



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
**18.12.2013 Patentblatt 2013/51**

(51) Int Cl.:  
**C23C 2/30 (2006.01)**

(21) Anmeldenummer: **13003045.5**

(22) Anmeldetag: **14.06.2013**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**BA ME**

(72) Erfinder:  
• **Schmelz, Frank**  
**45657 Recklinghausen (DE)**  
• **Schmelz, Dirk**  
**45657 Recklinghausen (DE)**

(30) Priorität: **15.06.2012 DE 102012011777**  
**10.07.2012 DE 102012013588**

(74) Vertreter: **Von Rohr**  
**Patentanwälte Partnerschaft**  
**Rüttenscheider Straße 62**  
**45130 Essen (DE)**

(71) Anmelder: **RAM Engineering + Anlagenbau GmbH**  
**45894 Gelsenkirchen (DE)**

(54) **Anlage zur kontinuierlichen Aufbereitung von Eisen enthaltendem Flussmittel**

(57) Dargestellt und beschrieben ist eine Anlage (1) zur kontinuierlichen Aufbereitung von Eisen enthaltendem Flussmittel (2) zur Behandlung von eisenhaltigen Metalloberflächen vor der Verzinkung eingesetztem Flussmittel (2) durch Zugabe eines Oxidationsmittels, insbesondere von Wasserstoffperoxid, zur Umwandlung von Eisen(II)chlorid in Eisen(III)hydroxid, und gegebenenfalls durch Zugabe wenigstens eines weiteren chemischen Stoffes, mit wenigstens einem mit einem Flussmittelbecken verbindbaren oder verbundenen Sedimentationsbehälter (3, 4) zum Absetzen von Eisen(III)hydroxid, mit wenigstens einer mit dem Sedimentationsbehälter (3, 4) verbundenen Filtereinrichtung zum Abscheiden von Eisen(III)hydroxid, mit wenigstens einem das Oxidationsmittel enthaltenden und mit dem Sedimentationsbehälter (3, 4)

verbundenen Oxidationsmittelbehälter (8), mit wenigstens einer Meßeinrichtung (14a) zur kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Messung der Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel (2) und mit einer Regeleinrichtung zur Regelung der Zugabe des Oxidationsmittels zum Flussmittel (2) in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration, wobei die Regeleinrichtung derart ausgebildet und eingestellt, dass eine Oxidationsmittelzugabe vorzugsweise automatisch bei Erreichen eines vorgegebenen oberen Grenzwertes der Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel (2) und lediglich solange erfolgt, bis die Eisen(II)chloridkonzentration und/oder die Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel (2) einen unteren Grenzwert erreicht oder unterschritten hat.

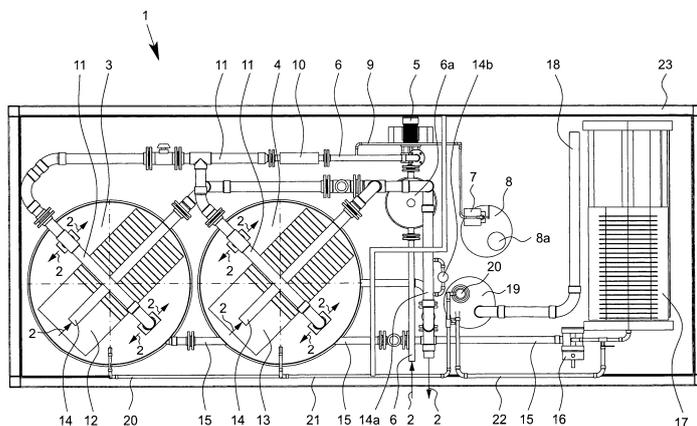


Fig. 1

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft eine Anlage zur kontinuierlichen Aufbereitung von Eisen enthaltendem und zur Behandlung von eisenhaltigen Metalloberflächen vor der Verzinkung eingesetztem Flussmittel durch Zugabe eines Oxidationsmittels, insbesondere von Wasserstoffperoxid, zur Umwandlung von Eisen(II)chlorid in Eisen(III)hydroxid, und gegebenenfalls durch Zugabe wenigstens eines weiteren chemischen Stoffes.

