

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 100489

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 31.05.76 (P. 190037)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 09.05.77

Opis patentowy opublikowano: 29.11.1980

Int. Cl.²

C01B 33/18

C01B 33/30

Twórcy wynalazku: Marian Rutkowski, Kazimiera Stajszczyk, Walentyna Pietraszkiewicz,
Stanisław Dyjor

Uprawniony z patentu: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

Sposób aktywowania ziem odbarwiających

Wynalazek dotyczy sposobu aktywowania ziem odbarwiających, stosowanych zwłaszcza w procesach rafinowania olejów mineralnych i roślinnych, kwasów tłuszczowych oraz tłuszczów.

Jako ziemie odbarwiające stosowane są ziemie krzemionkowe, glinki i iły montmorylonitowe, które są aktywowane kwasami mineralnymi. Znany z polskiego opisu patentowego nr 42741 sposób aktywowania ziem odbarwiających polega na ogrzewaniu mieszaniny rozdrobnionego bentonitu i roztworu kwasu mineralnego w temperaturze wrzenia roztworu, w ciągu od 2 do 3 godzin. Roztwór kwasu mineralnego ma stężenie co najmniej 10, a jego ilość odpowiada od 100% do 250% teoretycznej ilości potrzebnej do rozkładu całej ilości zawartych w surowcu tlenków żelaza, glinu, wapnia i magnezu. Po oddzieleniu osadu ziemi odbarwiającej od ługu poreakcyjnego, ziemię suszy się i rozdrabnia, a ług zawraca się do następnej aktywacji.

Złoża bentonitu mają najczęściej niejednorodny skład mineralogiczny i w wypadku małej zawartości montmorylonitu wymagają wzbogacania, które prowadzi się na drodze szlamowania wodnego. Odpady otrzymane po szlamowaniu surowca są bezwartościowe. Stosowanie roztworów kwasów mineralnych o stężeniu powyżej 30% powoduje zanikanie struktury krystalicznej ziemi odbarwiającej, co wpływa na obniżenie jej zdolności rafinacyjno-odbarwiających. Ponadto ług poreakcyjny zawiera mieszaninę soli sodowych, potasowych, wapniowych, żelazowych, magnezowych i glinowych, które nie znajduje dalszego zastosowania.

Przedmiotem wynalazku jest sposób aktywowania ziem odbarwiających, polegający na ogrzewaniu mieszaniny rozdrobnionego surowca mineralnego i roztworu kwasu siarkowego oraz oddzieleniu mokrego osadu ziemi odbarwiającej od ługu poreakcyjnego, a następnie suszeniu go i rozdrabnianiu.

Istota wynalazku polega na tym, że jako surowiec stosuje się tufy bazaltowe, zawierające oprócz krzemionki ponad 20% wagowych tlenku żelaza i ponad 25% wagowych tlenku glinu, które zadaje się roztworem kwasu siarkowego o stężeniu od 40% do 75%. Na 1 część wagową tufu stosuje się od 2 do 5 części wagowych roztworu kwasu. Mieszaninę tufu i kwasu ogrzewa się, po czym wydziela się z niej na gorąco aktywną krzemionkę stanowiącą ziemię odbarwiającą.

Ziemie odbarwiające otrzymane przez aktywowanie tufów bazaltowych mają najwyższą zdolność odbarwiania olejów mineralnych w temperaturze od 90°C do 100°C, co stanowi zaletę w porównaniu ze znanymi ziemia-

mi odbarwiającymi, które wykazują najwyższą zdolność odbarwiania w temperaturze od 150°C do 200°C. Podgrzewanie olejów mineralnych do tak wysokiej temperatury powoduje ich częściowy rozkład.

Sposób aktywowania według wynalazku umożliwia wykorzystanie kwaśnego ługu poreakcyjnego, który zawiera siarczany żelaza i glinu, jako flokulanta do uzdatniania wód i ścieków.

Sposób według wynalazku jest przedstawiony w przykładach aktywowania tufów bazaltowych pochodzących ze złoża Dunino koło Legnicy.

