



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

227 135

(11) (B1)

(51) Int. Cl. ³ C 14 C 3/02

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Přihlášeno 06 05 82
(21) PV 3265-82

(40) Zveřejněno 26 08 83
(45) Vydáno 01 01 85

(75)
Autor vynálezu

DĚDEK JAROSLAV ing., VSETÍN,
TKÁČ JOSEF ing. CSc.,
GALATÍK ANTONÍN ing. CSc., OTROKOVICE,
PECHA FRANTIŠEK ing., UHERSKÉ HRADIŠTĚ

(54)

Spôsob prípravy činiacich roztokov z odpadných
kalov obsahujúcich chróm

Vynález sa týka spôsobu prípravy činiacich roztokov z odpadných kalov obsahujúcich chróm.

V kožiarskej a kožušnickej výrobe sa využívajú roztoky trojmocného chrómu pri chromočinení. Tieto roztoky sú označované ako chromité brečky. Koncentrácia kysličníka chromičitého v brečke sa pohybuje v rozmedzí 30 až 150 g/l, bázicita brečky je obvykle 20 až 50 °Sch. Podľa spôsobu prípravy sa brečky rozdeľujú na kamencové, redukované a kombinované. Kamencové brečky sa pripravujú rozpúšťaním síranu chromitodraselného vo vode, pričom požadovaná bázicita sa dosiahne pridaním bázifikačných činidiel. Pri príprave redukovanej brečky sa vychádza z dvojchrómanu, ktorý sa rozpustí vo vode, pridá sa potrebné množstvo kyseliny sírovej a prevedie sa redukcia šesťmocného chrómu na trojmocný pridaním redukovača. Kombinovaná brečka sa pripravuje zo síranu chromitodraselného a dvojchrómanu sodného alebo draselného súčasne.

V kožiarskej výrobe vznikajú často kaly s obsahom chrómu, a to napríklad v odpadných vodách alebo pri spracovaní pri chromočinení, napríklad pri výrobe doplnkového krmiva hydrolyzátu glutinu. Obsahujú obyčajne 5 - 15 % hmotnostných Cr_2O_3 na sušinu kalu. Tieto kaly sa priamo nevyužívajú ani nespracovávajú; výnimku tvorí iba alkalické zrážanie hydroxidu chromitého z izolovaných odpadných roztokov pri chromoči-

není, keď sa získa hydroxid chromitý v dostatočnej čistote, takže ho možno priamo pridávať do reakčnej zmesi pri príprave redukovanej brečky. Tieto postupy sú známe pri takzvanej rekuperácii odpadných činiacich kúpeľov pri chromočení. Vo väčšine prípadov odpadajú kaly hydroxidu chromitého silno znečistené, takže ich priame použitie pri varení brečiek nie je možné. Také kaly sa vozia na skládky alebo sa kanalizujú, čím prispievajú k zvyšovaniu obsahu chrómu v primárnych kaloch v čistiarniach odpadových vôd. Prítomnosť chrómu sťažuje využiteľnosť čistiarenských kalov v poľnohospodárstve, vzhľadom k prísnyim hygienickým predpisom platným v ČSSR.

Uvedené nevýhody v podstatnej miere odstraňuje spôsob prípravy činiacich roztokov z odpadných kalov obsahujúcich chróm, ktorého podstata spočíva v tom, že kaly sa extrahujú vodným roztokom obsahujúcim 1,5 až 30 % hmotnostných kyseliny sírovej pri teplote 20 až 90 °C po dobu 5 až 30 minút, potom sa extrahovaný roztok oddelí od nerozpustného zvyšku kalu a získa sa kyslý roztok chromitých solí, ktorý sa ďalej upravuje až do koncentrácie chromitej soli 30 až 150 g kyslíčnika chromitého na liter s bázicitou 20 až 50 °Sch.

Extrakcia je usporiadaná do trojstupňového protiprúdového systému, kde v prvom extrakčnom stupni prichádza do styku čerstvý chromitý kal s kyslým roztokom získaným zmiešaním kyseliny sírovej a prácej vody oddelenej z druhého extrakčného stupňa, pričom táto práca voda vznikne vypraním kalu odpadajúceho v 1. extrakčnom stupni pracou vodou získanou v treťom extrakčnom stupni, v ktorom kal odpadajúci v druhom extrakčnom stupni sa premyje vodou a odpadá ako odchrómovaný kal.

Na pripojenom obrázku je znázornená schéma trojstupňovej protiprúdovej extrakcie chrómu z odpadných kalov podľa príkladu 2.

