacijom čije kompletno trajanje ne prelazi desetak sati, odgovara vremenu uobičajeno praktidrane desilikatizacije s drugim boksitima, moguće je postići produktivnost (kapacitet) otopine iznad 70 kg Al_2O_3 s koeficijentima ekstrakcije glinice topive u boksitu od najmanje 95%, zadržavajući sadržaj silicija u trihidratu nataložene glinice, što ne prelazi 100 ppm, što uključuje postotke $\text{SiO}_2\text{Sol}/\text{Na}_2\text{O}$ kaustične sode u otopini, koja se treba rastvarati ispod 0,9%.

Preciznije, izum se odnosi na postupak obrade boksita s trihidratom aluminija sa slabim sadržajem reaktivnog silicija putem alkalanog rastvaranja, prema postupku Bayer, što podrazumijeva faze usitnjavanja i desilikatizaciju u prisustvu jednog alikvota razložene otopine natrijevog aluminata, zatim djelovanju pod pritiskom usitnjenog i desilikatiziranog boksita s ostatkom otopine koja je bila podvrgnuta razdvajanju, koji je eventualno bio koncentriran, tijekom perioda koji može osigurati disoluciju od najmanje 95% ekstrahirane glinice na način da se dobije otopina, koja se dekantira i filtrira, kako bi se odvojila čvrsta frakcija crvenog mulja (crvenih primjesa) prezasićenog natrijevog aluminata, koji se rastvara u prisustvu cjepiva te zatim reciklira kao otopina za rastvaranje nakon separacije trihidrata aluminija, naznačen time:

- da se desilikatizaciji prije rastvaranja spomenutog usitnjenog boksita, ili predesilikatizaciji, u trajanju od minimalno 30 minuta na temperaturi koja ne prelazi 108°C u prisustvu alikvota razložene otopine, odnosa Rp koncentracija $\text{Al}_2\text{O}_3\text{sol g/l}/\text{Na}_2\text{O kaust g/l}$ što nije kritično i općenito između 140 i 170 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$, u cilju dobivanja suspenzije čija koncentracija suhe materije je najmanje 0,7 tona po m^3 ,
- dodaje, neposredno nakon atmosferskog djelovanja spomenutoj otopini s ostatkom razložene otopine nekritičan Rp, koji se općenito podrazumijeva između 0,5 i 0,7 i koncentracija kaustične sode određena između 180 i 220 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$, druga desilikatizacija ili post-desilikatizacija u trajanju od najmanje 2 sata na temperaturi koja ne

prelazi 108°C i općenito između 95 i 105°C sveukupnog sadržaja suspenzije proistekle iz rastvaranja, a čiji Rp je između 1,05 i 1,17, a koncentracija kaustične sode se prethodno podešava razrjeđivanjem između 140 i 180 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$.

- 5 Za vrijeme mnogobrojnih pokusa desilikatizacije boksita s trihidratom s niskim sadržajem reaktivnog silicija, naročito afričkog ili indijskog porijekla, dobiveni su varljivi rezultati izoliranjem desilikatizacije boksita ili prije atmosferskog djelovanja boksita (predesilikatizacija prema prethodnom načinu iz primjera 1 na kraju opisa) ili poslije atmosferskog djelovanja boksita (post-desilikatizacija prema prethodnom načinu iz primjera 2 na kraju opisa).
- 10 Kombiniranjem efekata predesilikatizacije i post-desilikatizacije pod uvjetima definiranim i prethodno objašnjениm, dobiveni su rezultati ekvivalentni sadržaju silicija, koeficijentu ekstrakcije i vremenu boravka, a veći od produktivnosti otopine, s obzirom na one, koji se uobičajeno dobivaju za vrijeme atmosferskog djelovanja boksita s trihidratom aluminija i to prije boksita s trihidratom aluminija s niskim sadržajem reaktivnog silicija.

Detaljan opis

Ovaj će izum biti razumljiviji nakon opisa, koji se odnosi na korištenje, a uz koji slijedi S1 1, koja predstavlja shematski prikaz postupka prema ovom izumu.

