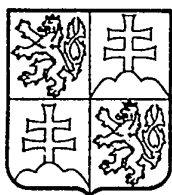


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

274 470

(11)

(13) B2

(51) Int. Cl.
C 01 B 21/46,
C 01 B 7/19

(21) PV 4208-88.I
(22) Přihlášeno 16 06 88
(30) Právo přednosti od 16 06 87 AT
(A 1534/87/

(40) Zveřejněno 12 09 90
(45) Vydáno 30 09 92

(72) Autor vynálezu

KARNER WILHELM dr., EICHGRABEN,
KRIVANEC HEINZ dr.,
HORN JUANITO, Vídeň,
WURMBAUER DIETER dipl. ing., MÖDLING (AT)

(73) Majitel patentu

MASCHINENFABRIK ANDRITZ ACTIENGESellschaft,
GRAZ (AT)

(54)

Způsob získávání nebo zpětného získávání kyselin
z jejich roztoků, obsahujících kovy

(57) Řešení spočívá v tom, že se roztoky,
vznikající při leptání, chemickém opraco-
vávání a podobně nerezových ocelí, spe-
ciálních slitin a speciálních kovů a
rozpuštěním těchto kovů k získání, popří-
padě zpětnému získání kyseliny dusičné
nebo směsi kyseliny dusičné a fluorovo-
díkové rozprašují při teplotě 200 až
500 °C v reaktoru 1 a následnou absorpci
nebo kondenzací vznikajících plynů v prv-
ní koloně a ve druhé koloně při teplotě
0 až 70 °C.

Vynález se týká způsobu získávání nebo zpětného získávání kyselin z jejich roztoků, obsahujících kovy rozprašováním těchto roztoků s následnou absorpcí a/nebo kondensací takto vzniklých plynů, přičemž vznikající pevné látky se odvádějí.

Vynález se týká zejména způsobu a zařízení pro zpětné získávání nebo získávání kyseliny dusičné nebo směsi kyseliny dusičné a kyseliny fluorovodíkové z roztoků, které obsahují další složky, zejména kationty, například ionty železa, chromu, niklu, titanu, zirkonu nebo hliníku. Tyto roztoky se získávají při povrchovém zpracování, například moření, leptání nebo chemickém opracovávání ocelí, nerezových ocelí, například ocelí s obsahem chromu nebo chromu a niklu, speciálních slitin, například slitin na bázi niklu a speciálních kovů, například titanu, zirkonu nebo tantalu, jakož i při rozpuštění těchto kovů nebo jejich sloučenin v průběhu metalurgických postupů. Tyto roztoky potom obsahují ionty svrchu uvedených kovů a také další složky uvedených slitin, popřípadě nečistoty. Tyto roztoky je nutno po dosažení určitého obsahu kovu v závislosti na zpracovávané slitině, obvykle po dosažení 20 až 60 g kovu na litr odložit. Tyto roztoky se potom obvykle neutralizují. Tímto způsobem vzniká velké množství kalů a mimoto vzniká velký problém znečištění životního prostředí, protože odpadní vody obsahují velké množství dusičnanů. Z tohoto důvodu by bylo zapotřebí navrhnout postupy, u kterých by odpadní vody tyto látky neobsahovaly. Dále si postup vyžaduje také velké množství kyselin a dalších pomocných látek, které se spotřebovávají při neutralizaci.

V průběhu posledních let byla v literatuře popsána celá řada postupů, kterými je možno alespoň částečně získat zpět svrchu uvedenou chemickou látku.

Nevýhodou všech těchto postupů je skutečnost, že je obvykle uvedeným způsobem možno zpracovat pouze určité odpadní vody, to znamená například roztok železa, chromu a niklu ve směsi kyseliny fluorovodíkové a dusičné tak, jak tyto roztoky vznikají při zpracování nerezových ocelí. Jiné roztoky však vyžadují opět jiný postup. Jiné kovy, obsažené v odpadní vodě opět vytvářejí neutralizační kal, takže tímto způsobem není možno odstranit problémy, spojené se znečištěním životního prostředí.

Obecně je možno svrchu uvedené postupy rozdělit do následujících skupin:

1. Destilační postupy

Při provádění těchto postupů se k odpadnímu roztoku po leptání přidá kyselina sírová a těkavé kyseliny dusičná a fluorovodíková se oddestilují. Kovy se vysráží ve formě směsi sulfátů, kterou je zapotřebí dále zpracovávat. Jeden z těchto postupů užívá k vysrážení železa způsobu, při kterém se železo sráží jako jerosit a nikl se odstraňuje ve formě hydroxidu. Tyto postupy jsou pracovně velmi nákladné, protože je zapotřebí užít větší počet odpařovacích, krystalizačních a filtračních stupňů,

mimoto se spotřebuje velké množství chemických látek. Postup není možno užít pro roztoky, které obsahují titan, protože síran titanu velmi nesnadno krystalizuje.

