



**URZĄD  
PATENTOWY  
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy  
do patentu nr ———

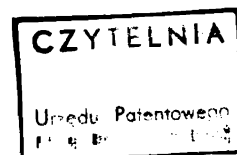
Int. Cl.<sup>4</sup> C02F 1/52

Zgłoszono: 83 07 15 (P. 243055)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 84 05 21

Opis patentowy opublikowano: 1987 03 31



**Twórcy wynalazku:** Maria Antonina Jankowska, Jolanta Teresa Wierzbicka

**Uprawniony z patentu tymczasowego:** Akademia Techniczno-Rolnicza  
im. J. J. Śniadeckich,  
Bydgoszcz (Polska)

### **Sposób wytwarzania roztworu koagulantu ze zużytych kąpeli po trawieniu elementów żelaznych**

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania roztworu koagulantu ze zużytych kąpeli po trawieniu elementów żelaznych.

Znane są metody zagospodarowania zużytych kąpeli po trawieniu elementów żelaznych poprzez elektrolityczne wydzielanie jonów żelaza w postaci żelaza elektrolitycznego lub wodorotlenku. Jeżeli do trawienia używany jest kwas siarkowy, to wówczas ze zużytych kąpeli odzyskuje się uwodniony siarczan żelazawy, w wyniku odparowania, oziębiania i krystalizacji. Metoda krystalizacji nie nadaje się do regeneracji kąpeli po trawieniu kwasem solnym, ponieważ  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  łatwo odsorbujecie wodę z powietrza i roztopia się. Regeneracja zużytych kąpeli z wytrawiania w kwasie solnym polega na rozpyleniu kąpeli w komorze o wysokiej temperaturze, w wyniku czego otrzymuje się parę wodną, chlorowodór i tlenek żelaza. Z polskiego opisu patentowego nr 91 319 znane jest wprowadzenie złomu żelaza do zużytej kąpeli po trawieniu stali, celem związania nadmiaru kwasu solnego, a otrzymany stężony roztwór może służyć do otrzymywania krystalicznego chlorku żelazawego. J. Kucharski i A. Moniuszko („Oczyszczanie wód i ścieków przemysłowych metodą koagulacji“ WNT 1967) podają, że znane jest stosowanie kąpeli po trawieniu kwasem siarkowym, bez wykrystalizowywania siarczanu żelazawego, jako koagulantu do oczyszczania ścieków i wód przemysłowych.

Metody regeneracji soli żelaza z roztworów po trawieniu mogą znaleźć zastosowanie w dużych zakładach przemysłu metalowego, natomiast w galwanizerniach (szczególnie małych) kąpiele z wytrawienia żelaza poddaje się procesowi neutralizacji.

Wadami tego procesu są: duże zużycie mleka wapiennego lub innych substancji neutralizujących, powstawanie dużych ilości osadów o wysokim stopniu uwodnienia (około 98%), co przysparza wiele kłopotów z ich składowaniem, ponieważ nie ma możliwości właściwego ich wykorzystania, ścieki po neutralizacji kąpeli z wytrawiania zawierają duże ilości jonów chlorkowych.

Celem wynalazku jest usunięcie znanych wad przez opracowanie sposobu wykorzystania kąpeli z wytrawiania elementów żelaznych.

Istota wynalazku polega na tym, że do zużytej kąpieli po trawieniu dodaje się rozdrobnione żelazo, zwłaszcza opiłki lub wióry, w ilości 200–300 g/dm<sup>3</sup>, przetrzymuje się ją nad żelazem i okresowo miesza się do momentu, gdy odczyn osiągnie wartość pH=0,5–1, następnie zlewa się otrzymany roztwór znad pozostałego żelaza i ewentualnie przesącza się, po czym bezpośrednio przed użyciem do koagulacji rozcieńcza się do pożądanego stężenia tak, aby odczyn roztworu koagulantu rozcieńczonego nie przekraczał wartości pH=2.

Zaletą sposobu według wynalazku jest to, że rozwiązuje on problemy: neutralizacji kąpieli z wytrawiania elementów żelaznych i zagospodarowania powstających w czasie neutralizacji osadów, unika się powstawania ścieków po neutralizacji kąpieli, które cechuje wysokie zasolenie, zagospodarowywane są odpadowe wióry żelazne, uzyskuje tani koagulant, polecany szczególnie do koagulacji ścieków o odczynie alkalicznym, gdyż unika się w ten sposób korekty pH za pomocą kwasu (koniecznej przy zastosowaniu jako koagulantu siarczanu glinowego).