- 20 Boksit s trihidratom aluminija 1 čiji sadržaj reaktivnog silicija je niži od 3% i općenito između 0,5% i 1%, se dovodi u kontakt s alikvotom 14 razložene otopine 11 natrijevog aluminata, čiji odnos Rp je po mogućnosti između 0,57 i 0,67, a koncentracija kaustične sode između 150 i 160 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{l}$, sa težinskim sadržajem SiO_2 sol/ Na_2O ne prelazeći 0,7%, stvara nakon vlažnog usitnjavanja A, gustu suspenziju 2, koja se zagrijavanjem podvrgava predesilikatizaciji B, po mogućnosti između 100°C i 105°C , tijekom 1 do 6 sati i čija koncentracija suhe tvari treba po mogućnosti ostati između 25 0,9 i 1,1 tona po m^3 suspenzije iza te predesilikatizacije.

Važno je raditi s dovoljnom koncentracijom suhe tvari suspenzije, jer se ispod 0,7 tona/ m^3 može primjetiti značajno usporavanje kinetike desilikatizacije. Gusta otopina podvrgнутa predesilikatizaciji 3 se rastvara C na atmosferskom tlaku na temperaturi koja ne prelazi 108°C , a po mogućnosti između 103 i 107°C tijekom 1 do 3 sata ostatkom 12 prethodno razložene otopine 13, koja je koncentrirana uparavanjem N, i koja je nazvana otopina za razgradnju, čiji Rp je po mogućnosti između 0,57 i 0,67, a koncentracija kaustične sode podešena između 195 i 215 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$.

- 30 Poslije razgradnje C izvršene pod atmosferskim tlakom, dobiva se nova otopina 4 čiji Rp je po mogućnosti između 1,09 i 1,15, a koncentracija kaustične sode obično između 175 i 190 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{l}$ se obično određuje (regulira) razrjeđivanjem 35 između 140 i 180 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{l}$, ali po mogućnosti između 160 i 170 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$ sa, na pr., frakcijom 20a voda za ispiranje netopivog mulja u suprotnom smjeru, ili voda za ispiranje proizvedenog trihidrata aluminija.

Prije pristupanja post-desilikatizaciji D, potrebno je dobro regulirati koncentraciju kaustične sode suspenzije. U stvari koncentracija kaustične sode iznad 180 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$ povećava granicu (limit) rastvorljivosti reaktivnog silicija, bez 40 poboljšanja kinetike taloženja silicija rastvorenog u siliku aluminatu, na taj način, što se ne može smanjiti više od 0,90% sadržaja topivog silicija/ Na_2O kaust otopine 4 proistekle razgradnjom bez značajnog povećanja vremena trajanja predesilikatizacije (iznad 15 sati). Nasuprot tome, jako veliko razrjeđivanje otopine (<140 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$) posješuje taloženje silicija u otopini u netopivi siliku-aluminat, ali i znatno povećava rizike retrogradacije otopine prezasićenjem tijekom post-desilikatizacije kada je postignuti $\text{Rp} > 1,05$. To je razlog zbog kojeg se u zoni prosječne koncentracije

- 45 140-155 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$ postupkom prema ovom izumu, preporuča postizanje Rp između 1,05 i 1,10, kako bi se izbjeglo znatno smanjenje učinka (koeficijenta). Korist postupka prema ovom izumu se jako smanjuje ako se smanjuje proizvodnost koja iz toga proizlazi, a koja ne smije prijeći 70 kg Al_2O_3 po m^3 otopine za rastvaranje.

50 Zatim se pristupa post-desilikatizaciji D razrjeđene suspenzije 4 po mogućnosti tijekom 4 do 8 sati na temperaturi između 100°C i 105°C u cilju smanjenja sadržaja SiO_2 sol/ Na_2O kaust za manje od 0,9% i općenito za manje od 0,7%; sve to bez značajne promjene koncentracije kaustične sode i Rp-a.

55 Dobivena otopina 5 se podvrgava dekantaciji E za odvajanje crvenog mulja 19 na već poznati način u otvor 21 nakon sukcesivnog ispiranja suprotnim tokom vodom za ispiranje 17 trihidrata aluminija proizvodnje 16, a zatim čistom vodom 18.

