



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 04.IX.1965 (P 110 720)

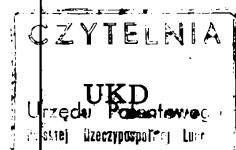
Pierwszeństwo: 15.II.1965

Niemiecka
Republika
Demokratyczna

Opublikowano: 5.VIII.1970

KL 12 d, 25/01

MKP B 01 d, 39/06



Twórca wynalazku: dr Helmut Linde

Właściciel patentu: VEB Jenapharm, Jena (Niemiecka Republika
Demokratyczna)

Sposób wytwarzania pomocniczych warstw filtracyjnych w filtrach

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania pomocniczych warstw filtracyjnych w filtrach.

W nowoczesnej technologii procesów filtrowania, przy przesączeniu roztworów i zawiesin trudno filtrujących się, na przykład roztworów kultur antybiotyków, roztworów zawierających cząsteczki białka oraz zanieczyszczonych olejów, stosuje się często filtrację przez warstwę pomocniczego środka filtracyjnego, utworzoną na właściwej przegrodzie filtrującej przed rozpoczęciem właściwego procesu filtrowania lub też środek filtracyjny miesza się z medium, poddawanym filtrowaniu, a następnie kieruje się mieszaninę do urządzenia filtracyjnego.

Jako pomocniczy środek filtracyjny stosuje się przeważnie krzemionkę o różnej jakości, a w niektórych przypadkach skrobię ziemniaczaną. Środki te są jednak stosunkowo kosztowne, gdyż aby krzemionka nadawała się do stosowania jako pomocniczy środek filtracyjny, trzeba ją uprzednio poddać skomplikowanym i kosztownym zabiegom oczyszczania i przesiewania. Próby stosowania tańszych środków pomocniczych, na przykład mąki drzewnej, pewnych gatunków zmielonego węgla oraz szlamowanego węglanu wapnia, nie dały jednak zadowalających wyników, ponieważ środki te można stosować tylko w niektórych przypadkach.

Fakt, że krzemionka i skrobię ziemniaczaną stanowią dobre środki pomocnicze do filtracji, wyjaśnia się tym, że oba te materiały tworzą równomier-
ną warstwę na przegrodzie filtracyjnej, przy czym

2

w miarę postępu procesu filtrowania cząstki tych materiałów wsuwają się pomiędzy siebie i w warstwie środka na przegrodzie filtracyjnej nie powstają szczeliny. Wadą tych środków pomocniczych, niezależnie od ich stosunkowo wysokiego kosztu, jest to, że w przypadku stosowania ich w filtrach bębnowych pracujących pod próżnią, warstwa środka odpada od przesłony filtracyjnej w chwili odłączenia bębna od źródła obniżonego ciśnienia i przed wznowieniem procesu filtrowania trzeba wytwarzać nową warstwę środka.

Stwierdzono, że warstwy filtracyjne wytworzone sposobem według wynalazku nie tylko nie wykazują wymienionych wad znanych środków filtracyjnych, ale mają jeszcze szereg zalet dodatkowych. Warstwy te zawierają bowiem pomocniczy środek filtracyjny w postaci dwuwodzianu siarczanu wapniowego, korzystnie w postaci jednoskośnych, pojedynczych kryształów pałeczkowatych o jednolitej budowie krystalicznej. Te korzystne właściwości uzyskuje się przez zastosowanie odpowiednich warunków krystalizacji przy wytwarzaniu $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, korzystnie z odpowiedniego półwodzianu, a mianowicie przez krystalizację w określonej temperaturze z wodnej zawiesiny i w fazie niejednorodnej. Przez stosowanie różnych warunków wytwarzania można otrzymywać kryształy $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ o różnej postaci i o określonej zdolności filtracyjnej, nadającej się do różnych procesów filtracji. Tak uzyskany pomocniczy środek filtracyjny jest tani, wytwa-

rza się go stosunkowo prostymi metodami i o właściwościach odpowiadających z góry określonym wymaganiom co do zdolności filtracyjnej, przy czym zdolność ta jest równa zdolności filtracyjnej znanych środków pomocniczych krzemionkowych lub ze skrobi ziemniaczanej, a w wielu przypadkach jest od niej wyższa.

Warstwa środka jest na przegrodzie filtracyjnej trwała, nie wykazuje szczelin w miarę upływu czasu, a zastosowana w filtrach próżniowych bębnowych nie odpada od przesłony filtracyjnej po odłączeniu bębna od źródła obniżonego ciśnienia. Środek ten nadaje się do stosowania przy bardzo wielu procesach filtracyjnych, z tym tylko ograniczeniem, że trzeba uwzględnić nieznaczną rozpuszczalność $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ w wodzie oraz fakt, że siarczan wapnia reaguje z kwasem szczawiowym i dwutlenkiem węgla. Należy też nadmienić, że przy stosowaniu środka według wynalazku w obrotowych filtrach komorowych stopień ścierania zbieraka znacznie jest mniejszy niż w przypadku warstwy krzemionki.

Sposób wytwarzania warstw filtracyjnych według wynalazku polega na tym, że siarczan wapniowy, na przykład gips alabastrowy o składzie $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ miesza się z wodą, ewentualnie zakwaszoną kwasem siarkowym, ogrzewa w fazie niejednorodnej do temperatury nie wyższej niż 90°C , a następnie chłodzi się do temperatury $20\text{--}25^\circ\text{C}$, korzystnie w ciągu 3—6 godzin. W wyniku tego procesu otrzymuje się pojedyncze, jednoskośne kryształy $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ o wymiarach 20—130 milimikronów. Zamiast $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ stosuje się jako materiał wyjściowy inne związki wapnia, zwłaszcza węglan, wodorotlenek lub tlenek wapniowy i podaje je reakcji z kwasem siarkowym lub solami kwasu siarkowego w stosunku 1:1. Reakcję prowadzi się w temperaturze do 90°C , a następnie chłodzi, jak podano wyżej i otrzymuje się kryształy $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Sposób według wynalazku jest wyjaśniony w niżej podanych przykładach. Z przykładów tych wynika, że temperatura i czas trwania procesu mają decydujący wpływ na wielkość otrzymywanych kryształów.