Przykład I. Do reaktora wprowadza się 93,4 l wody, którą ogrzewa się do temperatury 60°C, a następnie wysypuje 80 kg rozdrobnionego tufu bazaltowego, zawierającego 40% wagowych SiO_2 , 30% wagowych Al_2O_3 , 25% wagowych Fe_2O_3 - FeO i 3% wagowych TiO_2 . Zawartość reaktora barbotuje się powietrzem, a następnie dodaje 36,2 l stężonego technicznego kwasu siarkowego. Otrzymuje się w ten sposób roztwór kwasu siarkowego o stężeniu 40%, którego ilość jest dwukrotnie większa od ilości tufu bazaltowego. Aktywację prowadzi się w temperaturze 100°C przez okres 3 godzin. Następnie dodaje się 50 l wody i całość pozostawia do ostygnięcia i osadzenia osadu ziemi odbarwiającej. Mokry osad ziemi odbarwiającej oddziela się od ługu poreakcyjnego oraz przemywa wodą do uzyskania wartości $\text{pH}=5$, suszy w temperaturze 105°C i rozdrabnia do wielkości ziarn przechodzących przez sito o 3600 oczkach na 1 cm^2 . Wydajność procesu wynosi 52%. Tak zaktywowaną ziemię użyto do odbarwienia bazowego oleju smarowego. Przy użyciu 4% wagowych ziemi uzyskano stopień odbarwienia 80%. Kwaśny ług poreakcyjny, zawierający częściowo wykrystalizowane siarczany żelaza i glinu, podgęszcza się i wykorzystuje w całości do uzdatniania wód i ścieków.

Przykład II. Do reaktora wprowadza się 90 l wody ogrzanej do 60°C, 80 kg tufu bazaltowego jak w przykładzie I oraz 81,5 l stężonego technicznego kwasu siarkowego, co odpowiada roztworowi kwasu siarkowego o stężeniu 60% w ilości trzykrotnie większej od ilości tufu bazaltowego. Aktywację prowadzi się w temperaturze 100°C przez okres 3 godzin. Następnie dodaje się 100 l wody i pozostawia do ostygnięcia. Dalej postępuje się jak w przykładzie I. Wydajność procesu wynosi 42%, a stopień odbarwienia bazowego oleju silnikowego przy użyciu 4% wagowych ziemi odbarwiającej wynosi 85,1%.

Przykład III. Do reaktora wprowadza się 87 l wody ogrzanej do temperatury 60°C, 80 kg tufu bazaltowego jak w przykładzie I oraz 170 l technicznego stężonego kwasu siarkowego, co odpowiada roztworowi kwasu siarkowego o stężeniu 75% w ilości pięciokrotnie większej od ilości tufu bazaltowego. Aktywację prowadzi się identycznie jak w przykładzie I, a następnie dodaje się 150 l wody i pozostawia do ostygnięcia. Dalej postępuje się jak w przykładzie I. Wydajność procesu wynosi 52%, a stopień odbarwienia bazowego oleju silnikowego przy użyciu 4% wagowych ziemi odbarwiającej wynosi 82,2%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób aktywowania ziem odbarwiających, polegający na traktowaniu rozdrobnionych surowców mineralnych roztworem kwasu siarkowego w podwyższonej temperaturze, a następnie oddzieleniu mokrego osadu od ługu poreakcyjnego, z n a m i e n n y t y m, że jako surowiec stosuje się tufy bazaltowe, zawierające obok krzemionki ponad 20% wagowych tlenku żelaza i ponad 25% wagowych tlenku glinu, które zadaje się roztworem kwasu siarkowego o stężeniu od 40% do 75%, przy czym na 1 część wagową tufu stosuje się od 2 do 5 części wagowych roztworu kwasu siarkowego, a następnie mieszaninę ogrzewa się, po czym wydziela z niej na gorąco aktywną krzemionkę stanowiącą ziemię odbarwiającą.