



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 248

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 10 81
(21) PV 7547 - 81

(51) Int. Cl.³B 01 D 37/00

(40) Zveřejněno 24 06 83
(45) Vydáno 01 12 84

(75)
Autor vynálezu

KADLAS PRAVDOMIL ing. CSc., PŘEROV

(54)

Způsob zlepšení filtračních vlastností suspenze směsných krystalů monohydrátů síranu železnatého, síranu hořečnatého a titanylsulfátu ve středně koncentrované kyselině sírové

Vynález se týká způsobu zlepšení filtračních vlastností suspenze směsných krystalů monohydrátů síranu železnatého, síranu hořečnatého a titanylsulfátu ve středně koncentrované kyselině sírové, vznikající zahušťováním kyselého kapalného odpadu z výroby titanové běloby.

Odpadní asi 20 % kyselina sírová, vznikající při sulfátovém procesu výroby titanové běloby, obsahuje za nepříznivých výrobních podmínek značné množství-až 1,5 % hmotnostních- rozpustných a nerozpustných sloučenin titanu vyjádřeno jako TiO_2 . Tato kyselina není v původní formě ve větším rozsahu technicky využitelná a proto se po případné částečné sedimentaci dispergované tuhé fáze upravuje zahušťováním např. v odparce s ponorným hořákem na koncentraci 45 % hmotnost. a vyšší. Od likvidace neutralizací hydroxidem vápenatým se pro negativní ekologické následky pod tlakem veřejných orgánů upouští. Při zahušťování uvedené odpadní kyseliny sírové se 90 a více % hmotnost. přítomného síranu železnatého vylučuje ve formě drobných 20 až $60\mu\text{m}$ velkých krystalů jako monohydrát v izomorfní směsi s MgSO_4 a TiOSO_4 . Z technické praxe je známo, že příměs až 15 % hmotnost. $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ nemá prakticky vliv na velikost a polydisperzitu vznikajících směsných krystalů. U TiOSO_4 však bylo zjištěno, že jeho obsah už od 3 % hmotnost. postupně snižuje střední velikost krystalů a zvyšuje jejich polydisperzitu. Při tom v podmínkách zahušťování odpadní kyseliny sírové, obsahující titan často i ve formě nerozpustné t.zv. kyseliny metatitaničité, tato přechází pro svou dobrou reaktivitu ve středně koncentrované kyselině sírové snadno do formy titanylsulfátu, čímž se pak sčítá negativní účinek s titanylsulfátem, přítomným ve výchozí zahušťované kyselině sírové. V důsledku toho se výrazně zhoršují filtrační vlastnosti vznikající suspenze, snižuje-

je se filtrační rychlost, zvyšuje se pronikání tuhé fáze filtrační přepážkou do filtrátu a vlhkost filtračního koláče, který se pak stává obtížně manipulovatelným pro kašovitou konzistenci. Zvýšený průnik tuhé fáze do filtrátu pak nepříznivě působí při jeho využívání např. po smísení s koncentrovanou kyselinou sírovou ve výrobě práškového superfosfátu snižováním konverze fosforečných sloučenin na formy rozpustné ve vodě. Zvýšený obsah kapalné fáze ve filtračním koláči konečně snižuje výtěžnost celého procesu úpravy odpadní kyseliny sírové z výroby titanové běloby.

Výše uvedené nedostatky při separaci jemné a polydisperzní tuhé fáze prvotně vzniklých krystalů monohydrátu FeSO_4 , MgSO_4 a TiOSO_4 v prostředí středně koncentrované kyseliny sírové odstraňuje postup, ^{voda vymaže} spočívající v řízeném přidavku technického heptahydrátu síranu železnatého, obsahujícího až do 15 % hmotnost. izomorfního $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$, vznikajícího např. při výrobě titanové běloby sulfátovým postupem z ilmenitu. K výše uvedené obtížně filtrovatelné suspenzi se ho při 40 až 120 °C přidá množství 3 až 25 % hmotnostních, počítáno na obsah tuhé fáze v suspenzi. Doba působení obou tuhých fází se volí tak, aby do zahájení separace činila 10 až 200 minut, přičemž teplota nesmí klesnout pod 40 °C.

