



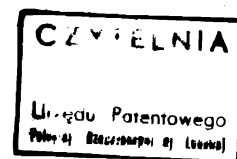
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 84 12 21 (P. 251229)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 86 07 01

Opis patentowy opublikowano: 88 10 31



Int. Cl.⁴
C01G 25/02
B01D 37/02

Twórca wynalazku: Bożenna Kawalec-Pietrenko

Uprawniony z patentu: Politechnika Gdańska, Gdańsk (Polska)

Sposób filtracji osadu uwodnionego tlenku cyrkonu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób filtracji osadu uwodnionego tlenku cyrkonu.

W technologii otrzymywania tlenku cyrkonu Zr(IV), bardzo ważnym, a jednocześnie następczącym wiele trudności etapem jest filtracja koloidalnego osadu tlenku cyrkonu Zr(IV). Osad uwodnionego tlenku cyrkonu ostatnio uzyskuje się w wyniku strącenia go z roztworu wodnego siarczanu cyrkonu za pomocą wodorotlenku sodu. Proces filtracji tak otrzymanej zawiesiny przebiega powoli a w miarę odmywania osadu za pomocą wody, szybkość filtracji maleje. Ponadto wilgotność wytworzonego placka filtracyjnego jest bardzo wysoka, zawartość suchej masy tlenku cyrkonu waha się w granicach od 6 do 9%.

Jedną z metod przyspieszania filtracji jest dodanie koagulantów na przykład poliakryloamidów. Zastosowanie koagulantów w procesie filtracji jest niekorzystne. Odmycie sodu ze skoagulowanego osadu jest niezwykle trudne. W technologii otrzymywania tlenku cyrkonu stawiane są bardzo wysokie wymagania, co do obecności sodu, którego stężenie nie powinno przekraczać 10% wagowo w stosunku do suchego tlenku cyrkonu. Dlatego stosuje się zwykle repulpację placka i ponowną jego filtrację.

Według wynalazku sposób filtracji osadu uwodnionego tlenku cyrkonu, otrzymanego w wyniku strącenia go z roztworu siarczanu cyrkonu za pomocą wodorotlenku sodu, z wykorzystaniem repul-

2

pacji placka przed kolejną filtracją, charakteryzuje się tym, że stosuje się kationową substancję powierzchniowo-czynną, korzystnie w postaci bromku cetylotrimetyloamoniowego albo chlorku benzylodimetyloheksadecyloamoniowego, którą dodaje się do roztworu siarczanu cyrkonu, w takiej ilości, aby jej stężenie wynosiło od 10^{-5} do 10^{-3} mola/dm³ mieszaniny reakcyjnej oraz repulpację placka filtracyjnego prowadzi się w roztworze wodnym kationowej substancji powierzchniowo-czynnej o stężeniu od 10^{-5} do 10^{-3} mola/dm³ przy stosunku objętościowym placka filtracyjnego do roztworu wodnego kationowej substancji powierzchniowo-czynnej 1:1, przy czym kationową substancję powierzchniowo-czynną stosuje się przy pH środowiska powyżej 6,7, korzystnie od 7 do 7,6.

Wyniki przebiegu procesu filtracji świeżo strąconego osadu „0” i po kolejnych odmyciach „I—IV” zamieszczono w tablicy. Dla porównania w kolumnach 2 i 3 podano wyniki filtracji świeżo strąconego osadu i odmytych osadów w wodzie destylowanej. W kolumnie 4 i 5 podano wyniki filtracji z dodatkiem chlorku benzylodimetyloheksadecyloamoniowego (BDHA-Cl). W kolumnie 6 i 7 podano wyniki filtracji z dodatkiem bromku cetylotrimetyloamoniowego (CTMA-Br). Na podstawie przedstawionych wyników badań widać, że na przykład 100 cm³ filtratu otrzymuje się po 48 sekundach od rozpoczęcia filtracji w obecności

substancji powierzchniowo-czynnej BDHA-Cl, zaś po 124 sekundach dla filtracji bez dodatku tej substancji. Dla filtracji osadu odmytego stosunek czasu potrzebnego dla uzyskania 100 cm³ filtratu bez BDHA-Cl do czasu potrzebnego na uzyskanie 100 cm³ filtratu w obecności BDHA-Cl wynosi: po I odmyciu 3,61, po II odmyciu 2,47, po III odmyciu 2,86, po IV odmyciu 2,98. Przy stosowaniu dodatku CTMA-Br na przykład 100 cm³ filtratu otrzymuje się po 87 sekundach od rozpoczęcia procesu filtracji, zaś po 124 sekundach dla filtracji bez CTMA-Br. Dla filtracji osadu odmytego stosunek czasu potrzebnego dla uzyskania 100 cm³ filtratu bez CTMA-Br do czasu potrzebnego na uzyskanie 100 cm³ w obecności CTMA-Br wynosi: po I odmyciu 1,15, po II odmyciu 1,43, po III odmyciu 1,05, po IV odmyciu 1,34.

Zaletą wynalazku jest znaczne przyspieszenie procesu filtracji w jego każdym etapie.

Przedmiot wynalazku jest bliżej określony w przykładach wykonania.

