

作为管理、维护转盘的基础。

附：生物镜检取样与记数

1. 取 1 平方毫米(一粒米)大小的生物膜(园盘半径的中部)。加一滴污水涂片,观察全涂片上生物活动情况、种类及数量。

2. 分类如下:

细菌类: 包括游离细菌及各类菌胶团。

游动类: 指游动型原生动物,如豆形虫、游动钟虫等。

固着类: 指固着型原生动物,如钟虫、盖纤虫等。

后生类: 指轮虫、线虫等。

3. 计数:

全涂片上,确认有生物,总数量 1—10 个,记+号

一般出现生物,总数量 10—35 个,记++号

多数出现生物,总数量 35—70 个,记+++号

号

大量出现生物,总数量 70—100 个,及 100 以上记++++号

胶团以上述所占面积的百分数计。例如胶团所占全涂片面积为 35—70% 则记+++。

生物活跃(细菌除外)则在符号外加圆圈如: ⊕、⊕⊕。

参 考 文 献

[1] 湖北省水生生物研究所, 废水生物处理微型动物图志, 中国建筑工业出版社, 1976 年。

[2] 日本水道协会, 上水试验方法, 1970 年。

注: 显微计数法具体为: 用盖玻片一角轻刮 1 平方毫米大小的生物膜, 置于载玻片上, 再加一滴污水涂片, 用盖玻片轻轻盖好, 放在低倍镜下计数。先将视野放在盖玻片的右上角(或左上角), 然后, 以移动台移动载玻片, 视野即可随之从上而下, 从右到左通过。当前一个视野数完, 亦作好记录后, 再换第二个视野, 如此往复将整个盖玻片下面的动物全部计数完毕。注意, 在调换视野时, 不可使前后或左右两个相邻视野重叠或遗漏, 以免产生误差。

硝酸、氢氟酸酸洗废液的再生

冶金部冶金建筑研究院工业卫生室

不锈钢的表面, 在加工过程中产生一层氧化物(通称铁鳞), 一般用 8—12% 的硝酸和 3—5% 的氢氟酸酸洗去除。经多次酸洗, 酸洗液中的金属离子增加到一定的浓度(铁 20—25 克/升时), 失去酸洗能力成为废液而外排。此废液中的总酸度还是相当高的, 并含有大量的铁、镍、铬盐。如任其外排, 将引起不良后果。硝、氟酸是强腐蚀剂; 硝酸盐能助长浮游生物的繁殖; 氟离子会在鱼体内累积; 铬是剧毒物质, 严重的污染环境。所以必须禁止酸洗废液不经处理任意外排。此外, 硝、氟酸的价格较贵(硝酸 0.5 元/公斤, 氢氟酸 4 元/公斤, 硫酸 0.18 元/公斤), 1 立方米

酸洗液约值 400 元, 从经济上考虑也应回收利用。

对硝、氟酸的治理, 欧、美、日本等国进行了一些研究工作, 有的已投产使用。化学法能回收一些有用物质, 但工艺庞杂, 设备较多。离子交换法把固定床改为移动床是很大的进步, 但还存在盐酸浓缩和低酸废水处理问题要研究。溶剂萃取法的优点是能量消耗少, 设备、材料容易选择, 但氢氟酸的回收率低。到目前为止, 减压蒸发法是比较成熟的回收方法。

我们对酸洗废液, 进行了一次蒸发和二次蒸发试验。针对太钢的酸洗工艺, 决定采

用一次蒸发工艺,于1974年—75年在贵池钢厂进行了日处理量0.8吨规模的半工业性试验,此后又于77年在大冶和太钢进行了日处理量3吨规模的工业性试验,现已用于生产。

一、减压蒸发原理

硝酸氢氟酸为挥发性酸,硫酸是非挥发性酸,在一个大气压下硝酸的平衡温度是87℃,氢氟酸的平衡温度是20℃,而硫酸的平衡温度是300℃,利用不同的蒸汽分压,可以回收硝、氟混酸。其做法是向废酸中加入硫酸,进行加热蒸发,因硫酸具有比硝酸、氢氟酸低得多的蒸汽分压,因此在蒸发过程中,硝酸、氢氟酸和水一起被蒸发出来。用硫酸根离子从金属盐中置换出来的硝酸根和氟离子,又和硫酸中的氢离子结合生成硝酸、氢氟酸,也被蒸发,经冷后回收,即为再生酸。

减压蒸发法对于降低蒸发温度,减少腐蚀和提高硝酸、氢氟酸的回收率是可取的。

减压蒸发法有二次和一次之分。所谓二次蒸发法是分两级进行蒸发,首先将废液送到第一蒸发系统内进行蒸发,去除水分,使废液浓缩,然后在浓缩液中加入硫酸,送到第二蒸发系统,再次蒸发,把硝酸、氢氟酸赶出来,冷凝回收。二次蒸发法对于在酸洗过程中被稀释了的废液的处理是合适的。

一次蒸发法是废液不予浓缩,连续进入蒸发系统的循环硫酸中,在减压条件下进行蒸发,回收硝、氟混酸的方法。一次蒸发法比二次蒸发法少一套蒸发设备,对于在酸洗过程中没有被稀释的废液处理是很合适的。