**[0002]** Zur Erzielung eines qualitativ hochwertigen Zinküberzugs werden die zu verzinkenden Werkstücke vor dem Feuerverzinken in mehreren Prozessstufen vorbehandelt. Zunächst ist eine Entfettungsstufe vorgesehen, um organische Verunreinigungen zu entfernen. Es folgt eine Beizstufe zur sauren Entfernung oxidischer Verunreinigungen. Anschließend durchlaufen die Werkstücke nach Spülung eine Vorbehandlungsstufe in einem Flussmittelbecken, das ein Flux- bzw. Flussmittel enthält. Zweck dieses Bades ist es, die Werkstücke auf dem Weg zum Zinkbad und beim Trocknen vor Korrosion zu schützen.

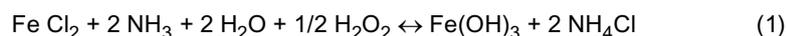
**[0003]** Flussmittel-Lösungen sind wässrige Salzlösungen mit einem Salzgehalt von beispielsweise 300 bis 500 g/l. Hauptbestandteile dieser Flussssalze sind Zinkchlorid und Ammoniumchlorid. Zusätzlich können in geringem Umfang verschiedene Alkali- und Erdalkalimetallchloride (beispielsweise KCl, NaCl, MgCl<sub>2</sub>, CaCl<sub>2</sub>) enthalten sein.

**[0004]** Beim Trockenverzinken wird das Flussssalz durch Eintauchen des Werkstücks in die Flussmittellösung auf das Verzinkungsgut aufgebracht. Schon beim Trocknen tritt durch die Bildung von Hydroxozinksäuren eine bestimmte Beizwirkung auf. Beim Eintauchen in den Zinkkessel wird das aufgetrocknete Flussssalz zum Schmelzen gebracht. Der Schmelzpunkt der Flussssalze liegt deutlich unter der Temperatur des Zinkbades (etwa 450 °C), so dass die Flussssalze schnell ihre Beizwirkung entfalten können. Die Beizwirkung beruht auf der Freisetzung von Salzsäure, die sich bevorzugt im Temperaturbereich von 250 bis 320 °C aus Ammoniumchlorid bildet. Die Salzsäure bewirkt dann die Auflösung von oxidischen Verunreinigungen.

**[0005]** Während des Betriebes reichert sich in der Flussmittellösung Eisen an, das aus den Beizbädern stammt. In der Beize reichert sich Eisen in der Form von FeCl<sub>2</sub> an, wobei die Eisengehalte in der Größenordnung von 100 bis 160 g/l liegen können. In geringem Umfang werden beim Beizen auch Legierungsbestandteile der eingesetzten Stahlsorten in Lösung gebracht. Darüber hinaus ist in dem Fluxbad Salzsäure enthalten, wodurch Eisen- und Legierungselemente in geringen Mengen aus dem Verzinkungsgut herausgelöst werden.

**[0006]** Eisen, das beim Feuerverzinken der Werkstücke mit dem Flussmittelsalz in den Verzinkungskessel eingebracht wird, reagiert mit elementarem Zink und bildet Hartzink, nämlich Eisen-Zink-Mischkristalle, wobei Hartzink im Zinkkessel als Feststoff ausfällt. Bei hohen Eisenkonzentrationen kommt es neben Zinkverlusten zu einer Beeinträchtigung der Verzinkungsqualität. Hartzinkkristalle, die in der Zinkschmelze schwimmen, setzen sich auf die Oberfläche des Verzinkungsgutes und treten dann als Pickel in Erscheinung. Neben Pickeln können auch andere Fehlerscheinungen auftreten.