Otopina 6 dobivena dekantacijom E, čiji Rp treba ostati po mogućnosti između 1,08 i 1,15 se ponovno razrjeđuje frakcijom 20b razrijeđene otopine, koja proizlazi iz ispiranja suprotnim tokom (smjerom) crvenog mulja, prije nego je 60 izvršena sigurnosna filtracija G u cilju uklanjanja finih čestica koje se još nalaze u otopini. Pročišćeni filtrat 7 prezasićene otopine natrijevog aluminata, čija koncentracija ne prelazi 160 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litra}$, se hlađi a zatim rastvara H u prisustvu inicijalne mase trihidrata 10 reciklirane prema već spomenutom načinu.

Trihidrat aluminija u otopini 8 u razloženoj otopini se separira filtriranjem J kako bi predstavljaо veći dio (90% tež.) recikliran kao inicijalna masa 10 i manjim dijelom 9 (oko 10%) ekstrahiran za proizvodnju 16 nakon ispiranja K s vodom 15. Relikvat 12 filtrata 11 razložene otopine natrijevog aluminata sa Rp između 0,55 i 0,67 i koncentracije kaustične sode između 150 i 160 g Na₂O/litra, nakon vađenja jednog alikvota 14 namijenjenog za vlažno usitnjavanje i desilikatizaciju boksita, se koncentrira uparavanjem M, kako bi se otopini za rastvaranje 13 doveo usitnjeni i predesilikatizirani boksit, čije karakteristike su već precizirane.

Sadržaj kaustičnog SiO₂ koji se obično regulira između 0,60 i 0,70% u otopini 5 nakon razrjeđivanja D jamči u istaloženom trihidratu aluminija u fazi razlaganja manje od 100 ppm silicija dovedenog Al₂O₃, i to bez značajnih modifikacija kapaciteta desilikatizacije, koji se obično koriste za obradu boksita s trihidratom, jer su globalni periodi stajanja (boravka) od desetak sati iste veličine, i bez smanjenja koeficijenta ekstrakcije razgradive glinice koji ostaje iznad 95%.

7 primjera primjene koji su opisani kasnije, realizirani su od homogenog dijela (lota) od 60 tona boksita s trihidratom glinice gvinejskog porijekla s niskim sadržajem reaktivnog silicija, koji ima sljedeći sastav (u suhom stanju):

Al ₂ O ₃ ukupno:	49.3 %	Fe ₂ O ₃ :	19.2 %
Al ₂ O ₃ ekstrakt:	45.5 %	TiO ₂ :	2.98 %
SiO ₂ ukupno:	2.44%	Gubitak zbog izgaranja:	25.88
SiO ₂ reaktivan:	0.83 %		

Primjeri 1 i 2 se odnose na primjenu standardnih uvjeta predesilikatizacije i post-desilikatizacije boksita s trihidratom aluminija prema prethodno opisanom načinu obrade pod atmosferskim tlakom boksita s trihidratom sa niskim sadržajem reaktivnog silicija.

Primjeri 3 i 7 se odnose na primjenu uvjeta korištenja izuma s tim istim boksim.

Primer 1

Predesilikatizacija, prema prethodnom načinu i atmosferskom rastvaranju frakcije od 5 tona jednog dijela od 60 tona gvinejskoog boksita, koji je prethodno opisan, sadrži :

- vlažno usitnjavanje i desilikatizacija u prisustvu jednog alikvota razlagane otopine po 1000 kg suhe materije po m³ guste suspenzije tijekom 10 sad na 100°C.
- svojstva razlagane otopine:
Rp= 0,58 Na₂O kaust: 152 g/litra
SiO₂Sol/Na₂O kaust: 0,69%
- rastvaranje na 170°C tijekom 1h 30 u atmosferskom reaktoru ostatkom koncentrirane razlagane otopine otopine za rastvaranje koncentracije 201 g Na₂O/litra pozivajući se na Rp od 1,05.

Svojstva prezasićene otopine nakon rastvaranja, razrjeđivanja i dekantacije suspenzije proizišle iz rastvaranja:

Rp: 1,05
Na₂O kaust: 149 g/litra
SiO₂/Na₂O: 1,19%

Ako se registrira koeficijent rastvaranja iznad 95% kao i produktivnost (kapacitet) reda 70 kg Al₂O₃/m³ za finalni Rp od 0,58, sadržaj razlaganog silicija se potpuno poništava kako za istaloženi trihidrat aluminija, tako i za recikliranu razlaganu otopinu kao otopinu za rastvaranje.

