

Die Löslichkeit von Tonerdehydrat in verdünnter Natronlauge verschiedener Konzentrationen bei 45-90° C

VON ERNST DACHSELT

Mit 3 Abbildungen

Inhaltsübersicht

Es werden Angaben über die Löslichkeit von Tonerdehydrat in verdünnten Natronlauge mit einem Na_2O -Gehalt von etwa 45 bis 100 g/l bei Temperaturen von 45–90° gemacht und damit die früher von G. BAUERMEISTER und W. FULDA gemachten Angaben, die sich auf höhere Temperaturen und Na_2O -Konzentrationen beziehen, ergänzt.

Bei dem klassischen BAYER-Verfahren zur Gewinnung von Tonerde wird Bauxit mit einer Natronlauge von hoher Alkali- und niedriger Tonerde-Konzentration bei etwa 160° unter Druck aufgeschlossen. Die hierbei anfallende konzentrierte Aluminatlauge wird nach geeigneter Verdünnung und Abtrennung des nicht aufgeschlossenen Rotschlammes „ausgerührt“. Hierbei wird bei Temperaturen um 50° ein Teil der Tonerde nach vorheriger Impfung der Aluminatlauge mit Tonerdehydrat als Tonerdehydrat ausgeschieden. Die auf die ursprüngliche Konzentration eingedampfte Lauge kehrt dann im Kreislauf zu einem weiteren Aufschluß zurück.

G. BAUERMEISTER¹⁾ bestimmte die Stabilitätsgrenze von Natriumaluminatlösungen zwischen 74 und 94°. Er stellte durch seine Untersuchungen, die er mit Alkali-Konzentrationen von 100–150 g Na_2O /l durchführte, fest, wie hoch Konzentration und Temperatur der Aluminatlauge sein müssen, um ein vorzeitiges Ausfallen von Tonerdehydrat im DORR-Eindicker zu verhindern.

G. BAUERMEISTER und W. FULDA²⁾ dehnten die Gleichgewichtsbestimmungen von Natronlauge und Tonerdehydrat auf das Temperaturgebiet zwischen 100 und 200° aus bei einer Konzentration des freien Na_2O von 100 bis 225 g/l. Das wichtigste Ergebnis dieser Arbeit ist

¹⁾ G. BAUERMEISTER, Aluminium **23**, 205–208 (1941).

²⁾ G. BAUERMEISTER u. W. FULDA, Aluminium **25**, 97–100 (1943).

der Nachweis einer Unstetigkeit der Löslichkeit des Tonerdehydrats bei 125°, die mit Umwandlung des als Bodenkörper vorliegenden Hydrargillits ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$) in Böhmit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 1 \text{H}_2\text{O}$) erklärt wird.

Die Ergebnisse der angeführten Arbeiten wurden von W. FULDA und H. GINSBERG kurz zusammengefaßt³⁾ und die Abhängigkeit der Löslichkeit von Tonerdehydrat in Laugen von 100 bis 190 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{l}$ bei Temperaturen von 74–200° bildlich und tabellarisch dargestellt.

Im Rahmen von Arbeiten auf dem Tonerdegebiet interessierte uns die Kenntnis der Löslichkeit von Tonerdehydrat in Natronlauge außerhalb des Bereichs der von den genannten Autoren bearbeiteten Arbeitsbedingungen, und zwar bei Temperaturen von 45–90° C und in Natronlauge von etwa 45–100 g/l an freiem Na_2O . Durch die bei der Bearbeitung dieser Frage erzielten Ergebnisse soll der Anschluß an die oben angeführten Arbeiten gewonnen werden.

Die für die Versuche verwendeten Natronlaugen wurden durch Auflösen von Natrium hydricum p. a. MERCK in dest. Wasser hergestellt und zur Erzielung eines konstanten Titers in einer verschlossenen Flasche wenigstens 2 Wochen stehen gelassen.

Zur Löslichkeitsbestimmung wurde in die jeweilige Natronlauge ein feinkörniges Tonerdehydrat gegeben, wie es im hiesigen Tonerde-Betrieb als Impfstoff dient. Die Menge wurde so bemessen, daß mit Sicherheit Tonerdehydrat nach Beendigung des Versuchs als Bodenkörper verblieb. Seiner Struktur nach stellte das Impfhydrat erwartungsgemäß Hydrargillit dar, wie durch Röntgen-Diagramm bestätigt wurde.