Przykład I. 800 cm³ roztworu o temperaturze 338 K, powstałego przez rozpuszczenie 71 g siarczanu cyrkonu w wodzie destylowanej miesza się z 306 mg chlorku benzylodimetyloheksadecylamoniowego BDHA-Cl, po czym powoli dodaje się wodny roztwór 10 molowego wodorotlenku sodowego do uzyskania pH = 7,2. Tak otrzymaną zawiesinę uwodnionego tlenku cyrkonu po upływie 15 minut od rozpoczęcia strącania poddaje się filtracji w temperaturze 338 K w warunkach podciśnienia $\Delta P = 0,028$ MPa. Objętość powstałego płacka wynosi około 150 cm³. Powstały płacek w celu odmycia poddaje się repulpacji w 150 cm³ roztworu wodnego 10⁻⁵ mola BDHA-Cl. Utworzoną zawiesinę poddaje się ponownej filtracji. Pro-

ces repulpacji i kolejnych filtracji powtarza się 4-krotnie. Ilość suchej masy tlenku cyrkonu (ZrO₂) w płacku filtracyjnym z zastosowaniem BDHA-Cl wynosi 16,6 wagowych bez BDHA-Cl wynosi 10,2% wagowych. Stężenie sodu w wysuszonym tlenku cyrkonu po odmyciu (IV) jest podobne i z zastosowaniem BDHA-Cl wynosi 145 mg Na/10 g ZrO₂, a bez BDHA-Cl 141 mg Na/10 g ZrO₂.

Przykład II. 800 cm³ roztworu o temperaturze 338 K, powstałego przez rozpuszczenie 71 g siarczanu cyrkonu w wodzie destylowanej miesza się 2,912 mg bromku cetylotrimetyloamoniowego (CTMA-Br), po czym powoli dodaje się wodny roztwór 20 molowego wodorotlenku sodowego aż do uzyskania pH 7,2. Tak otrzymaną zawiesinę uwodnionego tlenku cyrkonu po upływie 15 minut od rozpoczęcia strącania poddaje się filtracji w temperaturze 338 K w warunkach podciśnienia $\Delta P = 0,03$ MPa. Objętość powstałego płacka wynosi około 100 cm³. Powstały płacek w celu odmycia poddaje się repulpacji w 100 cm³ roztworu wodnego 10⁻⁵ mola CTMA-Br. Utworzoną zawiesinę filtruje się w wyżej wymienionych warunkach. Proces repulpacji i kolejnych filtracji powtarza się czterokrotnie. Ilość suchej masy tlenku cyrkonu w płacku filtracyjnym z zastosowaniem CTMA-Br wynosi 15,2% wagowych bez użycia CTMA-Br 10,2% wagowych. Stężenie sodu w rozpuszczonym tlenku cyrkonu (po IV odmyciu) jest podobne i wynosi 138 mg Na/10 g ZrO₂ z zastosowaniem CTMA-Br a bez CTMA-Br, to jest w wodzie 141 mg Na/10 g ZrO₂.

Wyniki badań filtracji osadów uwodnionego tlenku cyrkonu o stężeniu $C_{ZrO_2} = 30,82$ g/dm³

Tablica

Numer osadu	Woda		382,5 mg BDHA-Cl/dm ³		3,64 mg CTMA-Br/dm ³	
	τ , s	V, cm ³	τ , s	V, cm ³	τ , s	V, cm ³
1	2	3	4	5	6	7
osad „0”	16	20	7	20	12	20
	35	40	23	61	25	40
	60	60	34	80	41	60
	90	80	48	100	62	80
	124	100	59	112	87	100
	164	120			118	120
osad I	18	20	7	20	32	20
	46	40	15	40	58	40
	85	60	25	60	90	60
	135	80	37	80	126	80
	195	100	54	100	169	100
	269	120	72	120	216	120
	356	140			268	140
osad II	38	40	8	20	25	20
	75	60	17	40	49	40
	122	80	31	60	83	60
	180	100	46	80	124	80
	254	120	73	100	178	100
	347	140	92	120	268	120

1	2	3	4	5	6	7
osad III	18	20	10	20	34	20
	49	40	22	40	72	40
	94	60	38	60	116	60
	156	80	60	80	168	80
	237	100	83	100	225	100
	337	120	111	120	283	120
osad IV	24	20	12	20	35	20
	76	40	27	40	80	40
	138	60	49	60	124	60
	217	80	74	80	180	80
	322	100	108	100	240	100
	534	130	148	120	306	120

Zastrzeżenie patentowe

Sposób filtracji osadu uwodnionego tlenku cyrkonu, otrzymanego w wyniku strącenia go z roztworu siarczanu cyrkonu za pomocą wodorotlenku sodu, z wykorzystaniem repulpacji płacka filtracyjnego przed kolejną filtracją, **znamienny tym,** że stosuje się kationową substancję powierzchniowo-czynną, korzystnie w postaci bromku cetylotrimetyloamoniowego albo chlorku benzylodimetyloheksadecyloamoniowego, którą dodaje się do roz-

tworu siarczanu cyrkonu, w takiej ilości aby jej stężenie wynosiło od 10^{-5} do 10^{-3} mola/dm³ mieszaniny reakcyjnej oraz repulpację płacka filtracyjnego prowadzi się w roztworze wodnym kationowej substancji powierzchniowo-czynnej, o stężeniu od 10^{-5} do 10^{-3} mola/dm³, przy stosunku objętościowym płacka filtracyjnego do roztworu wodnego kationowej substancji powierzchniowo-czynnej 1:1, przy czym kationową substancję powierzchniowo-czynną stosuje się przy pH środowiska powyżej 6,7, korzystnie od 7 do 7,6.