**[0007]** Um die Entstehung vor allem von Hartzink zu reduzieren, ist es aus dem Stand der Technik bekannt, bei einem Eisen(II)chlorid-Gehalt von 40 bis über 80 g/l verunreinigte Fluxbäder auszutauschen und aufzubereiten. Die Aufbereitung des verbrauchten Flussmittels erfolgt dabei in externen Flussmittelaufbereitungsanlagen, wobei durch Wasserstoffperoxidzugabe das im Flussmittel vorhandene zweiwertige Eisen als Eisen(III)hydroxid ausgefällt und anschließend durch Filtrieren von der Flussmittellösung getrennt werden kann. Bei der Ausfällung läuft die folgende Reaktion (1) ab:



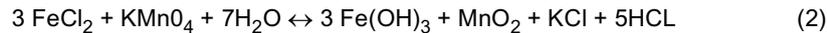
**[0008]** Der entstehende Eisenhydroxidschlamm kann normal deponiert werden.

**[0009]** Darüber hinaus ist aus dem Stand der Technik bekannt, dem Fluxbad kontinuierlich oder diskontinuierlich eine bestimmte Menge zu entnehmen, die in einem separaten Reaktor mit einem alkalischen Bestandteil alkalisch gemacht und mit einem Oxidationsmittel versehen wird, um Eisen(II) zu Eisen(III) zu oxidieren. Dieses Eisen wird in einem vorzugsweise salzsauren Ionenaustauscher gebunden und nach Abtrennung als mit Eisen beladene Reextraktionsäure in das Beizbecken zurückgeführt. Die von Eisen gereinigte Flussmittellösung wird nach diesem Verfahren wieder dem Fluxbad zugeführt.

**[0010]** Bei anderen bekannten Verfahren wird zum Altflux Wasserstoffperoxid und Ammoniak zugegeben, um Eisen auszufallen. Sodann werden mittels Kaliumpermanganat-Zugabe die organischen Verunreinigungen zerstört. Nach Abfiltrieren des Eisenhydroxidschlammes wird enthaltenes Mangan(II) mit Wasserstoffperoxid zu Braunstein oxidiert und durch Filtrierung abgetrennt.

**[0011]** Schließlich ist die Flussmittelaufbereitung unter Verwendung enteisender Fluxsalz-Zusammensetzungen bekannt, wobei die Fluxsalz-Zusammensetzung Zinkchlorid, Alkalimetallchlorid und wenigstens einen oder mehrere alkalische Bestandteile und wenigstens einen oder mehrere in wässriger Lösung Eisen(II) zu Eisen(III) oxidierende Bestandteile enthält. Als alkalischer Bestandteil kann insbesondere Zinkoxid, Alkalimetallhydroxid oder ein Metallcarbonat zum Einsatz kommen. Als oxidierender Bestandteil kommt insbesondere Kaliumpermanganat zum Einsatz. Die bei der Aufbereitung des Flussmittels erforderliche pH-Einstellung des Flussmittels, die Ausfällung von Eisen(III)

hydroxid und die Einstellung eines bestimmten Zinkchlorid/Ammoniumchlorid-Verhältnisses erfolgen so durch Zugabe der Fluxsalz-Zusammensetzung in einem Prozessschritt. Die Enteisung erfolgt gemäß folgender Reaktion (2):



**[0012]** Die entstehende Salzsäure wird durch den alkalisierenden Bestandteil der Fluxsalz-Zusammensetzung neutralisiert.

**[0013]** Die aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren zur Aufbereitung von Flussmittellösungen durch Abscheidung von Eisen erfordern in der Regel einen hohen verfahrenstechnischen Aufwand und sind kostenintensiv. Insbesondere der Verbrauch des dem Flussmittel für die Aufbereitung zugegebenen Oxidationsmittels und sonstiger in Zusammenhang mit der Aufbereitung zugegebener weiterer chemischer Stoffe trägt zu den hohen Kosten der Aufbereitung bei. Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein einfaches Verfahren zur Aufbereitung von Eisen enthaltendem Flussmittel durch Zugabe eines Oxidationsmittels zur Verfügung zu stellen, das sich durch geringe Kosten der Aufbereitung auszeichnet und nach dem Prinzip der Kreislaufführung aus einem Altflussmittel eine im wesentlichen neuwertige Flussmittellösung erhältlich macht.

