

- 2. März 1944

390001150

Merseburg

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

-2. MAERZ 1944

Unser Zeichen: O.Z.14 611 z/HI.

Ludwigshafen/Rh., den 23. Februar 1944

## Verfahren zur Herstellung eisenfreier Kieselsäure aus eisenhaltigen Schlacken.

Bei den bekannten Verfahren zur Herstellung von Kieselsäure durch sauren Aufschluss von Schlacken, wie Hochofen- oder Generator-schlacken, erhält man im allgemeinen Erzeugnisse, die einen nicht un-beträchtlichen Eisengehalt aufweisen und sich daher für manche Zwecke, z.B. als Katalysatoren oder Katalysatorträger für gegen Eisen empfindliche Reaktionen, nicht verwenden lassen.

Es wurde gefunden, dass man eisenfreie oder eisenarme Kieselsäure aus eisenhaltigen Rohstoffen der genannten Art erhält, wenn man für den Aufschluss wässrige Salpetersäure benutzt, die weniger als 200 g  $\text{HNO}_3$  im Liter <sup>enthält</sup> und die Säure in einer grösseren Menge anwendet, als zum Lösen der basischen Schlackenbestandteile theoretisch erforderlich ist. Es genügt im allgemeinen ein Säureüberschuss von 120 bis 160% der Theorie. Weniger als etwa 50 g  $\text{HNO}_3$  im Liter soll die Säure im allgemeinen nicht enthalten. Der Aufschluss wird zweckmässig bei nur mässig erhöhten, jedenfalls nicht über 100° liegenden Temperaturen durchgeführt; von einer Wärmezufuhr kann also in der Regel abgesehen werden.

Die Aufschlusslösung enthält die Kieselsäure kolloidal gelöst. Sie lässt sich leicht von etwa nicht gelösten Anteilen, wie Quarz, Kohlenstoff oder dergl., trennen. Beim Stehenlassen der Lösung scheidet sich dann die Kieselsäure meistens als wasserklares Gel ab, in der Wärme schneller als bei Raumtemperatur. Nach dem Auswaschen des von der Flüssigkeit getrennten Gels beträgt dessen Eisengehalt, berechnet als  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , beispielsweise nur etwa 0.01 bis 0.05%, bezogen auf wasser-freie Kieselsäuresubstanz. Der Eisengehalt ist meistens noch geringer, wenn man zwecks Erzielung eines engporigen Erzeugnisses saures Wasch-wasser benutzt. Zur Erzeugung eines weitporigen Gels unter Anwendung von alkalischem Waschwasser verdrängt man vor dem Waschen die dem Gel anhaftende Mutterlauge durch Wasser soweit, dass eine nennenswerte Aus-fällung von Eisenhydroxyd beim Waschen mit dem alkalischen Wasser nicht mehr erfolgen kann. Das weitporige Gel hat im allgemeinen einen etwas höheren Eisengehalt.

Die von dem Gel abgetrennte Mutterlauge kann zur Verdünnung frischer Salpetersäure zwecks Einstellung auf den erforderlichen Gehalt von nicht mehr als 200 g  $\text{HNO}_3$  im Liter benutzt und, wenn sie sich bei wiederholter Verwendung zu sehr an Nitraten, insbesondere Calciumnitrat, angereichert hat, auf Düngemittel verarbeitet werden.

#### Beispiel.

100 Teile einer Schlacke von Abstichgeneratoren mit etwa 35,9%  $\text{SiO}_2$ , 26,8%  $\text{CaO}$ , 23,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 5,9%  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 2,1%  $\text{MgO}$  und 1,8% Alkalimetalloxyd werden ohne Zufuhr von Wärme mit 258 Teilen wässriger Salpetersäure, die 150 g  $\text{HNO}_3$  im Liter enthält, 2 Stunden lang unter starkem Rühren behandelt. Die Flüssigkeit wird dann filtriert und das Filtrat auf  $70^\circ$  erwärmt. Nach mehreren Stunden ist die Abscheidung des Kieselsäuregels beendet. Das Gel wird von der Flüssigkeit getrennt, mit Kondenswasser gewaschen und getrocknet. Es hat einen Gehalt von 0,044%  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , bezogen auf die wasserfreie Kieselsäuresubstanz.

#### Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung eisenfreier Kieselsäure aus eisenhaltigen Schlacken durch Aufschluss mit Salpetersäure, dadurch gekennzeichnet, dass man, zweckmässig bei nur mässig erhöhten Temperaturen, wässrige Salpetersäure, die weniger als 200 g  $\text{HNO}_3$  im Liter enthält, im Überschuss anwendet.