



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 10.07.79 (P. 217015)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 13.02.81

Opis patentowy opublikowano: 2.10.1984

Int. Cl.³ C01G 49/14
C01G 23/053

CZYTELNIA

Urzedu Patentowego
P o l s k i

Twórcy wynalazku: Halina Ratajska, Waldemar Trzeźniowski, Krystyna Gorzelany, Zbigniew Potrzuski

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice (Polska)

Sposób oczyszczania odpadowego siarczanu żelazawego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania odpadowego siarczanu żelazawego powstającego przy produkcji bieli tytanowej.

Odpadowy siarczan żelazawy z produkcji bieli tytanowej, zwany solą zieloną, poza siedmiowodnym siarczanem żelazawym $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ zawiera szereg zanieczyszczeń w postaci związków takich metali jak glin, tytan, wapń, magnez, mangan, wanad, chrom. Zanieczyszczenia te nie tylko utrudniają, ale wręcz uniemożliwiają przerób odpadowej zielonej soli metodami mokrymi, na takie produkty jak syntetyczne magnetyty czy pigmenty żelazowe.

W obecności tych zanieczyszczeń, a szczególnie soli glinu i tytanu uzyskuje się osady tlenków żelaza o złych własnościach filtracyjnych, natomiast w przypadku produkcji pigmentów żelazowych uzyskuje się produkty o niewłaściwej kolorystyce. Rozpuszczanie odpadowej soli zielonej w wodzie powoduje częściową hydrolizę niektórych zanieczyszczeń i wytrącanie koloidalnych, trudno filtrujących się osadów, przy czym ich ilość jest zmienna i zależy od stopnia zakwaszenia zielonej soli.

Sposób otrzymywania siarczanu żelazawego o wysokim stopniu czystości, znany z polskiego opisu patentowego nr 93 371 polega na krystalizacji roztworu potrąciennego, stanowiącego wodny roztwór kwasu siarkowego o stężeniu 4% i 300–350 g/dm³ siarczanu żelazawego. Roztwór ten poddaje się kry-

2

stalizacji ciśnieniowej przy $p = 4$ atm, schładzając go do 283K.

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania roztworu odpadowego siarczanu żelazawego, w szczególności od soli glinu i tytanu, wytrącających się w postaci osadu o dobrych własnościach filtracyjnych. Polega on na rozpuszczeniu odpadowej soli w zakwaszonym roztworze siarczanu amonowego o stężeniu 6,0–7,5% wagowych i jego wstępnej neutralizacji do pH 3,5–4,5 w zakresie temperatur 20–40°C. Do neutralizacji stosuje się amoniak gazowy, wodę amoniakalną, wodorotlenek sodowy lub inny czynnik neutralizujący.

Przykład. W reaktorze zaopatrzonym w mieszadło i dysze do nadmuchiwania amoniaku gazowego przyrządza się roztwór siarczanu żelazawego z 717,5 kg odpadowej soli zielonej o zawartości 78,4% wagowych $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 5 kg stężonego kwasu siarkowego o zawartości 96% wagowych H_2SO_4 oraz 802,5 kg roztworu siarczanu amonowego o stężeniu 7,5% wagowych $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Otrzymany roztwór poddaje się wstępnej neutralizacji gazowym amoniakiem do pH 4. Wytrącają się wodorotlenki żelaza trójwartościowego, tytanu, glinu, wapnia, chromu i wanadu, oraz niewielka ilość wodorotlenku żelazawego, który działa jako koagulant. Temperatura reakcji wynosiła 30°C. Po zakończeniu reakcji zawieszinę filtruje się i uzyskuje klarowny roztwór siarczanu żelazawego, odpowiedni do dalszego przerobu znanymi sposobami.

Niżej podana tabela podaje skład surowego i oczyszczonego siarczanu żelazawego.

Lp.	Składnik	Zawartość (% wag.)	
		roztwór surowy	roztwór oczyszczony
1.	FeSO ₄	20	20
2.	Fe ₂ (SO ₄) ₃	2	0,1
3.	TiO ₂	0,3	0,01
4.	CaSO ₄	0,04	0,00
5.	MgSO ₄	0,05	0,05
6.	Al ₂ (SO ₄) ₃	0,4	0,02
7.	(NH ₄) ₂ SO ₄	4	4,5

Podany sposób oczyszczania roztworu odpadowego siarczanu żelazawego nie wymaga dodatko-

wego wprowadzania zarodków poprawiających własności filtracyjne tych osadów. Oczyszczony roztwór siarczanu żelazawego można wykorzystać do produkcji syntetycznych magnetytów bądź pigmentów żelazowych.

Zastrzeżenia patentowe

10 1. Sposób oczyszczania odpadowego siarczanu żelazawego, **znamienny tym**, że do jego roztwarzania stosuje się zakwaszony roztwór siarczanu amonowego o stężeniu 6—7,5% wagowych (NH₄)₂SO₄, a powstały roztwór poddaje się wstępnej neutralizacji substancjami alkalicznymi do pH 3,5—4,5 w zakresie temperaur 20—40°C.

15 2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do wstępnej neutralizacji stosuje się amoniak gazowy, wodę amoniakalną, wodorotlenek sodowy lub inny czynnik neutralizujący.