**[0014]** Zur Lösung der oben genannten Aufgabe weist die erfindungsgemäße Anlage wenigstens einen mit einem Flussmittelbecken verbindbaren oder verbundenen Sedimentationsbehälter zum Ausfällen von Eisen(III)hydroxid auf, wenigstens eine mit dem Sedimentationsbehälter verbundene Filtereinrichtung zum Absetzen bzw. Abscheiden von gebildetem Eisen(III)hydroxid, wenigstens einen das Oxidationsmittel enthaltenden und mit dem Sedimentationsbehälter verbundenen Oxidationsmittelbehälter, wenigstens eine Messeinrichtung zur kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Messung der Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel und eine Regeleinrichtung zur Regelung der Zugabe des Oxidationsmittels zum Flussmittel in Abhängigkeit von der gemessenen Eisenkonzentration, wobei die Mess- und Regeleinrichtung derart ausgebildet ist, dass eine Oxidationsmittelzugabe vorzugsweise automatisch bei Erreichen eines vorgegebenen oberen Grenzwertes der Eisen(II)chloridkonzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel und lediglich so lange erfolgt, bis die Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder die Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel einen unteren Grenzwert erreicht oder unterschritten hat. Steigt die Eisenkonzentration im Flussmittel durch Eiseneinschleppung wieder an, erfolgt dann vorzugsweise automatisch oder manuell gesteuert bei Erreichen des oberen Grenzwertes eine erneute Zugabe des Oxidationsmittels und gegebenenfalls weiterer chemischer Stoffe.

**[0015]** Erfindungsgemäß wird eine interne und kontinuierliche Flussmittelaufbereitung vorgeschlagen, bei der die Zugabe des Oxidationsmittels und, vorzugsweise, der gegebenenfalls weiteren für die Flussmittelaufbereitung erforderlichen zugegebenen Stoffe, nicht kontinuierlich, d. h. durchgehend, erfolgt, sondern erst dann, wenn die Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder die Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel einen vorgegebenen Grenzwert erreicht hat. Dieser Grenzwert kann zwischen 8 bis 20  $\text{g}_{\text{Eisen}}/\text{l}$ , vorzugsweise zwischen 10 bis 15  $\text{g}_{\text{Eisen}}/\text{l}$ , betragen. Der untere Grenzwert kann dagegen auf einen Wert von kleiner 8  $\text{g}_{\text{Eisen}}/\text{l}$  vorzugsweise kleiner 5  $\text{g}_{\text{Eisen}}/\text{l}$ , eingestellt sein. Im Ergebnis wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eine vorzugsweise automatische Zugabe der für die Aufbereitung der Flussmittellösung erforderlichen Reaktionspartner lediglich zwischen einem oberen Konzentrationsgrenzwert und einem unteren Konzentrationsgrenzwert vorgesehen, was eine hohe Wirtschaftlichkeit der Aufbereitung des Flussmittels durch Einsparung von Reaktionsmitteln einerseits und eine die Verzinkung nicht negativ beeinflussende stets geringe Eisenkonzentration im Flussmittel andererseits in einfacher Weise zulässt. Da das Flussmittel erfindungsgemäß nicht in einer externen Aufbereitungsanlage aufbereitet werden muss, sondern vor Ort, insbesondere durch kontinuierliche Kreislaufführung zwischen der erfindungsgemäßen Anlage und dem Flussmittelbecken des Verzinkungsbetriebes, ist es nicht erforderlich, das Flussmittel für die Wiederaufbereitung auszuwechseln oder an eine externe Aufbereitungsanlage zu transportieren. Dies trägt zu niedrigen Aufbereitungskosten bei.

**[0016]** Zur Einstellung eines gewünschten Verhältnisses von Zinkchlorid zu Alkalimetallchlorid, um eine eutektische (niedrigschmelzende) Fluxsalzmischung auf dem Verzinkungsgut zu gewährleisten, kann im Übrigen die erfindungsgemäße Anlage entsprechende Einrichtungen bzw. Mittel zur Messung und/oder vorzugsweise automatischen Einstellung des Zinkchlorid/Alkalimetallchlorid-Verhältnisses und zur vorzugsweise automatischen Zugabe von Zinkchlorid und/oder von Alkalimetallchlorid, insbesondere von Ammoniumchlorid, aufweisen. Die Zugabe von Zinkchlorid und Alkalimetallchlorid kann im Verhältnis von beispielsweise 60:40 vorgesehen sein.