Das aus dem Betrieb kommende in Aluminatlauge aufgeschwemmte Impfhydrat wurde, bevor es der Natronlauge zugesetzt wurde, abgesaugt, auf der Nutsche mit heißem dest. Wasser gründlich gewaschen, scharf trocken gesaugt und sofort in 500 ml der betreffenden Natronlauge eingetragen. Diese Aufschwemmung wurde in das Reaktionsgefäß gegossen und mit 200 ml Natronlauge nachgespült.

Als Reaktionsgefäß diente ein 3fach tubulierter 1-l-Rundkolben aus Jenaer Glas mit Rührer und Rührverschluß, Rückflußkühler und Thermometer. Zur Fernhaltung von Kohlensäure war der Rückflußkühler mit einem Natron-Kalk-Rohr versehen. Als Heizbad diente ein elektrisch geheiztes Wasser- bzw. Paraffin-Bad mit automatischer Temperaturregulierung. Die Temperatur ließ sich so im Reaktionsgefäß

³⁾ W. FULDA u. H. GINSBERG, Tonerde und Aluminium, 1. Teil. Die Tonerde, Berlin 1951, S. 31–33.

bei 45 und 60° auf $\pm 5^\circ$, bei 75 und 90° auf $\pm 1^\circ$ konstant halten, was für den beabsichtigten Zweck als ausreichend erachtet wurde.

Von der Verwendung eiserner Reaktionsgefäße wurde abgesehen, da bei den verhältnismäßig niedrigen Laugen-Konzentrationen und Temperaturen mit einem nur geringfügigen Inlösengehen von SiO_2 gerechnet wurde, was für den beabsichtigten Zweck, der Schaffung von

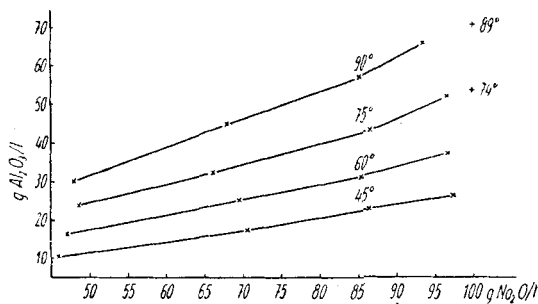


Abb. 1. Abhängigkeit der Löslichkeit des Tonerdehydrats von der Alkalikonzentration (in Isothermen)

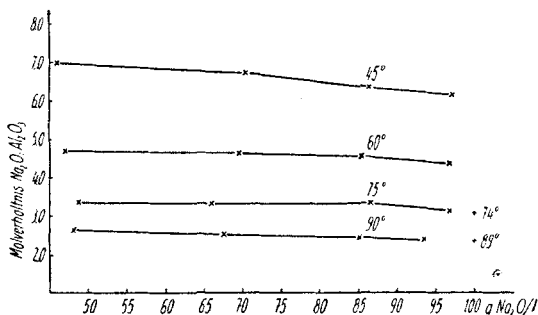


Abb. 2. Abhängigkeit des Molverhältnisses $\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3$ von der Alkalikonzentration (in Isothermen)

Es wurden der Gehalt an freiem und Gesamt- Na_2O nach WINKLER und an Al_2O_3 mittels Oxin⁵⁾ 6) bestimmt. Hieraus wurde jeweils das Molverhältnis freies $\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3$ berechnet. Die Ausgangskonzentration der Natronlauge wurde durch die am eingebrachten Tonerdehydrat anhaftende Feuchtigkeit in geringem, von Fall zu Fall wechselndem Maße,

⁴⁾ W. FULDA u. H. GINSBERG, Tonerde und Aluminium, 1. Teil. Die Tonerde. Berlin 1951, 72.

⁵⁾ MEDICUS-POETHKE, Maßanalyse, 14. Aufl. Dresden u. Leipzig 1952, 242–243.

⁶⁾ HERRMANN, Kolloid-Z. 92, 13 (1940).

Zahlen-Unterlagen für technische Zwecke, als nicht störend erschien. Die Nachprüfung des SiO_2 -Gehaltes einer Natronlauge mit 100 g/l Na_2O ergab z. B. folgende Werte: Ausgangslauge 0,009 g/l, Endlauge bei 45° 0,0038 g/l, bei 60° 0,18 g/l, bei 75° 0,47 g/l, bei 90° 0,48 g/l. Diese Werte sind für BAYER-Laugen noch erträglich⁴⁾.

Zur Probenahme wurde für kurze Zeit das Rührwerk abgestellt und von der überstehenden nahezu klaren Aluminatlauge eine für die nachfolgenden Analysen ausreichende Menge an Flüssigkeit abpipettiert, abfiltriert und das Filtrat nach dem Erkalten sofort analysiert.

verringert. Die Versuche wurden abgebrochen, wenn zwei im Abstand von einem Tage genommene Proben identische Werte ergaben. In der folgenden Übersicht sind die Versuchsergebnisse zusammengestellt.