2. Krystalizační postupy

Při těchto postupech se roztok odpařuje ve zvláštním odpařovači, vyhříváném elektrickým proudem, po zchlazení se potom tvoří krystaly fluoridu železa, které se oddělí filtrací. Filtrát představuje zdroj kyseliny, který je možno získat zpět, další podíl kyseliny je možno získat zpět tepelným rozkladem krystalů fluoridu v otáčející se trubkové peci ve formě kyseliny fluorovodíkové.

Při tomto postupu je možno získat zpět téměř veškeré množství kyseliny fluorovodíkové a dusičné, je možno získat i čistou kyselinu fluorovodíkovou po oddělení primárních krystalů fluoridu železitého, není však možno získat čistou kyselinu dusičnou. Při krystalizačním stupni nedochází k vyloučení všech kationtů v roztoku ve stejné míře, ale přednostně se sráží železo. To znamená, že může dojít v oběhu ke zvyšujícímu se množství vedlejších prvků, například chromu a niklu. Tento postup je možno užít i ke zpracování jiných roztoků, například těch, které obsahují směs železa, chromu a niklu, není však možno jej použít na roztoky, které obsahují titan. S výhodou je možno jej použít pro roztoky s obsahem zirkonu.

3. Extrakční postup

Při tomto postupu je nutno užít celé řady stupňů, a to:

- extrakce železa (diethylhexylfosfátem v parafinu),
- zpětného získání extrakčního prostředku po přidání hydrogenfluoridu anonného,
- krystalizace $(\text{NH}_4)_3\text{FeF}_6$,
- rozklad této látky při teplotě 500 °C,
- kalcinace produktu při teplotě 800 °C,
- extrakce kyseliny (tributylfosfátem v parafinu),
- neutralizace zbývajícího roztoku.

Mimoto, že provádění tohoto postupu je velmi komplikované, přetrvává při jeho provádění také nebezpečí znečištění odpadních vod extrakčním prostředkem a také nebezpečí požáru vzhledem k použití hořlavých rozpouštědel. Postup byl popsán výlučně pouze pro roztoky s obsahem železa, chromu a niklu, roztoky s obsahem titenu nebo jiných kovů nelze tímto způsobem zpracovávat.

4. Postupy s použitím iontoměničů

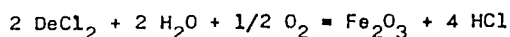
Při tomto postupu se volné kyseliny (avšak nikoliv podíl, vázaný na kov) podrobí adsorpci na iontoměničovou pryskyřici a potom se získávají zpět vymýváním prysky-

řice vodou. Kovy zůstávají v roztoku ve formě svých solí, které je zapotřebí neutralizovat. Nejde o čistě regenerační postup, ale pouze o zlepšení částečně použitého roztoku. Podíly kovů, které je zapotřebí neutralizovat jsou stejně vysoké jako při prosté neutralizaci.

5. Dialyzační postupy

V tomto případě jde buď o čistou dialýzu difuzí, nebo o dialýzu při použití elektrického proudu. Při dialýze difuzí dochází stejně jako při použití iontoměničů pouze k oddělení volné kyseliny od kovové soli, takže zůstávají v zásadě stejné problémy. Při elektrodialýze se nejprve roztok neutralizuje hydroxidem draselným a takto získaný neutrální roztok dusičnanu draselného a fluoridu draselného se rozkládá při použití speciální membrány na kyselinu a hydroxid draselný při použití elektrického proudu. Tímto způsobem je možno získat zpět vysoké množství kyseliny, dochází však k vysoké spotřebě elektrického proudu a mimoto dochází ke snadnému poškození použité membrány.

K úplnému zpětnému získání kyseliny chlorovodíkové, která se užívá k moření uhlíkaté oceli se již dlouho užívá sušení rozprašováním. Postup se provádí tak, že se použitý roztok rozstřikuje v reaktoru, kde se dostává do styku s horkými plyny, které vznikají v hořáku, zasahujícím do reaktoru. Tímto způsobem dochází k úplnému rozkladu roztoku podle následujícího vztahu:



Obsah kovu z roztoku se sráží ve formě oxidu kovu a vznikající plyný chlorovodík se znovu absorbuje ve vodě na kyselinu chlorovodíkovou. Po svrchu uvedený rozklad je zapotřebí dosáhnout v reaktoru teploty v rozmezí 500 až 1 000 °C.