Przykład. W celu związania nadmiaru wolnego kwasu, do 1 litra zużytej kąpieli potrawiennej wrzucono około 300 g opiłków żelaza. Kąpiel potrawienną przetrzymano nad opiłkami żelaza przez okres około 1 doby, pod wyciągiem, gdyż w wyniku reakcji rozpuszczania żelaza powstaje wodór. Okresowe mieszanie roztworu przyspieszyło proces wiązania wolnego kwasu. W momencie uzyskania pH=0,5–1 kąpiel zlewano znad pozostałych na dnie naczyń opiłków żelaznych. Kąpiel, bezpośrednio przed użyciem do kąpieli ścieków, rozcieńczano wodą do uzyskania pH=2. Proces oczyszczania ścieków prowadzono w warunkach konwencjonalnych dla koagulacji solami żelaza, używając do mieszania powietrze, celem przyspieszenia utleniania jonów żelazawych Fe<sup>+2</sup> do żelazowych Fe<sup>+3</sup>.

Jeżeli w trakcie koagulacji próbnej okazywało się, że konieczne jest podwyższenie odczynu koagulowanych ścieków, wprowadzano roztwór podchlorynu sodowego w ilościach wyznaczonych doświadczalnie, który jednocześnie przyspieszał proces utleniania Fe<sup>+2</sup> do Fe<sup>+3</sup>. W takim przypadku nie jest konieczne mieszanie ścieków za pomocą powietrza. W tabeli przedstawiono wyniki analiz ścieków ze szlifierni, oczyszczonych metodą koagulacji za pomocą koagulantu — FeCl<sub>2</sub> przygotowanego według powyższego opisu.

Wyniki analiz ścieków ze szlifierni metali  
oczyszczonych metodą koagulacji przy użyciu  
kąpieli potrawiennych jako koagulantu

| Ścieki             | Dawka koagulantu/dm <sup>3</sup> |        |                        | Odczyn<br>pH | Żelazo og.<br>mg/dm <sup>3</sup> |     | Chlorki<br>mg/dm <sup>3</sup> | Mętność<br>mg/dm <sup>3</sup> SiO <sub>2</sub> |    | CHZT                              |            |
|--------------------|----------------------------------|--------|------------------------|--------------|----------------------------------|-----|-------------------------------|------------------------------------------------|----|-----------------------------------|------------|
|                    | cm <sup>3</sup>                  | mg Fe/ | mg FeCl <sub>2</sub> / |              | 1*                               | 2*  |                               | 1*                                             | 2* | mg/dm <sup>3</sup> O <sub>2</sub> | redukcja % |
| Surowe             | —                                | —      | —                      | 9,8          | —                                | —   | —                             | >80                                            | —  | 84,48                             | —          |
| Po kła-<br>rowaniu | 0                                | 0      | 0                      | 9,8          | —                                | —   | —                             | >80                                            | —  | 79,96                             | 5,3        |
|                    | 0,4                              | 19,2   | 43,6                   | 9,25         | 0,8                              | 0,2 | 104                           | 37                                             | 25 | 22,56                             | 73,7       |
|                    | 0,6                              | 28,6   | 65,7                   | 8,95         | 0,9                              | 0,2 | 114                           | 39                                             | 23 | 11,28                             | 86,7       |
|                    | 0,8                              | 38,4   | 87,2                   | 8,6          | 1,0                              | 0,2 | 134                           | 41                                             | 19 | 7,52                              | 91,1       |
|                    | 1,0                              | 48,0   | 108,9                  | 8,3          | 1,6                              | 0,1 | 144                           | 48                                             | 19 | 11,28                             | 86,7       |
|                    | 1,2                              | 57,6   | 130,3                  | 7,95         | 1,6                              | 0,1 | 160                           | 54                                             | 18 | 11,28                             | 86,7       |

1\* — po klarowaniu

2\* — po filtracji

### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania roztworu koagulantu ze zużytych kąpieli po trawieniu elementów żelaznych, **znamienny tym**, że do zużytej kąpieli po trawieniu dodaje się rozdrobnione żelazo, zwłaszcza opiłki lub wióry, w ilości 200–300 g/dm<sup>3</sup>, przetrzymuje się ją nad żelazem i okresowo miesza się do momentu, gdy odczyn osiągnie wartość pH=0,5–1, następnie zlewa się otrzymany roztwór znad pozostałego żelaza i ewentualnie przesącza się, po czym bezpośrednio przed użyciem do koagulacji rozcieńcza się do pożądanego stężenia tak, aby odczyn roztworu koagulantu rozcieńczonego nie przekraczał wartości pH=2.

Pracownia Poligraficzna UP PRL. Nakład 100 egz.

Cena 100 zł.