**[0017]** Der Sedimentationsbehälter kann innenliegende Lamellen bzw. einen innenliegenden Lamellenklärer aufweisen, um die Filtrationsfläche zu vergrößern und die Absinkgeschwindigkeit zu verringern. Dadurch wird eine erhebliche Verbesserung bei dem Ausfällen des gebildeten Eisen(III)hydroxids erreicht. Vorzugsweise beträgt die Absetzfläche des Sedimentationsbehälters mehr als 6  $\text{m}^2$ , weiter vorzugsweise mehr als 8  $\text{m}^2$ , insbesondere mehr als 10  $\text{m}^2$ . Die Sinkgeschwindigkeit der Eisen(III)hydroxid-Flocken in dem Sedimentationsbehälter kann durch Einstellung der Prozessbedingungen und durch die Dimensionierung des Sedimentationsbehälters auf weniger als 1 m/h, vorzugsweise weniger als 0,8 m/h, insbesondere weniger als 0,5 m/h, eingestellt sein.

**[0018]** Eine intensive Vermischung des Oxidationsmittels aus dem Oxidationsmittelbehälter und gegebenenfalls wei-

terer für die Flussmittelaufbereitung erforderlicher Reaktionspartner mit dem Flussmittel aus dem Flussmittelbecken kann in einem statischen Mischer erfolgen, von dem aus das Gemisch aus Oxidationsmittel und Flussmittel zum Sedimentationsbehälter geleitet wird. In dem statischen Mischer kommt es zur Bildung von Eisen(III)hydroxid. Die Verwendung eines statischen Mixers trägt zu einem einfachen Aufbau und einer einfachen Verfahrensführung beim Betrieb der erfindungsgemäßen Anlage bei.

**[0019]** Von dem Boden des Sedimentationsbehälters wird eisen(III)hydroxidhaltiger Schlamm zur Filtereinheit transportiert, wobei, vorzugsweise, die Filtereinheit als (Kammer-)Filterpresse ausgebildet sein kann, so dass es möglich ist, den in der Filterpresse gebildeten Filterkuchen stark zu entwässern. Die Entwässerung erfolgt vorzugsweise bis zum Erreichen eines absoluten Feuchtegehaltes von weniger als 40 Gcw.-%, vorzugsweise weniger als Gew.-35 %, insbesondere weniger als Gew.-30 %, jeweils bezogen auf das Gewicht des im Filterkuchen enthaltenen Wassers zum Gesamtgewicht des Filterkuchens.

**[0020]** Zum Fördern des eisen(III)hydroxidhaltigen Schlammes aus dem Sedimentationsbehälter in die Filtereinheit kann wenigstens eine Pumpe, insbesondere eine Membranpumpe, vorgesehen sein. Es versteht sich, dass der aus dem Sedimentationsbehälter abgeführte Schlamm eine entsprechende Pumpfähigkeit aufweisen muss. Mit der Pumpe wird ein Druckniveau vorzugsweise zwischen 4 und 20 bar, insbesondere zwischen 6 und 12 bar, aufgebaut. Dadurch wird eine hohe Abscheideleistung der Eisen(III)hydroxid-Flocken in der Filterpresse sichergestellt.

**[0021]** Die erfindungsgemäße Anlage ist insbesondere transportabel ausgebildet, so dass eine kontinuierliche Flussmittelaufbereitung direkt vor Ort an einem Verzinkungsbetrieb erfolgen kann. Hier kann die Anlage in einen transportablen Container integriert sein. Dies vereinfacht den Transport der erfindungsgemäßen Anlage zu verschiedenen Verzinkungsbetrieben.