Kako bi se zadovoljio ovaj zadnji kriterij, druga frakcija od 5 tona dijela boksita se podvrgla prolongiranoj obradi predesilikatizacije u ukupnom trajanju od 30 sati, a svi ostali uvjeti su u ostalom ostali isti

Svojstva prezasićene otopine nakon razrjeđivanja i dekantacije su sljedeći:

Rp: 1,04
Na₂O kaust: 150 g/litra
SiO₂/Na₂O: 0,76%
Koeficijent %: 97,9

Ta se svojstva mogu prihvati pod uvjetom da se uobičajeno vrijeme desilikatizacije utrostruči

Primjer II

Post-desilikatizacija prema prethodnom načinu nakon atmosferskog djelovanja jedne druge frakcije od 5 tona istog dijela gvinejskog boksita, sadrži:

- Vlažno usitnjavanje u prisustvu jednog alikvota razlagane otopine istih svojstava kao što je navedeno u primjeru I,
- Rastvaranje na 107°C tijekom 2 sata u atmosferskom reaktoru ostatkom koncentrirane razlagane tekućine, uz Rp od 1,06.
- Nakon razrjeđivanja suspenzije proistekle iz rastvaranja oko 145 g Na₂O/litra nastupa post-desilikatizacija od 8 sati na 100°C.

Svojstva prezasišene otopine nakon dekantacije suspenzije proistekle iz post-desilikatizacije:

Rp: 1,06

Na₂O kaust: 143 g/litra

SiO₂/Na₂O: 1,12%

Koeficijent % : 98,2

Kao i u primjeru I sadržaj razgradivog silicija se isto kao i prethodno potpuno poništava.

Kako bi se zadovoljio ovaj zadnji kriterij, bilo je potrebno na drugoj frakciji od 5 tona istog boksita izvršiti post-desilikatizaciju u trajanju od 32 sata. a da pri tome svi ostali uvjeti ostanu isti, sadržaj SiO₂/Na₂O se smanjuje na 0,71%, znači potpuno zadovoljavajuće, ali uz uvjet da se trajanje desilikatizacije učetverostruči.

Primjer III

To je prvi primjer prema ovom izumu, koji se sastoji u kombinaciji predesilikatizacije u kratkom periodu trajanja od 1 sata ili post-desilikatizacije u trajanju od 7 sati sa razrjeđivanjem u uobičajenim uvjetima oko 145 g Na₂O kaust/litra ili post-desilikatizaciji također u trajanju od 7 sati ali sa slabim razrjeđivanjem. kako bi se sačuvala koncentracija, koja se povećala tijekom post-desilikatizacije, to znači reda 165 g Na₂O/litra. Ove obrade izvršene na frakciji od 10 tona dijela prethodno naznačenog gvinejskog boksita sadrže:

- Vlažno usitnjavanje i predesilikatizaciju u prisustvu jednog alikvota razlagane otopine po 1000 kg suhe tvari po m³ guste suspenzije tijekom 1 sata na 100°C.

Svojstva razlagane otopine:

Rp: 0,58

Na₂O kaust: 152g/l

SiO₂sol/Na₂O kaust: 0,72%

- Rastvaranje na 107°C tijekom 1h30 u atmosferskom reaktoru ostatkom koncentrirane razlagane otopine ili otopine za rastvaranje koncentracije 203 g Na₂O/litra, uz Rp od 1,11.

A) Na polovini suspenzije proistekle iz rastvaranja reguliranje koncentracije razrjeđivanjem vodom na 145 g Na₂O/litra i post-desilikatizacija od 7 sati na 100°C.

- Svojstva prezasičene otopine nakon dekantacije suspenzije proistekle iz post-desilikatizacije:

Rp : 1,10

Na₂O kaust: 147 g/litra

SiO₂/Na₂O kaust: 0,79 Koeficijent % : 96,3

B) Na drugoj polovini suspenzije proistekle rastvaranjem reguliranje koncentracije slabim razrjeđivanjem s vodom na 165 g Na₂O/litra i post-desilikadzacija od 7 sati na 100°C.