Tyto a podobné postupy byly až dosud používány při zpětném získávání kyseliny chlorovodíkové z odpadních roztoků. Proti použití tohoto postupu pro zpětné získávání jiných kyselin, například kyseliny chlorovodíkové nebo kyseliny dusičné mluví skutečnost, že při svrchu uvedeném teplotním rozmezí dochází k silnému rozkladu kyseliny dusičné na oxid dusnatý, který se jen velmi těžko absorbuje. Při použitých teplotách vznikaly také obavy z problémů, vznikajících korozií.

Vynález si klade za úkol navrhnout způsob získávání nebo zpětného získávání kyseliny dusičné nebo směsi kyseliny dusičné a kyseliny fluorovodíkové z roztoků, které obsahují zejména kovové soli těchto kyselin při překonání obtíží, které vznikají při použití sušení rozprašováním a při absorpci odpadních plynů, vznikajících při provádění tohoto postupu.

Bylo neočekávaně zjištěno, že roztoky, které obsahují kovové ionty a kyselinu dusičnou nebo směs kyseliny dusičné a kyseliny fluorovodíkové je možno rozkládat při

podstatně nižších teplotách, než jsou použité teploty při svrchu uvedeném postupu pro zpětné získávání kyseliny chlorovodíkové. Způsob podle vynálezu se vyznačuje tím, že pro získávání nebo zpětné získávání kyseliny dusičné nebo směsi kyseliny dusičné a kyseliny fluorovodíkové z roztoku těchto kyselin, které mimoto obsahují kationty, například kationty železa, chromu, niklu, titanu, zirkonu nebo hliníku se tyto roztoky rozprašují při teplotě 200 až 500 °C, s výhodou při teplotě 300 až 400 °C a takto vzniklé plyny se absorbují ve vodném roztoku při teplotě 0 až 70 °C a/nebo se kondenzují.

Při provádění způsobu podle vynálezu se absorpce a kondenzace provádí ve dvou stupních, přičemž v prvním stupni se absorpce a kondenzace provádí při teplotě 20 až 70 °C, s výhodou při teplotě 50 až 60 °C a ve druhém stupni při teplotě 0 až 40 °C, s výhodou 20 až 30 °C.

Při výhodném provedení způsobu podle vynálezu je možno plyny, vznikající při sušení rozprašováním použít k zahřátí roztoku.

Na rozdíl od svrchu uvedených postupů, které byly vyvinuty pro zpětné získání kyseliny fluorovodíkové a dusičné, je možno novým způsobem podle vynálezu zpracovávat roztoky libovolného složení, tj. roztoky, které obsahují libovolnou kombinaci kationtů, například železa, chromu, niklu, titanu, zirkonu, hliníku a další, i roztoky, které obsahují buď pouze kyselinu fluorovodíkovou, nebo pouze kyselinu dusičnou nebo směs těchto kyselin.

Kovy, obsažené v těchto roztocích se srážejí ve formě suchých oxidů kovů nebo ve formě kovových solí, které je možno znovu použít jako takové nebo které je možno dále zpracovávat v přídatných stupních na cenné produkty, například na práškované kovy nebo také bez problémů ukládat jako odpadní materiály.

V reaktoru při tepelném rozkladu dochází k následujícím chemickým a fyzikálním reakcím:

1. $\text{H}_2\text{O}(l) = \text{H}_2\text{O}(g)$; odpaření vody
2. $\text{HNO}_3(aq) = \text{HNO}_3(g)$; odpaření kyseliny dusičné
3. $\text{HF}(aq) = \text{HF}(g)$; odpaření kyseliny fluorovodíkové
4. $2\text{HNO}_3(g) = \text{NO}_2(g) + \text{NO}(g) + \text{H}_2\text{O}(g) + \text{O}_2(g)$; rozklad kyseliny dusičné
- 4a. $4\text{HNO}_3(g) = 3\text{NO}_2(g) + \text{NO}(g) + 2\text{H}_2\text{O}(g) + 1,5 \text{O}_2(g)$; rozklad kyseliny dusičné
5. $2\text{NO}_2(g) = 2 \text{NO}(g) + \text{O}_2(g)$; rozklad oxidu dusičitého
6. $\text{MeF}_2(aq) + \text{H}_2\text{O}(g) = \text{MeO}(s) + 2\text{HF}(g)$; rozklad fluoridu kovu
7. $\text{Me}(\text{NO}_3)_2 + \text{H}_2\text{O}(g) = \text{MeO}(s) + 2\text{HNO}_3(g)$; rozklad dusičnanu kovu.