**[0022]** Zweckmäßige Ausgestaltungen und Vorteile der Erfindung sind Gegenstand der nachfolgenden Beschreibung eines Ausführungsbeispiels der Erfindung unter Bezug auf die Figuren der Zeichnung. In der Zeichnung zeigen

Fig. 1 eine schematische Draufsicht auf eine erfindungsgemäße Anlage ausgebildet zur kontinuierlichen Aufbereitung von Eisen enthaltendem Flussmittel und

Fig. 2 eine schematische Darstellung der in Fig. 1 gezeigten Anlage von der Seite.

**[0023]** In den Figuren 1 und 2 ist schematisch eine Anlage 1 gezeigt, die zur kontinuierlichen Aufbereitung eines Flussmittels 2 ausgebildet ist, wobei dem Flussmittel 2 zur Abscheidung von Eisen ein Oxidationsmittel, vorzugsweise Wasserstoffperoxid, und ein alkalischer Bestandteil, vorzugsweise Ammoniak, zugegeben wird. Die Ammoniakzugabe dient zur Einstellung des pH-Wertes des Flussmittels 2 vorzugsweise auf einen Wert zwischen 3,5 und 4, während durch Wasserstoffperoxid das im Flussmittel 2 vorhandene zweiwertige Eisen als Eisen(III)hydroxid ausgefällt wird. Das Flussmittel 2 stammt aus einem nicht dargestellten Flussmittelbecken einer Verzinkungsanlage, die einem Verzinkungskessel vorgeschaltet ist. Durch die Abscheidung von Eisen aus dem Flussmittel 2 wird die Bildung von Hartzink im Verzinkungskessel beim Feuerverzinken eines Werkstücks verringert und eine sehr gute Verzinkungsqualität gewährleistet. Zudem werden die Zinkverluste gering gehalten. Zur Abtrennung des ausgefallenen Eisen(III)hydroxids von dem Flussmittel 2 sind zwei Sedimentationsbehälter 3,4 vorgesehen.

**[0024]** Die Zugabe von Ammoniak kann direkt am Flussmittelbecken händisch vorgenommen werden. Im Rahmen einer ersten händischen Messung, vor der Inbetriebnahme, werden der pH-Wert und Redoxwert am Flussmittelbecken festgestellt. Danach wird am Flussmittelbecken Ammoniak hinzugegeben. Dieser Vorgang wiederholt sich in der Regel 14-tägig und wird durch die Verzinkerei selber vorgenommen. Es versteht sich, dass auch hier eine automatische Messung und Zugabe von Ammoniak vorgesehen sein kann.

**[0025]** Auch ist es möglich, dass die Ammoniakzugabe in der Anlage 1 erfolgt.

**[0026]** Mit einer Pumpe 5 wird das Flussmittel 2 zunächst über eine Ansaugleitung 6 aus dem Flussmittelbecken angesaugt. Hierbei saugt die Pumpe 5 das Flussmittel 2 über einen Ansaugbehälter 6a an, der für einen Höhenausgleich vorgesehen ist und sicherstellt, dass es nicht zu einem rückwertigen Leerlaufen kommt.

**[0027]** Das Oxidationsmittel wird mit einer weiteren Pumpe 7 einem Oxidationsmittelbehälter 8 entnommen und über eine Zufuhrleitung 9, die in der Ansaugleitung 6 mündet, dem Flussmittel 2 zugegeben. Über eine mit einem Deckel 8a verschließbare Öffnung lässt sich der Oxidationsmittelbehälter 8 manuell befüllen. Die mögliche Zugabe von Ammoniak zur pH-Einstellung ist in den Figuren 1 und 2 nicht dargestellt.

**[0028]** In einem statischen Mischer 10 kommt es zur intensiven Vermischung des Flussmittels 2 mit dem Oxidationsmittel und zur leichten Ausflockung von Eisen(III)hydroxid. Die Verweilzeit in dem statischen Mischer 10 beträgt zwischen 0,01 bis 0,5 m/sec., vorzugsweise 0,02 m/sec., da es durch die Reaktion zu einer Temperaturerhöhung des Flussmittels 2 kommt. Eine Temperaturmessung kann nach dem statischen Mischer vorgesehen sein, die bei Temperaturüberschreitung, dass heißt bei Temperaturen von mehr als 80 °C, vorzugsweise von 85 bis 90 °C, die Zudosierung des Oxidationsmittels abschaltet. Über den bereits stattfindenden Kreislauf werden über das Flussmittel 2 die Rohrleitungen gekühlt.