Svojstva prezasičene otopine nakon dekantacije suspenzije proizašle iz post-desilikatizacije:

Rp: 1,11

Na₂O kaust: 168 g/litra

SiO₂/Na₂O: 0,86

Koeficijent %: 98,8

Globalno se može zaključiti, da je bez obzira na varijantu A ili B, kombiniranje kratke predesilikatizacije sa normalnom post-desilikatizacijom normalnog trajanja od 1+7=8 sad mnogo efikasnije, od izolirane predesilikacije ili post-desilikatizacije istog trajanja.

Neovisno o uklanjanju silicija, ekvivalentnog koeficijenta reda 98%, kapaciteti dostignuti postupkom prema izumu su veći, naročito u varijanti B primjera 2 ili nakon razrjeđivanja otopine na 150 g Na₂O/litra uz zadržavanje finalnog Rp od 0,57 dobiva se:

$$150 (1,11 - 0,57) = 81 \text{ kg Al}_2\text{O}_3/\text{m}^3$$

5

Varijanta A, znatno bolja (uspješnija) od varijante B, na kraju desilikatizacije zbog učinka razrjeđivanja, pokazuje svoje granice na Rp laganom degradacijom glinice tijekom post-desilikatizacije, što se očituje u značajnom smanjenju koeficijenta ekstrakcije od 2,5% u odnosu na varijantu B.

10

Primjer IV

15

Ovaj primjer postupka prema ovom izumu se sastoji u kombiniranju predesilikatizacije kratkog trajanja 3 sata, ili sa post-desilikatizacijom u trajanju od 7 sati s prethodnim razrjeđivanjem u uobičajenim uvjetima s oko 145 g Na₂O/litra, ili s post-desilikatizacijom u trajanju od 7 sati uz slabo razrjeđivanje, to znači prethodno razrjeđivanje na oko 165 g Na₂O/litra. Ove obrade izvršene na frakciji od 10 tona dijela gvinejskog boksita sadrže:

20

- Vlažno usitnjavanje i predesilikatizaciju u prisustvu jednog alikvota razlagane tekućine od 1000 kg suhe materije po m³ gусте suspenzije tijekom 3 sata na 100°C.

25

Karakteristike rastvorene otopine identične onima koje se odnose na otopinu iz primjera III.

- Rastvaranje na 107°C tijekom 1h30 u atmosferskom reaktomostataškom koncentrirane otopine ili rastvorene otopine slično primjeru 11 uz Rp od 1,15.

30

A) Na polovini suspenzije proistekle iz rastvaranja reguliranje koncentracije razrjeđivanjem s vodom na 145 g Na₂O/litra i post-desilikatizacija od 7 sati na 100°C.

Karakteristike prezasićene otopine nakon dekantacije suspenzije proistekle iz post-desilikatizacije:

35

Rp: 1,13
Na₂O kaust : 146 g/litra
SiO₂/Na₂O% : 0,68
Koeficijent % : 93,1

40

B) Na drugoj polovini suspenzije proistekle iz rastvaranja reguliranje koncentracije slabim razrjeđivanjem s vodom na 165 g Na₂O/litra i post-desilikatizacija od 7 sati na 100°C.

Karakteristike prezasićene otopine nakon dekantacije suspenzije proistekle iz post-desilikatizacije:

45

Rp : 1,15
Na₂O kaust: 168 g/litra
SiO₂/Na₂O: 0,72
Koeficijent % : 98,6

50

Nakon podešavanja koncentracije otopine na oko 150 g Na₂O/litra i uz Rp od 0,57 na kraju razlaganja, opaža se povećana produktivnost otopine otopine (87 kg Al₂O₃ m³) prema varijanti IV B, kao i znatno smanjenje sadržaja silicija. Treba napomenuti, da samo varijanta IV B može dovesti do uklanjanja efekata retrogradacije glinice, što dovodi do značajnog smanjenja koeficijenta ekstrakcije glinice, koja se može razlagati u varijanti IV A. Isto se tako primjećuje, da globalno trajanje desilikatizacije od 10 sati (3 h + 7 h) ostaje slično onome, koje se prakticira za obradu klasičnih boksita s trihidratom.