Za těchto podmínek dochází k rozpouštění přidaného $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ za současné tvorby směsných krystalů monohydrátů FeSO_4 , MgSO_4 a TiOSO_4 a to přednostně s jemnými původními krystalky, obsahujícími zvýšené množství $\text{TiOSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Tím se dosahuje jednak zvětšení střední velikosti částic a dále snížení polydisperzity tuhé fáze. Oba účinky pak pozitivně ovlivňují především průnik tuhé fáze do filtrátu, vlhkost filtračního koláče a mírně se zvyšuje filtrační rychlost.

Uvedeného způsobu úpravy suspenze směsných krystalů monohydrátů FeSO_4 , MgSO_4 a TiOSO_4 v zahuštěné odpadní kyselině sírové lze použít ve všech závodech, vyrábějících titanovou bělobu sulfátovým postupem, ve kterých se odpadní štěpná H_2SO_4 dále zpracovává zahušťováním na koncentraci v kapalné fázi 45 % hmotnostních a vyšší.

Příklad 1

K provozní suspenzi, získané zahuštěním odpadní H_2SO_4 , obsahující 1,1 % hmotnosti TiOSO_4 a 0,4 % hmotnosti suspendované kyseli-

ny metatitaničitě (vyjádřeno jako TiO_2), v kapalně fázi obsahující 51 % hmotnosti H_2SO_4 a o celkové hmotnosti 2 750 g, z toho 735 g tuhé fáze, bylo přidáno při teplotě 61°C 85 g technického $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ /obsah 87 % hmotnosti, zbytek jako $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ /, odpadajícího při výrobě titanové běloby. Suspenze byla míchána po dobu 1 hodiny, přičemž byla její teplota udržována v rozmezí 55 až 65°C . Pak se sní provedl zjednodušený srovnávací filtrační test s původní neupravenou suspenzí s tímto výsledkem :

	s u s p e n z e		zvýšení účinku
	původní	upravená	
doba filtrace	70 s	59 s	zkrácení o 18,5 %
průnik tuhé fáze do filtrátu vyjádřeno jako Fe^{2+} /% hmotn./	0,95	0,22	snížení na 23,0 %
obsah kapalně fáze v koláči /% hmotn./	56,5	44,3	snížení o 21,5 %

Příklad 2

K provozní suspenzi, získané zahuštěním odpadní H_2SO_4 z výroby titanové běloby obsahující 0,95 % hmotnosti TiOSO_4 a 0,35 % hmotnosti suspendované kyseliny metatitaničitě /vyjádřeno jako TiO_2 /, v kapalně fázi obsahující 49,5 % hmotnosti H_2SO_4 a o celkové hmotnosti 2 500 g, z toho 690 g tuhé fáze, bylo přidáno při teplotě 84°C 35 g technického $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ o složení jako v příkladu 1. Suspenze byla pak míchána po dobu 90 minut při teplotě mezi 70 až 80°C . Srovnávací filtrační test s původní suspenzí poskytl tyto výsledky :

	suspenze		zvýšení účinku
	původní	srovnávaná	
doba filtrace	35 s	33,5 s	zkrácení o 4,5 %
průnik tuhé fáze do filtrátu jako Fe^{2+} /% hmotnost./	0,47	0,26	snížení na 55,2 %
obsah kapalně fáze v koláči /% hmot./	46,2	42,5	snížení o 5,9 %

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

225 248

Způsob zlepšení filtračních vlastností suspenze směsných krystalů monohydrátů FeSO_4 , MgSO_4 a TiOSO_4 ve středně koncentrované odpadní kyselině sírové z výroby titanové běloby, vyznačující se tím, že k suspenzi s teplotou 40 až 120 °C se přidají 3 až 25 % hmotnostních technického heptahydrátu síranu železnatého, počítáno na obsah tuhé fáze ve výchozí suspenzi, s výhodou odpadajícího při výrobě titanové běloby sulfátovým postupem, suspenze se dále míchá po dobu 10 až 200 minut, při čemž její teplota nesmí poklesnout pod 40. °C.