**[0029]** Das mit dem Oxidationsmittel vermischte Flussmittel 2 wird über Austragsleitungen 11 in die Sedimentations-

behälter 3, 4 überführt. Der zweite Sedimentationsbehälter 4 kommt vorzugsweise lediglich bei größeren aufzubereitenden Flussmittelmengen zum Einsatz. Die Sedimentationsbehälter 3, 4 weisen innenliegende Lamellenkehrer 12, 13 auf, die zur Vergrößerung der Filtrationsfläche und zur Verringerung der Absetzgeschwindigkeit des ausgefällten Eisen(III)hydroxids vorgesehen sind.

**[0030]** Über die Öffnungen von Überlaufleitungen 14 am Kopf der Sedimentationsbehälter 3, 4 gelangt das eisenarme aufbereitete Flussmittel 2 in eine Rücklaufleitung 14a und wird dem Flussmittelbecken wieder zugeführt.

**[0031]** Über eine Absaugleitung 15 wird mit einer Membranpumpe 16 eisen(III)hydroxidhaltiger Schlamm vom Boden der Sedimentationsbehälter 3, 4 abgesaugt und in eine Kammerfilterpresse 17 mit einem Druck von 6 bis 12 bar gefördert. In der Kammerfilterpresse 17 werden die gebildeten Eisen(III)hydroxid-Flocken durch Filtrieren von dem Flussmittel 2 getrennt, wobei der Wassergehalt des gebildeten Filterkuchens vorzugsweise auf weniger als 10 Gew.% verringert wird.

**[0032]** Über eine Filtratablaufleitung 18 gelangt gereinigtes Flussmittel als Filtrat in einen Filtratablaufbehälter 19. Die Filtratablaufleitung 18 ist als geschlossene Rohrleitung ausgebildet, wobei Schläuche von den Membranplatten der Kammerfilterpresse 17 in die Rohrleitung münden, so dass ein ungewollter Austritt von Filtrat nicht stattfinden kann. Das Filtrat wird mit einer dritten Pumpe 20 angesaugt und über Rücklaufleitungen 21 in die Sedimentationsblätter 3, 4 gefördert.

**[0033]** Die gezeigte Anlage 1 kann wenigstens eine Messeinrichtung 14b zur kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Messung der Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel und eine ebenfalls nicht gezeigte Regeleinrichtung zur Regelung der Zugabe des Oxidationsmittels zum Flussmittel 2 in Abhängigkeit von den gemessenen Konzentrationen aufweist. Hierbei sind die Messeinrichtung 14b und die Regeleinrichtung derart ausgebildet, dass eine Oxidationsmittelzugabe vorzugsweise automatisch bei Erreichen eines vorgegebenen oberen Grenzwertes der Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel 2 und lediglich solange erfolgt, bis die Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder die Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel 2 einen unteren Grenzwert erreicht oder unterschreitet. Wird durch Einschleppung von Eisen erneut der obere Grenzwert erreicht, kann automatisch oder manuell gesteuert wiederum eine Oxidationsmittelzugabe erfolgen. Es versteht sich, dass Entsprechendes auch für die Zugabe eines alkalisierenden Bestandteils gelten kann.

**[0034]** Vorzugsweise wird die Reduzierung der Eisen(II)chlorid-Konzentration in der Rücklaufleitung 14a über eine Redoxmessung gemessen. Über einen voreingestellten Wert, den es zu erreichen gilt, wird die Dosierpumpe 7 zu- bzw. abgeschaltet.

**[0035]** Für einen Druckabbau zwischen dem Filtratablaufbehälter 19 und der Kammerfilterpresse 17 ist eine Entspannungsleitung 22 vorgesehen.