Primjer V

55

Ovaj primjer postupka prema izumu se sastoji u kombiniranju s jedne strane predesilikatizacije u prosječnom trajanju od 6 sati sa standardnom predesilikatizacijom u trajanju od 7 sati sa slabim prethodnim razrjeđivanjem od oko 165 g Na₂O/litra.

Kada je Rp 1,15 realizirali su se samo testovi sa slabim razrjeđivanjem suspenzije proistekle iz rastvaranja i to vodeći računa o retrogradaciji konstatiranoj u primjeru IV A za takvu vrijednost Rp.

60

Ovakva obrada izvršena na frakciji od 5 tona dijela prethodno naznačenog gvinejskog boksita sadrži:

- Vlažno usitnjavanje i predesilikatizaciju u prisustvu jednog alikvota rastvorene otopine 1000 kg suhe tvari po m³ gусте suspenzije tijekom 6 sati na 100°C

Karakteristike rastvorene otopine su identične onoj iz otopine primjera III.

- ⁵ - Rastvaranje na 107°C tijekom 1h30 u atmosferskom reaktoru ostatak koncentrirane rastvorene otopine ili otopine za rastvaranje koja je ista onoj iz primjera III sa Rp od 1,15.

Karakteristike prezasićene otopine nakon dekantacije suspenzije proistekle iz post-desilikatizacije:

¹⁰
Rp: 1,15
Na₂O kaust: 168 g/litra
SiO₂/Na₂O %: 0,65
Koeficijent % : 98,1

¹⁵ Za globalno trajanje desilikatizacije od 13 sati, dobiva se unatoč svemu velika čistoća silicija iz otopine uz zadržavanje odličnog koeficijenta povećanog Rp.

Primjer VI

²⁰ Ovaj primjer treba odrediti gornju granicu Rp prihvatljuvnu ovim postupkom prema izumu kombiniranjem s jedne strane predesilikatizacije u trajanju od 9 sati sa standardnom post-desilikatizacijom u trajanju od 7 sati sa slabim prethodnim razrjeđivanjem od oko 175 g Na₂O/litra u cilju smanjenja rizika retrogradacije kada je Rp 1,17. Ova obrada izvršena na frakciji od 5 tona dijela prethodno naznačenog gvinejskog boksita sadrži:

- ²⁵ - Vlažno usitnjavanje i predesilikatizaciju u prisustvu alikvota rastvorene otopine od 900 kg suhe materije po m³ suspenzije tijekom 9 sati na 105°C.

Karakteristike rastvorene otopine identične onima otopine iz primjera III.

- ³⁰ - Rastvaranje na 107°C tijekom 2h30 u atmosferskom reaktoru ostatkom koncentrirane rastvorene otopine ili otopine za rastvaranje identične onoj iz primjera III uz Rp od 1,17
- Post-desilikatizacija u trajanju od 7 sati na 100°C suspenzije dobivene rastvaranjem nakon reguliranja (podešavanja) koncentracije kaustične sode na 175 g/Na₂O/litra.

³⁵ Karakteristike nakon deikantacije suspenzije dobivene post-desilikatizacijom:

Rp: 1,13
Na₂O kaust: 177g/litra
⁴⁰ SiO₂/Na₂O %: 0,63
Koeficijent % : 88,8

Opaža se gubitak koeficijenta blizu 10% u odnosu na rezultate iz primjera III, IV i V gdje dolazi do značajnog pada Rp, što potvrđuje obavezu limitiranja primjene postupka na Rp koji ne prelaze 1,15, čak i kada suspenzija proistekla iz rastvaranja zadržava relativno veliku koncentraciju kaustične sode prije post-desilikatizacije.

Primjer VII

Ovaj primjer postupka prema izumu se sastoje u kombiniranju predesilikatizacije u prosječnom trajanju 5 sati sa post-desilikatizacijom u trajanju skraćenom na 4 sata sa slabim razrjeđivanjem, oko 165 g Na₂O/litra i uz Rp od 1,12. Ova obrada izvršena na frakciji od 10 tona dijela prethodno naznačenog gvinejskog boksita sadrži:

- ⁵⁵ - Vlažno usitnjavanje i predesilikatizaciju u prisustvu jednog alikvota rastvorene otopine za 1100 kg suhe materije po m³ gусте suspenzije tijekom 5 sati na 100°C.

Karakteristike rastvorene otopine identične onima iz otopine primjera III.

