

Предлагаемое изобретение относится к области гальваностегии и может быть использовано в гальванических и травильных производствах различных отраслей промышленности.

Известен способ электроэкстракции из растворов различных ионов с помощью ионообменных мембран, используемых в качестве диафрагм в специальных электролизерах (Мембраны и мембранная техника. Каталог. НИИТЭХИМ, г.Черкассы, 1988, с.31). Этот метод получил распространение главным образом для опреснения воды. Для работы с агрессивными и окислительными средами ионообменные диафрагмы неприменимы из-за их низкой стойкости и быстрого старения в указанных средах.

Целью предлагаемого изобретения является повышение стабильности работы диафрагменных электролизеров в процессах регенерации электролитов и травильных растворов, путем применения микропористых керамических или титановых диафрагм, пропитанных специальными химстойкими материалами. Например, в качестве пропиточного материала применен эпоксидный компаунд состава, %: эпоксидная смола ЭД-6 - 80; дибутилфталат - 2; ацетон - 8; отвердитель полиэтиленполиамин - 10. Пропиточный материал наносится на поверхность диафрагм равномерно мягкой кистью с последующей сушкой на воздухе при комнатной температуре в течение 24час. Присутствие дибутилфталата и ацетона исключает полную закупорку пор диафрагм. Указанная пропитка способствует увеличению гидрофобных свойств диафрагм, уменьшению диаметров пор и, как следствие, обеспечивает эффективное и качественное проведение процесса регенерации.

Предлагаемый способ регенерации реализуется в диафрагменном электролизере, схема которого приведена на чертеже (фиг.).

Рабочий раствор из гальванической ванны (Г.В.) насосом (Н1) подается в анодные камеры диафрагменного электролизера (ДЭ), где катионы вредных примесей (железа, меди и др.) переходят под действием электрополя через диафрагмы в катодные камеры. Очищенный от примесей анолит возвращается в Г.В.

В катодные камеры подается насосом Н2 вспомогательный раствор с рН = 6 - 8. Здесь вспомогательный раствор дополнительно подщелачивается за счет ионизации кислорода воздуха. Мигрируемые из анодных камер катионы примесей гидролизуются с образованием взвешенного осадка гидроокисей металлов. Вспомогательный раствор вместе со взвешенным осадком подается в отстойник (О<sub>отст</sub>). В отстойнике происходит осаждение взвешенного осадка гидроокисей металлов. Последние поступают на утилизацию. Осветленный вспомогательный раствор снова поступает в катодные камеры ДЭ и цикл повторяется.

Экспериментально установлено, что основные показатели процесса регенерации (выход по току примесей В.Т.<sub>прим</sub>), остаточная концентрация примесей (С<sub>к<sup>пр</sup></sub> и др.) в значительной степени зависят от степени пропитки диафрагм пропиточным материалом ( $\epsilon_{\text{проп.}}$ )

$$\epsilon_{\text{проп.}} = \frac{V_{\text{пр}} \cdot k}{V_{\text{пор}}} \cdot 100 (\%),$$

где  $V_{\text{пр}}$  · k - объем пропиточного материала после сушки;

$V_{\text{пр}}$  - объем пропиточного материала;

$V_{\text{пор}}$  - объем пор диафрагмы.

Величина  $\epsilon_{\text{проп.}}$  в свою очередь определяет падение напряжения на диафрагме ( $\Delta V_{\text{д}}$ ).

Процесс регенерации протекает с достаточно высокими скоростями только при относительно высоких значениях  $\Delta V_{\text{д}}$  - 20В и более.

Приведенные данные иллюстрируются следующими конкретными примерами.

Пример 1 - Регенерация электролита хромирования, загрязненного ионами железа и трехвалентного хрома.

Исходный состав электролита (г/дм<sup>3</sup>): CrO<sub>3</sub> - 200; H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>; Fe<sup>3+</sup> - 10; Cr<sup>3+</sup> - 8,5.

В качестве диафрагм были применены керамические втулки с диаметрами пор 30 - 50мкм, с общей объемной пористостью - 70%, с пропиткой вышеприведенным эпоксидным компаундом.

Электроды служили свинцовые пластины.

Режимы регенерации: Да = 15А/дм<sup>2</sup>, Дк = 5А/дм<sup>2</sup>; Т°С - 50.

Состав вспомогательного раствора: CrO<sub>3</sub> - 120г/дм<sup>3</sup>, NaOH - 10г/дм<sup>3</sup>.

Полученные результаты приведены в табл.1.

Пример 2 - Регенерация травильного раствора, загрязненного ионами железа.

Исходный состав раствора (г/дм<sup>3</sup>):

кислота серная - 12; FeSO<sub>4</sub> - 95.

Состав вспомогательного раствора (г/дм<sup>3</sup>): Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> - 15.