二、一次减压蒸发工艺简介

工艺流程如图1所示。

启动真空泵,将一定体积的废酸和一定体积的浓硫酸吸入蒸发器中,启动空气升液器,通蒸汽加热,沸腾时加入废酸,使蒸发器内液面保持不变。此时硝、氟酸不断被蒸发,

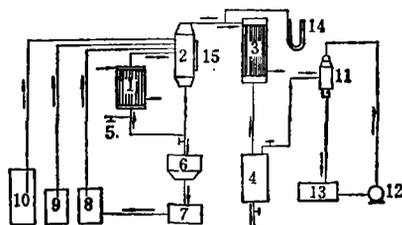


图1 一次蒸发工艺流程示意图

1.加热器; 2.蒸发器; 3.冷凝器; 4.接收罐; 5.升液器; 6.结晶器; 7.过滤器; 8.循环酸槽; 9.浓硫酸计量槽; 10.废酸计量槽; 11.喷射泵; 12.水泵; 13.水池; 14.U型压力计; 15.温度计。

经冷凝器冷凝,馏出液即为硝、氟再生酸。废液中的金属盐不断转换成硫酸盐残存于蒸发系统中。蒸发系统中进入的铁离子浓度达到控制值时,停止蒸发,并及时将蒸发器内的残液全部排出,过滤,滤液循环使用,残渣进一步处理。

三、蒸发工艺条件

(一) 热源、真空度与沸点温度

热源采用水蒸汽,表压1—2公斤/平方厘米。

真空度与沸点温度保持一定的相对关系,真空度越高,沸点温度越低,反之亦然。真空度过高,对蒸发设备,管道的密封条件要求就严。真空度过低,废液蒸发温度升高,对设备、管道的耐温抗腐性能要求就高。因此,要根据实际情况进行选择。我们选用真空度680—690毫米汞柱,相应的沸点温度为60—70℃。

(二) 残液排放时硫酸浓度

蒸发器内硫酸浓度的高低对废液沸点温度,硫酸盐结晶速度和硝、氟酸回收率等,都有很大的影响,硫酸浓度高时,回收率高,结晶快,沸点温度升高,蒸发速度慢,为了使残液中硫酸盐尽量结晶,保证滤液中铁离子浓度小于20克/升,同时尽量使蒸发沸点低,而又保持较高的回收率,采用残液排放时,残液中的游离硫酸浓度为13—14当量。

(三) 残液排放标准

表 1 废酸与再生酸的组成

项 目	总酸度 (N)	NO ₃ ⁻ (N)	F ⁻ (N)	Fe ³⁺ (克/升)	Ni ²⁺ (克/升)	Cr ³⁺ (克/升)	SO ₄ ²⁻ (N)
废 酸	2.35	2.57	1.17	23.70	2.95	0.74	0.29
再生酸	4.14	2.76	1.37	—	—	—	—

残液排放标准,以铁离子浓度作为控制指标,根据试验选择,进入蒸发系统循环硫酸中的铁离子浓度为 50 克/升,作为残液排放指标。

(四) 起始循环酸中游离硫酸浓度

考虑到在蒸发过程中,进入蒸发系统中的铁离子浓度为 50 克/升,又与其相适应的镍、铬、铁离子生成的硫酸盐所消耗的硫酸,大致为 3N,为了保证残液排放时要求的游离硫酸浓度 13—14N,故起始循环硫酸浓度采用 16—17N。

(五) 残液结晶与空气提升

工业性试验将外结晶改为内结晶,内结晶的关键是加强内循环,防止堵塞。利用空气提升,能达到这个目的。内结晶的优点是,放置时间、温度、搅拌等对结晶影响不显著,因此残液放出,即可进行热过滤。

(六) 蒸发能力

按以上所述蒸发工艺条件,蒸汽压力 1.5 公斤/平方厘米,真空度 680 毫米汞柱,沸点温度 60—70℃,循环硫酸浓度 13—14N。

2.98 平方米的加热器面积,每小时蒸发废液 120 升,计一天 2.88 立方米。蒸发器单位面积蒸发能力为 0.97 立方米/日·平方米。酸的回收率为 93—96%。

四、再生酸及其经济效果

再生酸就是在蒸发过程中蒸发、冷凝、回收的硝、氟混酸,与原废酸的对比列入表 1 中。

从表 1 中可以看出,再生酸中 NO₃⁻、F⁻ 浓度比废酸中的浓度有所增加,亦即再生酸比废酸体积相应的减少,原因是残渣带走水分。其减少率视过滤效果而定,一般为 8—10%。

再生酸系蒸馏所得,所以酸的质量高,回收酸再次用于酸洗,像新酸一样,能够保证钢材的酸洗质量。

减压蒸发从废液中回收硝酸、氢氟酸,按运转测定的数据计算是有盈余的,每回收 1 吨酸洗液盈余 300 元,这套设备每天可回收 3 吨酸洗液,即每年盈余 30 余万元,半年即能收回全部基建设备投资。

W-I 型 电 解 池

吴 振 庭

用于阳极溶出伏安法 (ASV) 的电解池,种类较多,生产上常用的多为单杯型电解池或由 Lingane-Laitinen 所设计的 H 型电解池,致使 ASV 法的操作手续繁杂,生产效率过低,甚至影响灵敏度、重现性与稳定性。

在应用 ASV 法分析测定痕量元素时,如

何降低电解池的电压降,增加参比电极的不极化程度,并使其电位稳定,这是很重要的。此外还要注意选择和固定所用电解池的几何形状,这对于 ASV 法来说也是不容忽视的。为此我们设计了 W-I 型电解池,并用于 ASV 法,经实践证明,效果良好。仅以 W-I 型电