Reakce 6 a 7 jsou uvedeny pouze jako příklad při použití dvojsytného kationtu kovu, při použití jiných kovů nebo při tvorbě komplexů s obsahem určitého náboje nebo s obsahem kyslíku se tyto rovnice odpovídajícím způsobem mění.

Oxidy kovů, které vznikají podle vztahů 6 a 7 se s největší částí hromadí na dně reaktoru a je možno je odtud kontinuálně odvádět příslušným zařízením. Tyto látky jsou také z části strhovány proudem odpadního plynu a potom oddělovány v zařazeném odlučovači prachu. Proud odpadního plynu se potom přivádí do absorpčního a kondenzačního zařízení. V případě, že zpracovávaný roztok obsahuje jako kyselinu pouze kyselinu fluorovodíkovou nebo například směs kyseliny fluorovodíkové a chlorovodíkové, může sestávat absorpční a kondenzační zařízení pouze z jediné kolony. V případě, že roztok obsahuje kyselinu dusičnou, je zapotřebí použít alespoň dvě kolony. Do kolon se přivádí obíhající absorpční roztok, který se ve výměnících tepla zchladí na určitou teplotu. Volbou absorpční a kondenzační teploty je možno ovlivnit koncentraci kyseliny, jak bude dále uvedeno.

Vynález bude osvětlen v souvislosti s připojenými výkresy, kde na obr. 1 je znázorněno blokové schéma zařízení pro zpětné získání kyseliny, na obr. 2 je znázorněn detail blokového schématu z obr. 1 a na obr. 3 až 5 jsou znázorněny diagramy, osvětluující způsob podle vynálezu.

Na obr. 1 je znázorněn reaktor, ke kterému je dávkovacím čerpadlem 2 přiváděn roztok, určený ke zpracování, obsahující kovy, přes vstupní trysku 3. Reaktor 1 je zahříván například acetylenovým hořákem 4, který zasahuje do reaktoru 1 v blízkosti jeho dna. Na dně reaktoru 1 se nechází zařízení 5 pro kontinuální odvádění vznikajících pevných materiálů. Z hlavy reaktoru 1 se odvádějí horké odpadní plyny, které se potom vedou do odlučovače 6 prachu, ve kterém dochází k oddělení zbývajících pevných materiálů. Potom se odvádějí odpadní plyny do absorpčního a kondenzačního zařízení, které je tvořeno například dvěma za sebou zařazenými kolonami, a to první kolonou 7 a druhou kolonou 8. Absorpční kapalina, například voda, se odvádí ze dna první kolony 7 a druhé kolony 8 pomocí čerpadel 9, 10 a potom se vede přes výměníky tepla 11, 12 zpět do hlavy první kolony 7 a druhé kolony 8. Výměníky tepla 11, 12 mohou být chlazeny například vodou. Potom se odpadní plyny vedou z druhé kolony 8 ještě přes dva za sebou zařazené absorbéry (prací zařízení) 13, 14, potom jsou ze druhého pracovního zařízení 14 odsávány ven z celého zařízení výfukem 15.

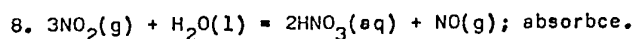
V případě varianty, znázorněné na obr. 2 se roztok, určený pro zpracování přivádí do výměníku 16 tepla, předehříváného horkými odpadními plyny, vycházejícími z reaktoru 1, čímž dochází k úspoře energie.

Jak již bylo uvedeno, je možno volbou absorpční nebo kondenzační teploty ovlivnit

koncentraci kyseliny v první koloně 7 a ve druhé koloně 8. V diagramech, znázorněných na obr. 3 až 5 je prokázáno, jaké možnosti variace vznikají například v případě, že se druhá kolona 8 trvale udržuje na teplotě 20 °C, zatímco teplota v první koloně 7 se mění v rozmezí od 40 do 60 °C. Je zřejmé, že je tímto způsobem možno dosáhnout, aby v první koloně 7 se nacházela směs kyseliny fluorovodíkové a dusičné, kdežto druhá kolona 8 aby obsahovala kyselinu dusičnou jen s velmi malým obsahem kyseliny fluorovodíkové. To je velmi důležité v souvislosti s povrchovým zpracováním kovů, protože některé postupy je možno provádět při použití směsi kyseliny fluorovodíkové a dusičné, kdežto jiné postupy se provádějí pouze s použitím kyseliny dusičné.