Температура цеховая. Остальные условия процесса регенерации те же, что в примере 1.

Результаты регенерации травильного раствора приведены в табл.2.

Полученные результаты конкретных примеров регенерации хромового электролита и травильного раствора подтверждают достаточно высокие технологические показатели процессов регенерации при использовании керамических диафрагм с соответствующей пропиткой. Лучшие показатели соответствуют  $\epsilon$  = 20 - 30% пропитки диафрагм. В этих условиях суммарный выход по току (по электроэкстракции Fe<sup>3+</sup> и уменьшению концентрации Cr<sup>3+</sup>) близок к 100% - для процесса регенерации хромового электролита.

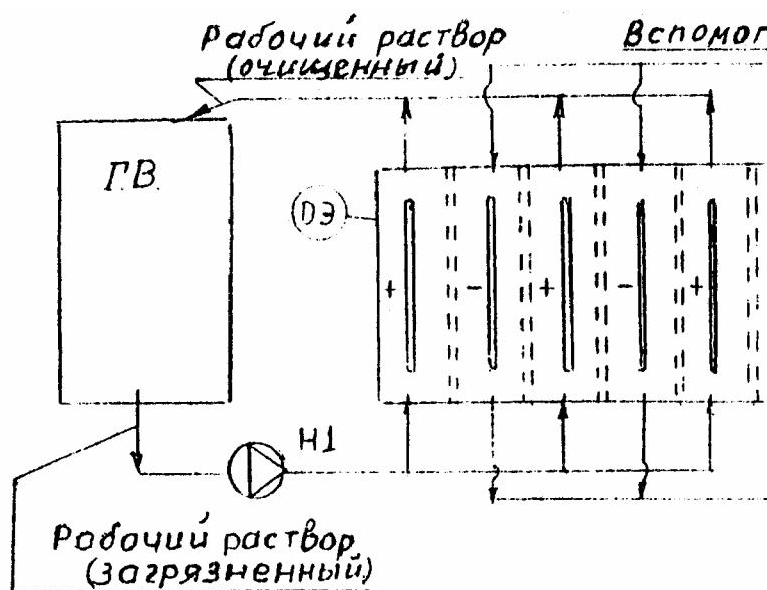
Для регенерации травильного раствора также лучшие показатели соответствуют  $\epsilon$  = 20 - 30%. Аналогичные результаты получены и для титановых пористых диафрагм с теми же показателями пористости.

Резкое улучшение технологических показателей процессов регенерации при степени пропитки диафрагмы  $\epsilon$  = 20 - 30% очевидно обусловлено возникновением на диафрагме высокого энергетического барьера - более 25В, обеспечивающего высокую селективность электроэкстракции катионов примесей и регенерируемых растворов.

Важной особенностью применяемых диафрагм является их высокая стабильность в работе. В течение 200час. непрерывной работы пропитанных керамических и титановых диафрагм не были замечены какие-либо изменения их свойств (пористости, прочности и внешнего вида), а также показателей процесса регенерации наиболее агрессивного электролита хромирования.

Технико-экономическая эффективность от разработанного способа регенерации достигается

за счет исключения залповых сбросов отработанных экологически-опасных электролитов, экономии дорогостоящих химикатов и сокращения затрат на нейтрализацию отработанных составов. Так, например, при регенерации 5м<sup>3</sup> электролита хромирования чистый экономический эффект составляет более 1000млн.крб.



Наименования показателей регенерации хромового электролита	Степ						
	0	10					
Количество пропущенного электричества, А · час/дм <sup>3</sup>	25	25					
Падение напряжения на диафрагме, В	4	12					
Остаточная концентрация Fe <sup>3+</sup> , г/дм <sup>3</sup>	9,2	5,5	4,3	1,5	1,2	1,1	Фиг.
Остаточная концентрация Cr <sup>3+</sup> , г/дм <sup>3</sup>	7,4	4,7	3,3	2,5	1,1	0,9	
Выход по току, %, по Fe <sup>3+</sup>	5,0	28	30	53	57	58	
Выход по току, %, по Cr <sup>3+</sup>	4,0	21	30	35	40	41	

Таблица 2

Наименование показателей регенерации травильного раствора	Степень пропитки диафрагм ε, %					
	0	10	15	20	25	30
Количество пропущенного электричества, А · час/дм <sup>3</sup>	27	27	27	27	27	27
Падение напряжения на диафрагме, В	3,5	8,0	17	25	31	35
Остаточная концентрация Fe <sup>2+</sup> , г/дм <sup>3</sup>	26	21	16	11	6	5
Выход по току, % (по электроэкстракции Fe <sup>2+</sup> )	14	32	52	68	85	89
Концентрация H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , г/дм <sup>3</sup>	10	25	31	35	42	45