- ⁶⁰ - Rastvaranje na 107°C tijekom 1h30 u atmosferskom reaktoru ostatkom koncentrirane rastvorene otopine ili otopine za rastvaranje identične onoj iz primjera III uz Rp od 1,12.

Post-desilikatizacija u trajanju od 4 sata na 105°C suspenzije proistekle iz rastvaranja nakon reguliranja koncentracije kaustične sode na oko 170 g Na₂O/litra.

Karakteristike nakon dekantacije suspenzije proistekle iz post-desilikatizacije:

Rp: 1,12

Na₂O kaust: 171 g/litra

SiO₂/Na₂O % : 0,64

Koeficijent % : 98,4

Nakon razrijedjivanja na oko 150 g Na₂O/litra rastvorene otopine do Rp = 0,57 dobiva se produktivnost od 82,5 kg Al₂O₃/m³.

Odabir uvjeta prosječnog trajanja kako za predesilikatizaciju tako i za post-desilikatizaciju u okviru postupka prema izumu pokazuje, da se može doći do odličnog kompromisa između čišćenja silicija, koeficijenta ekstrakcije koji ostaje povećan za Rp 1,12, produktivnosti veće od 80 kg Al₂O₃ po m³ otopine i to za cijeli period desilikatizacije ne prelazi 9 sati.

Cilj postupka

Postupak prema ovom izumu se bazira ne samo na obradi bez ograničenja kapaciteta rastvaranjem pod atmosferskim tlakom boksita s trihidratom sa malo reaktivnog silicija, s karakteristikama koeficijenta rastvaranja i sadržaja čistoće silicija ekvivalentnim onima, koje su dobivene s drugim boksitima s trihidratom, ali i u cilju poboljšanja produktivnosti otopina za rastvaranje, ako je moguće dobiti Rp od 1,12 ili 1,15 bez rizika retrogradacije i u cilju proizvodnje najmanje 80 kg po m³ otopine, dakle više od onih proizvedenih na prethodno opisan način, gdje se uglavnom ne prelazi 70 kg/m³.

25

PATENTNI ZAHTJEVI

1. Postupak obrade boksita s trihidratom glinice niskog sadržaja reaktivnog silicija alkalnim rastvaranjem, prema Bayer postupku, sadrži faze usitnjavanja i desilikatizacije u prisustvu jednog alikvota razložene otopine natrijevog aluminata, zatim rastvaranja pod atmosferskim tlakom spomenutog usitnjenog i desilikatiziranog boksita s ostatkom razložene otopine, eventualno koncentrirane, tijekom perioda koji je dovoljan za disoluciju najmanje 95% glinice koja se može ekstrahirati na način da tvori suspenziju koja se, nakon razrijedjivanja podvrgava dekantaciji i filtrira, kako bi se odvojila čvrsta frakcija crvenog mulja iz prezasićene otopine natrijevog aluminata, koja se razgradije u prisustvu cjepliva (inicijalne mase) i zatim reciklira kao otopina za rastvaranje nakon separacije trihidrata ahimimija, **naznačen time**:
-desilikatizaciji prije rastvaranja spomenutog usitnjenog boksita, ili predesilikatizaciji, u trajanju od minimalno 30 minuta, izvršenoj na temperaturi koja ne prelazi 108°C u prisustvu alikvota razložene otopine nekritičnog odnosa Rp koncentracija Al₂O₃sol g/l/Na₂O kaust g/l obično između 0,5 i 0,7, koncentracije kaustične sode između 140 i 170 g Na₂O/l, u cilju dobivanja desilikatizirane otopine, čija koncentracija krute tvari je najmanje 0,7 tona po m³ otopine,
-dodaje, neposredno nakon atmosferskog djelovanja spomenutoj otopini s ostatkom razložene otopine nekritičan Rp, koji se općenito podrazumijeva između 0,5 i 0,7 i koncentracija kaustične sode određena između 180 i 220 g Na₂O/litra, druga desilikatizacija ili post-desilikatizacija u trajanju od najmanje 2 sata na temperaturi koja ne prelazi 108°C i općenito između 95 i 105°C sveukupnog sadržaja suspenzije proistekle iz rastvaranja, a čiji Rp je između 1,05 i 1,17, a koncentracija kaustične sode se prethodno podešava razrijedjivanjem između 140 i 180 g Na₂O/litra.
2. Postupak prema patentnom zahtjevu 1, **naznačen time**, da je sadržaj reaktivnog silicija boksita s trihidratom aluminija manji od 3% i općenito između 0,5 i 1,5% u odnosu na težinu suhog boksita.
3. Postupak prema patentnom zahtjevu 1 ili 2, **naznačen time**, da alikvot razložene otopine natrijevog aluminata koji se dovodi u kontakt za vlažno usitnjavanje sa spomenutim boksitom, ima Rp između 0,57 i 0,67, koncentraciju kaustične sode između 150 i 160 g Na₂O/litra.
4. Postupak prema bilo kojem od patentnih zahtjeva 1 do 3, **naznačen time**, da se nakon vlažnog usitnjavanja boksita, predesilikatizacija vrši po mogućnosti između 100°C i 105°C u trajanju od 1 do 6 sati.
5. Postupak prema patentnom zahtjevu 4 **naznačen time**, da je koncentracija suhe tvari suspenzije dobivena predesilikatizacijom po mogućnosti između 0,9 i 1,1 tona po m³ suspenzije.
6. Postupak prema bilo kojem od patentnih zahtjeva 1 do 5, **naznačen time**, da se desilikatizirana otopina rastvara na atmosferskom tlaku na temperaturi koja ne prelazi 108°C, a po mogućnosti između 103°C i 107°C tijekom 1 do 3 sata ostatkom razložene otopine, gdje je Rp između 0,57 i 0,67, a koncentracija kaustične sode podešena između 195 i 215 g Na₂O/litra.
7. Postupak prema bilo kojem od patentnih zahtjeva 1 do 6, **naznačen time**, da suspenzija proistekla iz atmosferskog rastvaranja ima Rp između 1,09 i 1,15 i koncentraciju kaustične sode između 175 i 190 g Na₂O/litra.