Obr. 3 znázorňuje souvislost mezi celkovým objemem procházejícího roztoku a teplotou. Na vodorovné ose je znázorněna teplota v první koloně 7 ve stupních Celsia, na svislé ose je nanesena koncentrace kyseliny dusičné v procentech. Je zřejmé, že kyselina fluorovodíková je obsažena převážně v první koloně solí (95 %), zatímco ve druhé koloně 8 pouze v množství 4 %, zbytek je obsažen ve formě oxidu, přičemž obsah fluoru v oxidu je 0,2 až 0,02 %.

Kyselinu dusičnou je nutno získat zpět absorbcí nitrosových plynů. Nejprve se mění následující reakcí na kyselinu dusičnou pouze podíl, tvořený oxidem dusičitým podle následující reakce:



Oxid dusnatý, primárně obsažený v plynné směsi a také jeho podíl, vznikající při svrchu uvedené reakci 8, je zapotřebí podrobit další absorpci a oxidovat podle následující reakce:



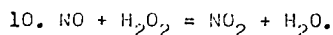
Reakce 8 a 9 jsou v literatuře mnohokrát popsány, tvoří základ výroby kyseliny dusičné a spadají proto do známého stavu.

Je zřejmé, že při rozkladu roztoku s obsahem kovů v reaktoru po jejich změně na plyny vzniká takový poměr NO_2/NO , který umožňuje v první koloně 7 získat přibližně 33 % původně použité kyseliny dusičné. To odpovídá 50% oxidačnímu stupni těchto plynů podle svrchu uvedené reakce 4.

Mezi první kolonou 7 a druhou kolonou 8 může být zařazena oxidační věž, která na obr. 1 není znázorněna a kterou je možno dosáhnout dostatečného oxidačního stupně k tomu, aby ve druhé koloně 8 bylo možno zajistit přibližně 40% absorpci použité kyseliny dusičné. Mimoto je možno přidáním oxidačního činidla, například peroxidu vodíku dosáhnout zvýšení výtěžku kyseliny dusičné podle reakce 10. Toto přidávání je možno

uskutečnit v první koloně 7 nebo ve druhé koloně 8 nebo také v odděleném pracím zařízení. Je možno užít také kombinaci uvedených možností.

Dochází k následující reakci:



Praktické provedení způsobu podle vynálezu bude osvětleno v následujících příkladech:

P ř í k l a d 1

V tomto příkladu se zpracovává roztok, který se získává při moření nerezové oceli působením směsi kyseliny dusičné a kyseliny fluorovodíkové. Do reaktoru se v průběhu 5,5 hodiny přivede rozstříkáváním celkem 16,36 litrů roztoku s následujícím složením:

HNO ₃	318,0 g/l
HF	35,8 g/l
Fe	36,3 g/l
Cr	19,8 g/l
Ni	25,2 g/l.

Přivádění roztoku je zajištěno dávkovacím čerpadlem 2 přes přívodní trysku 3. Reaktor 1 je zahříván acetylenovým a kyslíkovým hořákem 4, který je uložen blízko jeho dna. Teplota nad spalovací zónou se pohybuje v rozmezí 390 až 470 °C, teplota odpadního plynu je 140 až 160 °C. Plyn ze zařízení je odsáván výfukem 14 v množství 12,5 m³/h. Odpadní plyny se vedou nejprve do odlučovače 5 a potom do dvou za sebou zařazených kolon, první kolony 7 a druhé kolony 8, které jsou vyplněny prstenci typu Pall. Pomocí oběhových čerpadel 9 a 10 se do první kolony 7 a do druhé kolony 8 přivádí absorpční roztok. Teplota obíhajícího roztoku se udržuje na požadované hodnotě pomocí výměníků 11 a 12 tepla. Teplota je 50 °C v první koloně 7 a 22 °C ve druhé koloně 8. Absorpčním roztokem je na začátku pokusu voda, s přibývajícím časem stoupá obsah kyseliny v roztoku. Plyn se potom ještě vede do dvou za sebou zařazených absorberů 13 a 14. Na konci pokusu byly odebrány vzorky z první kolony 7, z druhé kolony 8 a absorberů 13, 14 a tyto vzorky byly analyzovány na obsah kyseliny dusičné a kyseliny fluorovodíkové. V průběhu trvání pokusu byly stanoveny obsahy oxidů dusíku a obsah fluorovodíku v odpadních plynech. Z výsledku této analýzy a ze známého objemu jednotlivých částí celého zařízení bylo možno sestavit výslednou bilanci. Vznikající oxid z reaktoru 1 a z odlučovače 5 byl spojen, zvážen a analyzován. Z celkového množství kyseliny dusičné bylo možno na konci pokusu nalézt v jednotlivých částech následující podíly této látky:

33,0 % v první koloně 7, popřípadě v přepadu první kolony 7,
 43,2 % ve druhé koloně 8, popřípadě v přepadu druhé kolony 8,
 7,2 % v prvním absorbéru 13,
 3,0 % ve druhém absorbéru 14,
 11,5 % v odpadním plynu,
 0 % v oxidu,
 97,9 % celkem.

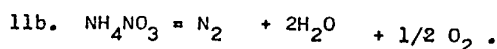
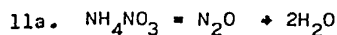
Z celkového množství kyseliny fluorovodíkové bylo možno na konci pokusu nalézt v jednotlivých částech zařízení následující podíly této látky:

86,0 % v první koloně 7, popřípadě v přepadu první kolony 7,
 8,6 % ve druhé koloně 8, popřípadě v přepadu druhé kolony 8,
 1,9 % v prvním absorbéru 13,
 0 % ve druhém absorbéru 14,
 0 % v odpadním plynu,
 1,3 % v oxidu,
 98,8 % celkem.

Odchytky od 100 % vznikly nepřesností analýzy.

P ř í k l a d 2

V tomto případě se zpracovává roztok, který vzniká při leptání nerezové oceli působením kyseliny dusičné a dusičnanu amonného. Pokus se provádí se stejným roztokem jako v příkladu 1, avšak za přidání dusičnanu amonného v množství 15 g/litr. Stejně jako v příkladu 1 se potom provádí celková bilance pokusu. Tím je možno prokázat, že přidání dusičnanu amonného nemá za následek žádné zvýšení množství dusičnanů v získané kyselině, nebylo také možno prokázat žádný amoniak. Tyto výsledky opravňují domněnku, že dusičnan amonný byl rozložen některou z následujících reakcí:



Tato skutečnost má značný význam, protože do uvedených roztoků se někdy přidává močovina $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$, aby bylo možno zabránit nežádoucí tvorbě oxidů dusíku při rozpuštění kovů. Tím dochází z části také ke tvorbě dusičnanu amonného, který se tak dostává s promývací vodou nebo při neutralizaci kyseliny do odpadních vod, kde se může vytvořit nepřipustně vysoká koncentrace amonných iontů. Jak ukazuje svrchu uvedený pokus, je možno dusičnan amonný způsobem podle vynálezu z oběhu odstranit a rozložit.

P ř í k l a d 3

V tomto příkladu se zpracovává roztok, vznikající při zpracování čistého titanu působením kyseliny dusičné a kyseliny fluorovodíkové. Stejně jako v příkladu 1 se přivádí v průběhu 9 hodin celkové množství 12,29 litrů roztoku s následujícím složením:

Ti	32,0 g/l
NH ₄ O ₃	132,4 g/l
HF	34,8 g/l
H ₂ SO ₄	5,0 g/l.

Teplota byla 390 °C na úrovni hořáku, 45 °C v první koloně 7 a 35 °C ve druhé koloně 8. Po ukončení pokusu byla provedena analýza stejným způsobem jako v příkladu 1. Z celkového množství kyseliny dusičné bylo možno nalézt v různých částech zařízení následující množství této látky:

33,0 % v první koloně 7, popřípadě v přepadu první kolony 7,
41,4 % ve druhé koloně 8, popřípadě v přepadu druhé kolony 8,
7,0 % v prvním adsorbéru 13,
3,0 % ve druhém adsorbéru 14,
14,5 % v odpadním plynu,
0 % v oxidu,
98,9 % celkem.

Z celkově přivedeného množství kyseliny fluorovodíkové je možno nalézt na konci pokusu v různých částech zařízení následující množství této látky:

98,5 % v první koloně 7, popřípadě v přepadu první kolony 7,
2,9 % ve druhé koloně 8, popřípadě v přepadu druhé kolony 8,
0 % v prvním adsorbéru 13,
0 % ve druhém adsorbéru 14,
0 % v odpadním plynu,
0 % v oxidu,
101,5 % celkem.

