

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 93 371

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 21.06.75 (P. 181456)

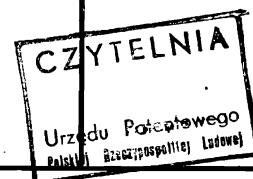
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 22.05.76

Opis patentowy opublikowano: 31.08.1978

MKP C01g 49/14

Int. Cl.² C01G 49/14



Twórcy wynalazku: Jerzy Czerniec, Tadeusz Hatalak, Józef Wiatrek

Uprawniony z patentu: Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego,
Gliwice (Polska)

Sposób otrzymywania siarczanu żelazawego o wysokim stopniu czystości z kąpeli trawiących

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania siarczanu żelazawego o wysokim stopniu czystości z kąpeli trawiących dla potrzeb analitycznych oraz przemysłu farmaceutycznego z roztworów kąpeli potrąbiennych w hutniczych warunkach technologicznych.

Znana i powszechnie stosowana metoda otrzymywania siarczanu żelazawego o wysokim stopniu czystości polega na prowadzeniu reakcji roztrawiania metalicznego żelaza w roztworze kwasu siarkowego na gorąco. Po zakończeniu reakcji i ochłodzeniu roztworu wykrystalizowuje siarczan żelazawy. Otrzymane kryształy przemywa się niewielką ilością zimnej wody, alkoholu, a następnie suszy w temperaturze 303 K, najczęściej pod zmniejszonym ciśnieniem.

Inne sposoby otrzymywania siarczanu żelazawego na skalę przemysłową na przykład na drodze prażenia pirytu w strumieniu powietrza, wymagają również oczyszczania przez rekrytalizację z użyciem alkoholu.

Dotychczas w trakcie regeneracji kąpeli otrzymywano preparat, który ze względu na występujące w nim zanieczyszczenia posiada zastosowanie do produkcji pigmentów oraz mas do odsiarczania gazu. Oczyszczanie preparatu technicznego do wyższego stopnia czystości nie jest praktykowane.

Sposób według wynalazku polega na tym, że roztwór potrąbienny, którym jest wodny roztwór kwasu siarkowego o stężeniu 4% i zawartości siarczanu żelazawego 300–350 g/dm³ posiadający temperaturę 333 K poddaje się procesowi krystalizacji w krystalizatorze cyklonowym. W tym celu roztwór przepływa przez krystalizator pod ciśnieniem 4 atm będąc równocześnie schładzany do temperatury 283 K. Następuje wykrystalizowanie 50% zawartego w roztworze siarczanu żelazawego w postaci jego soli siedmiowodnej. Jest to optymalna wydajność krystalizacji dla uzyskania preparatu o wysokim stopniu czystości, bowiem zanieczyszczenia obecne w roztworze w niewielkim stopniu ulegają współstrącaniu.

Wytrącony z roztworu drobnokrystaliczny siarczan żelazawy siedmiowodny oddziela się na wirówce. W trakcie odwirowywania preparat myje się zimną wodą demineralizowaną, a następnie podczas swobodnego opadania suszy strumieniem powietrza. Tak otrzymany preparat jest drobnokrystaliczny o barwie seledynowej.

Topi się w temperaturze 337 K. Jest odporny na utleniające działanie powietrza atmosferycznego przez okres 100 godzin, dzięki czemu nie wymaga dodatków stabilizujących i przeciwdziałających temu zjawisku.

P r z y k ł a d. Techniczny kwas siarkowy o gęstości $1,835 \text{ kg/dm}^3$ rozcieńcza się do stężonego 23–25% wodą uzdatnioną do celów przemysłowych. Objętość wyjściowa roztworu trawiącego wynosi 12 m^3 . W roztworze tym trawi się wyroby hutnicze (rury) podnosząc temperaturę roztworu do 338 K w miarę spadku stężenia kwasu siarkowego.

Proces trawienia prowadzi się do momentu przekroczenia jednego z następujących parametrów: spadku stężenia kwasu siarkowego do 4%, lub przekroczenia stężenia 350 g/dm^3 siarczanu żelazawego. Po przekroczeniu jednego z wymienionych parametrów roztwór przepompowuje się do stacji regeneracji, w której następuje krystalizacja w przypływie. Roztwór przepływa przez dyszę $\phi 3,5 \text{ mm}$ pod ciśnieniem 4 atm i ulega równocześnie ochłodzeniu do temperatury 283 K.

Wytrąca się drobnokrystaliczny $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, który odwirowuje się i myje równocześnie zimną wodą demineralizowaną, a następnie suszy w trakcie swobodnego opadania z wysokości 2,5 m strumieniem powietrza o temperaturze 323 K.

Roztwór pofiltracyjny po uzupełnieniu kwasu siarkowego zawraca się do wytrawialni.

Otrzymano 3,9 tony produktu o następującym składzie chemicznym:

Zawartość	%
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	98
Substancje nierozp. w H_2O	0,005
pH 5% roztworu	3,6
Chlorków (Cl)	0,001
Miedzi (Cu)	0,002
Cynku (Zn)	0,005
Arsenu (As)	0,00005
Metali alkalicznych (jako SO_4^{2-})	0,05
Manganu (Mn)	0,025
Żelaza (Fe^{3+})	0,05

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania siarczanu żelazawego o wysokim stopniu czystości z kąpieli trawiących, **z n a m i e n n y t y m**, że roztwór potrawienny poddaje się krystalizacji w krystalizatorze cyklonowym pod ciśnieniem 4 atm i równocześnie chłodzi do temperatury 283 K, a następnie odseparowuje się przez odwirowanie i równocześnie myje zimną wodą demineralizowaną, po czym podczas swobodnego opadania suszy się strumieniem powietrza o temperaturze 323 K.