Przykład I. 1000 kg alabastrowego gipsu modelarskiego o składzie $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ i czasie wiązania 6—19 minut dodaje się przy silnym mieszaniu do 20 m^3 wody o temperaturze 90°C i miesza w tej temperaturze w ciągu $1/2$ godziny, po czym mieszaninę chłodzi się, mieszając w ciągu 3 godzin do temperatury $20\text{--}25^\circ\text{C}$. Przebieg procesu powstawania kryształów $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kontroluje się w próbce pobranej z mieszaniny reakcyjnej i ewentualnie wytwarzania próbną warstwę środka pomocniczego w małej prasie filtracyjnej. Ochłodzona zawiesina zawiera 1190 kg jednoskośnych, pojedynczych kryształów $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ o przeciętnej wielkości 85 milimikronów, a naniesiona na przepony filtracyjne w obrotowym filtrze komorowym o powierzchni 20 m^2 tworzy pomocniczą warstwę filtracyjną o grubości 6—8 cm. Przepustowość tej warstwy odpowiada przepustowości warstwy skrobi ziemniaczanej lub krzemionki o tej samej grubości.

Przykład II. Postępując w sposób podany w przykładzie I wytwarza się zawiesinę, ogrzewa ją w temperaturze 90°C , a następnie chłodzi. Gdy temperatura zawiesiny wynosi $60\text{--}70^\circ\text{C}$, dodaje się 35—50 litrów stężonego kwasu siarkowego i chłodzi dalej jak w przykładzie I. Ilość kwasu siarkowego, którą należy dodać, ustala się za pomocą analizy pobranej próbki, przy czym po zakończeniu reakcji można zmniejszyć kwasowość mieszaniny za pomocą wodorotlenku sodowego.

Przykład III. 100 kg $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ dodaje się przy silnym mieszaniu do 2000 litrów wody o temperaturze $15\text{--}20^\circ\text{C}$ i miesza się 15—20 godzin. Po upływie 12 godzin trwania procesu rozpoczyna się pobieranie próbek mieszaniny w celu ustalenia właściwości kryształów. Otrzymuje się zawiesinę 118,8 kg kryształów $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ o wymiarach 25—30 milimikronów. Przepustowość filtracyjna warstwy pomocniczej wytworzonej z otrzymanego środka jest o około 40% niższa od przepustowości warstwy środka otrzymanego w sposób opisany w przykładzie I. Środek ten nadaje się do filtrowania roztworów, które powinny mieć szczególnie czystą barwę.

Przykład IV. Postępując w sposób podany w przykładzie I miesza się $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ z wodą na zimno i po upływie 30 minut ogrzewa do temperatury 90°C , a następnie chłodzi w ciągu 3 godzin do temperatury pokojowej. W wyniku tego procesu otrzymuje się kryształy $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ o wielkości około 40 milimikronów.

Przykład V. Postępując w sposób opisany w przykładzie I i III, miesza się $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ z wodą w temperaturze $45\text{--}50^\circ\text{C}$ i po upływie 30 minut chłodzi do temperatury pokojowej. W wyniku tego procesu otrzymuje się zawiesinę kryształów o przeciętnej wielkości 45 milimikronów.

Przykład VI. Postępując w sposób podany w przykładach I i III, lecz mieszając w temperaturze 60°C , otrzymuje się kryształy o przeciętnej wielkości 70 milimikronów.

Przykład VII. Węglan wapniowy, wodorotlenek wapniowy lub tlenek wapniowy miesza się z kwasem siarkowym w stosunku molowym 1:1 w temperaturze 90°C i po upływie 30—60 minut chłodzi w ciągu 3 godzin do temperatury pokojowej. W wyniku tego procesu otrzymuje się zawiesinę kryształów $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ o wielkości 40—60 milimikronów. W podobny sposób prowadzi się proces stosując chlorek wapniowy i siarczan sodowy.

Przykład VIII. Z środków pomocniczych otrzymanych w sposób opisany w przykładach I, III, IV, V i VII i oddzielonych od roztworu za pomocą znanych metod, na przykład za pomocą obrotowych filtrów komorowych oraz wysuszonych powietrzem w temperaturze 50°C , wytwarza się warstwy pomocnicze na przeponach obrotowych filtrów komorowych. Postępuje się przy tym w ten sposób, że pomocniczy środek filtracyjny miesza się w odpowiedniej ilości z olejem o małej lepkości

i kieruje się w znany sposób tę zawieszinę na przepony filtracyjne w próżniowym filtrze komorowym. Przez otrzymaną warstwę pomocniczą środka filtracyjnego filtruje się zużyte oleje z domieszką ziemi bielącej lub inne produkty w środowisku nie zawierającym wody.

Tak więc istota wynalazku polega na stosowaniu w filtrach pomocniczego środka filtracyjnego, który stanowi dwuwodzian siarczanu wapniowego w postaci pojedynczych jednoskośnych kryształów. 10

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania pomocniczych warstw filtracyjnych w filtrach, **znamienny tym**, że jako pomocniczy środek filtracyjny stosuje się dwuwodzian siarczanu wapniowego w postaci pojedynczych, jednoskośnych kryształów.