Z celkově přivedeného množství kyseliny sírové je možno nalézt na konci pokusu v různých částech zařízení následující množství této látky:

58,0 % v první koloně 7, popřípadě v přepadu první kolony 7,
42,0 % z oxidu,
100,0 % celkem.

P ř í k l a d 4

Zpracovává se roztok, vzniklý při zpracování čistého titanu působením kyseliny dusičné a kyseliny fluorovodíkové s přísadou peroxidu vodíku. Pokus se provádí se stejným roztokem jako v příkladu 3, avšak do druhé kolony 8 se přidá roztok peroxidu vodíku. Při výsledné bilanci je možno prokázat vyšší výtěžek kyseliny dusičné v této koloně a snížení obsahu oxidů dusíku v odpadním plynu.

Z celkového přivedeného množství kyseliny dusičné je možno prokázat v jednotlivých částech zařízení na konci pokusu následující množství této látky:

33,2 % v první koloně 7, popřípadě v přepadu první kolony 7,
46,5 % ve druhé koloně 8, popřípadě v přepadu druhé kolony 8,
8,2 % v prvním adsorbéru 13,
3,0 % ve druhém adsorbéru 14,
9,5 % v odpadním plynu,
0 % v oxidu,
100,4 % celkem.

Peroxid vodíku byl přidáván podle reakce 10 ve stechiometrickém množství vzhledem k oxidu dusnatému, přičemž tento oxid, nacházející se v odpadních plynech byl vzat za 100 %.

Z příkladů je zřejmé, že roztoky mohou obsahovat také jiné kyseliny, například kyselinu sírovou, chlorovodíkovou nebo fosforečnou a také jiné chemické sloučeniny, například amonné soli nebo organické látky.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

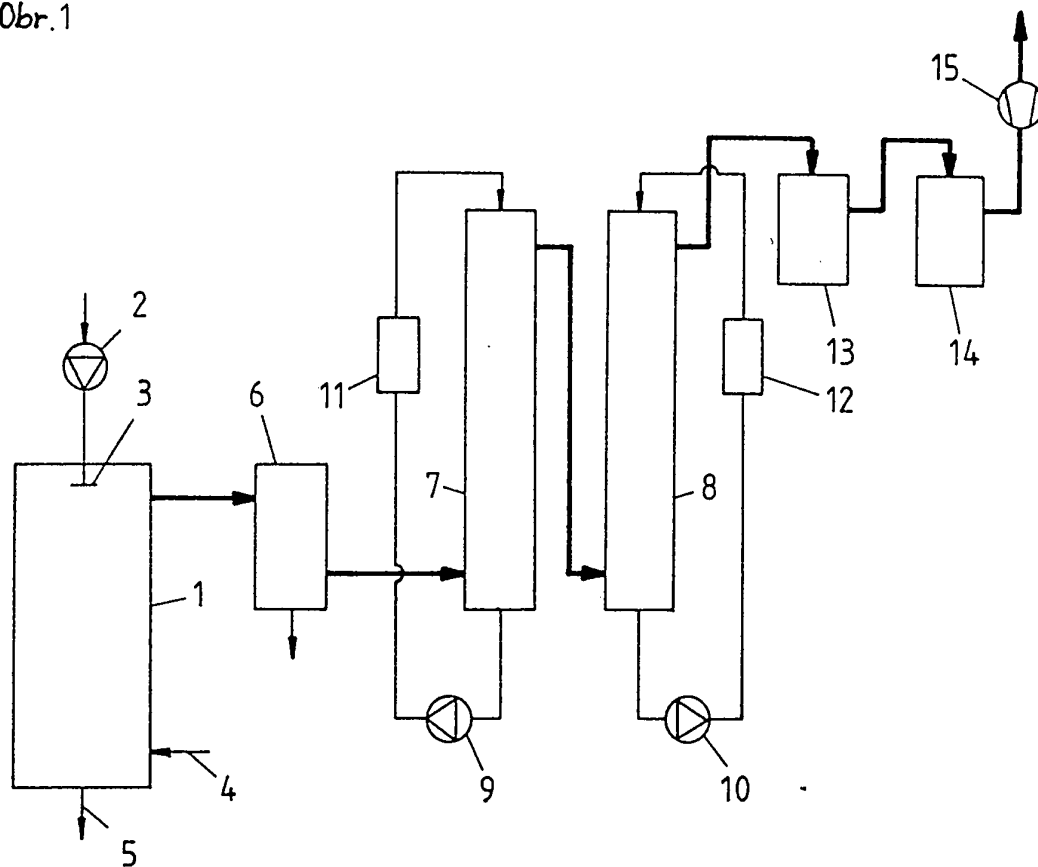
1. Způsob získávání nebo zpětného získávání kyselin z jejich roztoků, které obsahují zejména kovové soli, za sušení těchto roztoků rozprašováním s následnou absorpcí a/nebo kondenzací takto vznikajících plynů za současného odvádění vznikajících pevných látek, vyznačující se tím, že se k získání, popřípadě zpětnému získání kyseliny dusičné nebo směsi kyseliny dusičné a kyseliny fluorovodíkové z jejich roztoku, které obsahují zejména kationty železa, chromu, niklu, titanu, zirkonu a podobně tyto roztoky rozprašují při teplotě 200 až 500 °C, s výhodou 300 až 400 °C a takto vznikající plyny se adsorbují do vodného absorpčního roztoku při teplotě 0 až 70 °C a/nebo se kondenzují.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že absorpce i kondenzace probíhají ve dvou stupních, přičemž v prvním stupni probíhá absorpce a kondenzace při teplotě 20 až