Ver- suchs- Nr.	Gehalt d. Ausgangs- natronlauge in g/l		Versuchs- dauer in Tagen	Tem- peratur ° C	Endgehalt der Lösung in g/l		End-Molver- hältnis Na ₂ O/Al ₂ O ₃
	freies Na ₂ O	Gesamt- Na ₂ O			Al ₂ O ₃	freies Na ₂ O	
1	47,1	48,6	7	45	10,8	45,9	6,98
2	47,1	48,6	7	60	16,45	47,1	4,71
3	47,1	48,6	7	75	24,0	48,7	3,34
4	47,1	48,6	5	90	30,0	48,0	2,63
5	73,5	75,5	7	45	17,21	70,5	6,74
6	73,5	75,5	6	60	24,9	69,5	4,60
7	68,3	69,5	4,5	75	32,1	66,0	3,32
8	68,0	69,5	5	90	44,5	67,6	2,50
9	88,7	90,0	8	45	22,55	86,5	6,31
10	88,7	90,0	5	60	31,05	85,6	4,53
11	88,7	90,0	6	75	43,1	86,5	3,30
12	88,7	90,0	5	90	56,6	85,2	2,42
13	103,1	105,6	6	45	26,2	97,25	6,10
14	103,1	105,6	6	60	36,8	96,75	4,32
15	103,1	105,6	6	75	51,8	96,75	3,07
16	103,1	105,6	6	90	65,5	93,5	2,35

Abb. 1 zeigt die Abhängigkeit der Löslichkeit des Tonerdehydrats in g Al₂O₃/l von der Alkali-Konzentration. Die Löslichkeit steigt bei allen Versuchstemperaturen nahezu linear mit der Laugenkonzentration an. Bei Laugenkonzentrationen oberhalb von 85 g Na₂O/l und bei Temperaturen oberhalb 60° ist eine größere Löslichkeitszunahme zu beobachten. Das Molverhältnis Na₂O/Al₂O₃ nimmt mit steigender Alkali-Konzentration nahe-

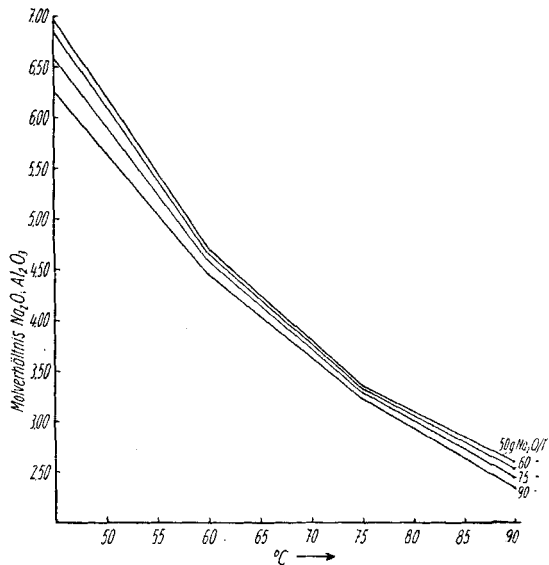


Abb. 3. Abhängigkeit des Molverhältnisses Na₂O:Al₂O₃ von der Temperatur (in Linien gleicher Alkalikonzentration)

zu linear und sehr wenig ab (Abb. 2). Bei 45° ist die Abnahme am auffälligsten. Die Abnahme des Molverhältnisses in Abhängigkeit von der Temperatur ergibt bei Laugen verschiedener Konzentration Kurven, die sehr nahe beieinander liegen (Abb. 3). Die Werte für Abb. 3 wurden Abb. 2 entnommen. Das Molverhältnis nimmt um so stärker ab, je niedriger die Temperatur ist.

Die mit den gefundenen Zahlenwerten vergleichbaren und den Anschluß hieran bildenden Zahlenangaben von FULDA-GINSBERG (l. c.) sind in den Abb. 1 und 2 außerhalb der gezeichneten Kurven durch Kreuze dargestellt. Sie bestätigen die Tendenz der gefundenen Kurven und setzen diese in das schon bearbeitete Gebiet fort.

Herrn Chemie-Ingenieur HASSO STRAUSS bin ich für die verständnisvolle Durchführung der Versuche zu Dank verpflichtet.

Greiz-Dölau, Forschungs- und Entwicklungsstelle des VEB Chemie-Werk.

Bei der Redaktion eingegangen am 17. Mai 1955.