8. Postupak prema bilo kojem od patentnih zahtjeva 1 do 7, **naznačen time**, da je koncentracija kaustične sode suspenzije proistekle iz atmosferskog djelovanja podešena razrjeđivanjem između 160 i 170 g Na₂O/litra.
9. Postupak prema patentnom zahtjevu 8, **naznačen time**, da se razrjeđivanje vrši jednom frakcijom voda za ispiranje suprotnim tokom netopivog mulja ili voda za ispiranje trihidrata aluminija iz proizvodnje.
- 5 10. Postupak prema bilo kojem od patentnih zahtjeva 1 do 9, **naznačen time**, da se post-desilikatizacija razrijedene otopine vrši na temperaturi između 100°C i 105°C tijekom 4 do 8 sati.

SAŽETAK

10 Postupak obrade boksita s trihidratom aluminija s niskim sadržaje reaktivnog silicija alkalnim djelovanje prema posutku Bayer spomenutog usitnjenoj boksita pod atmosferskim tlakom naznačen time:

- 15 - desilikatizaciji prije rastvaranja spomenutog usitnjenoj boksita, ili predestilikatizaciji, u trajanju od minimalno 30 minuta, izvršenoj na temperaturi koja ne prelazi 108°C u prisustvu alikvota razložene otopine nektitičnog odnosa Rp koncentracija Al₂O₃sol g/l/Na₂O kaust g/l obično između 0,5 i 0,7, koncentracije kaustične sode između 140 i 170 g Na₂O/l, u cilju dobivanja desilikatizirane otopine, čija koncentracija suhe tvari je najmanje 0,7 tona po m³ otopine,
- 20 - dodaje, neposredno nakon atmosferskog djelovanja spomenute otopine ostatkom razložene otopine sa nekriticnom Rp, obično između 0,5 i 0,7 i koncentracije kaustične sode podešene između 180 i 220 g Na₂O/litra, druga desilikatizacija ili postdesilikatizacija u trajanju od najmanje 2 sata na temperaturi koja ne prelazi 108°C i općenito između 95 i 105°C sveukupne otopine proistekle iz rastvaranja, čiji Rp je između 1,05 i 1,17, a koncentracija kaustične sode se prethodno regulira razrjeđivanjem između 140 i 180 g Na₂O/litra.