70 °C, s výhodou 50 až 60 °C a ve druhém stupni při teplotě 0 až 40 °C, s výhodou 20 až 30 °C.

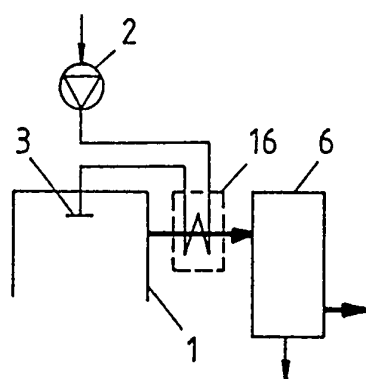
3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se při absorpci a kondenzaci přidává oxidační činidlo.
4. Způsob podle bodu 3, vyznačující se tím, že se jako oxidační činidlo při absorpci a kondenzaci použije peroxid vodíku.

2 výkresy

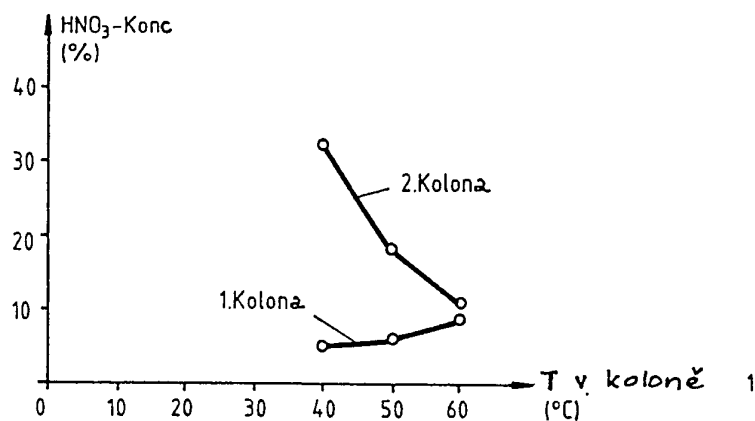
0br.1



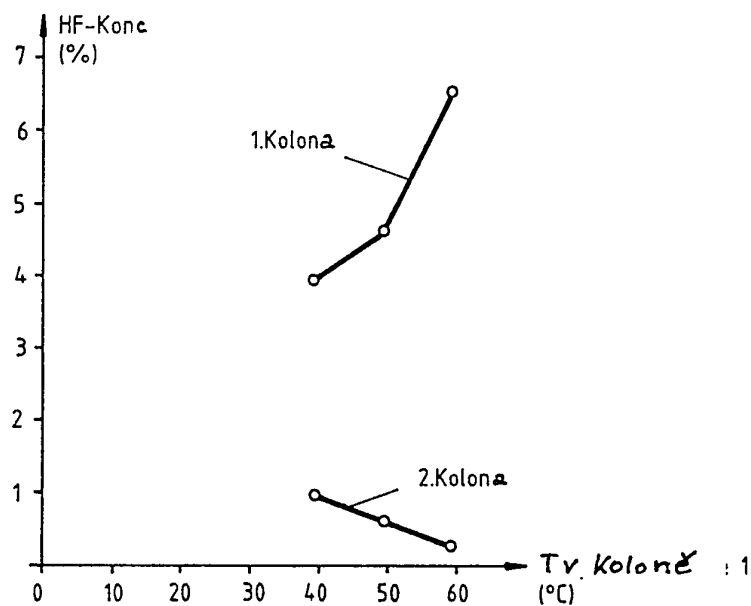
0br.2



Obr.3



Obr.4



Obr.5