Príklad 1

227 135

Odpadný chromitý kal /sušina 37 %, popol 61 % na sušinu, obsah Cr_2O_3 13 % na sušinu/ sa zriedi vodou v pomere 1 : 1 a pridá sa 96 %-ná H_2SO_4 v množstve 0,28 kg na kg kalu. Zmes sa zahreje do varu a nechá sa ochladiť. Po ochladení sa oddelí extrahovaný roztok, ktorý má koncentráciu 28 g Cr_2O_3 /l a obsahuje 32 g voľnej H_2SO_4 /100 %-nej/ na liter roztoku. Na 900 l tohoto roztoku sa dávkuje 56 kg $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, súčasne sa zmes zahreje na 90 °C a po rozpustení dvojchrómanu sa prevedie jeho redukcia prídavkom sacharózy v množstve 11,2 kg. Po ochladení sa brečka doriedi do 1 000 l. Koncentrácia brečky je 55 g Cr_2O_3 /l, bázicita 45 °Sch.

Príklad 2

Získa sa extrahovaný roztok chrómanu podľa postupu na prípojenom obrázku. K odpadnému chromitého kalu /sušina 29 %, popol 53 % na sušinu, obsah Cr_2O_3 9,4 % na sušinu/ sa pridá 96 %-ná H_2SO_4 v množstve 0,15 kg na kg kalu a rovnaký objem roztoku po druhej separácii / R_2 /. Zmes sa zahreje do varu. Po separácii roztoku R_1 sa zostávajúci kal / Z_2 / zriedi roztokom po tretej separácii / R_3 /. Z tejto zmesi sa pri druhej separácii oddelí roztok R_2 , zostávajúci kal / Z_3 / sa zriedi vodou. Konečne po tretej separácii sa oddelí roztok R_3 , pričom zostane vyextrahovaný kal Z_4 . Roztoky R_2 a R_3 sa vracajú do predchádzajúcich stupňov extrakcie. Roztok R_1 je výsledný extrahovaný roztok chrómu. Má koncentráciu 32 g Cr_2O_3 /l a obsahuje 37 g voľnej H_2SO_4 /100 %-nej/ na liter roztoku. Na 900 l tohoto roztoku sa dávkuje 74,5 kg $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, súčasne sa zmes zahreje na 90 °C a po rozpustení dvojchrómanu sa prevedie jeho postupná redukcia prídavkom sacharózy v množstve 15 kg. Po ochladení sa brečka doriedi na 1 000 litrov. Koncentrácia chrómu je 67 g Cr_2O_3 /l, bázicita 45 °Sch.

Príklad 3

227 135

Na 700 l extrahovaného roztoku z príkladu 2 sa dávkuje 192 kg $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$. Po rozpustení dvojchrómanu sa pridá 164,5 kg 96 %-nej H_2SO_4 . Zmes sa zahreje na 90°C a prevedie sa redukciou dvojchrómanu sacharózy v množstve 38,4 kg. Po ochladení sa brečka doriedi do 1 000 litorv. Koncentrácia chrómu v brečke je 150 g $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{l}$, bázicita 45°Sch .

Príklad 4

K extrahovanému roztoku z príkladu 2 sa pridá síran chromito-draselný v množstve 0,6 kg na liter roztoku a rozvarí sa priamou parou. Takto vzniknutý roztok sa bázifikuje prídavkom pevného Na_2CO_3 až do dosiahnutia bázicity 35°Sch . Koncentrácia brečky sa upraví na 100 g $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{l}$.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

227 135

1. Spôsob prípravy činiacich roztokov z odpadných kalov obsahujúcich chróm vyznačujúci sa tým, že kaly sa extrahujú vodným roztokom obsahujúcim 1,5 až 30 % hmotnostných kyseliny sírovej pri teplote 20 až 90 °C po dobu 5 až 30 minút, potom sa extrahovaný roztok oddelí od nerozpustného zvyšku kalu a získa sa kyslý roztok chromitých solí, ktorý sa ďalej upravuje až do koncentrácie chromitej soli 30 až 150 g kyslíčnika chromitého na liter s bážicitou 20 až 50 °Sch.
2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že extrakcia je usporiadaná do trojstupňového protiprúdového systému, kde v prvom extrakčnom stupni prichádza do styku čerstvý chromitý kal s kyslým roztokom získaným zmiešaním kyseliny sírovej a prácej vody oddelenej z druhého extrakčného stupňa, pričom táto prácia voda vznikne vypraním kalu odpadajúceho v prvom extrakčnom stupni, pracou vodou, získanou v treťom extrakčnom stupni, v ktorom kal, odpadajúci v druhom extrakčnom stupni, sa premyje vodou a odpadá ako odchromovaný kal.

1 výkres