**[0036]** Die Anlage 1 kann in einem Gestell bzw. Container 23 angeordnet sein, so dass ein Transport und ein Standortwechsel in einfacher Weise möglich sind.

## Patentansprüche

1. Anlage (1) zur kontinuierlichen Aufbereitung von Eisen enthaltendem und zur Behandlung von eisenhaltigen Metalloberflächen vor der Verzinkung eingesetztem Flussmittel (2) durch Zugabe eines Oxidationsmittels, insbesondere von Wasserstoffperoxid, zur Umwandlung von Eisen(II)chlorid in Eisen(III)hydroxid, und gegebenenfalls durch Zugabe wenigstens eines weiteren chemischen Stoffes, mit wenigstens einem mit einem Flussmittelbecken verbindbaren oder verbundenen Sedimentationsbehälter (3, 4) zum Absetzen von Eisen(III)hydroxid, mit wenigstens einer mit dem Sedimentationsbehälter (3, 4) verbundenen Filtereinrichtung zum Abscheiden von Eisen(III)hydroxid, mit wenigstens einem das Oxidationsmittel enthaltenden und mit dem Sedimentationsbehälter (3, 4) verbundenen Oxidationsmittelbehälter (8), mit wenigstens einer Messeinrichtung (14a) zur kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Messung der Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel (2) und mit einer Regeleinrichtung zur Regelung der Zugabe des Oxidationsmittels zum Flussmittel (2) in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration, wobei die Regeleinrichtung derart ausgebildet und eingestellt ist, dass eine Oxidationsmittelzugabe vorzugsweise automatisch bei Erreichen eines vorgegebenen oberen Grenzwertes der Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel (2) und lediglich solange erfolgt, bis die Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder die Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel (2) einen unteren Grenzwert erreicht oder unterschritten hat.

2. Anlage nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der obere Grenzwert der Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel (2) auf einen Wert zwischen 8 bis 20 g<sub>Eisen</sub>/l, vorzugsweise zwischen 10 bis 15 g<sub>Eisen</sub>/l eingestellt ist.

3. Anlage nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** der untere Grenzwert der Eisen(II)chlorid-Konzentration und/oder der Eisen(III)hydroxid-Konzentration im Flussmittel (2) auf einen Wert von kleiner oder gleich

## EP 2 674 507 A2

8 g<sub>Eisen</sub>/l, vorzugsweise kleiner oder gleich 5g<sub>Eisen</sub>/l, eingestellt ist.

4. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Sedimentationsbehälter (3, 4) innen liegende Lamellen aufweist.
- 5
5. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Absetzfläche des Sedimentationsbehälters (3, 4) mehr als 6 m<sup>2</sup>, vorzugsweise mehr als 8 m<sup>2</sup>, insbesondere mehr als 10 m<sup>2</sup>, beträgt.
- 10
6. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Sinkgeschwindigkeit der Eisen(III)hydroxid-Flocken im Sedimentationsbehälter (3, 4) von weniger als 1 m/h, vorzugsweise weniger als 0,8 m/h, insbesondere weniger als 0,5 m/h, erreicht wird.
- 15
7. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein statischer Mischer (10) zur Vermischung des Oxidationsmittels aus dem Oxidationsmittelbehälter (8) mit dem Flussmittel (2) vorgesehen ist.
- 20
8. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Filtereinheit als Kammerfilterpresse (17) ausgebildet ist und dass der in der Kammerfilterpresse (17) gebildete Filterkuchen einen absoluten Feuchtegehalt von weniger als 40 Gew.%, vorzugsweise weniger als 35 Gew.%, insbesondere weniger als 30 Gew.%, aufweist.
- 25
9. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Filtereinheit eine Pumpe, insbesondere eine Membranpumpe (16), vorgeschaltet ist zur Förderung von Eisen(III)hydroxid enthaltendem Schlamm aus dem Sedimentationsbehälter (3, 4) in die Filtereinheit, wobei der Förderdruck des Schlammes auf einen Druck zwischen 4 und 20 bar, insbesondere zwischen 6 und 12 bar, eingestellt ist.
- 30
10. Anlage nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Anlage transportabel ausgebildet ist.
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55

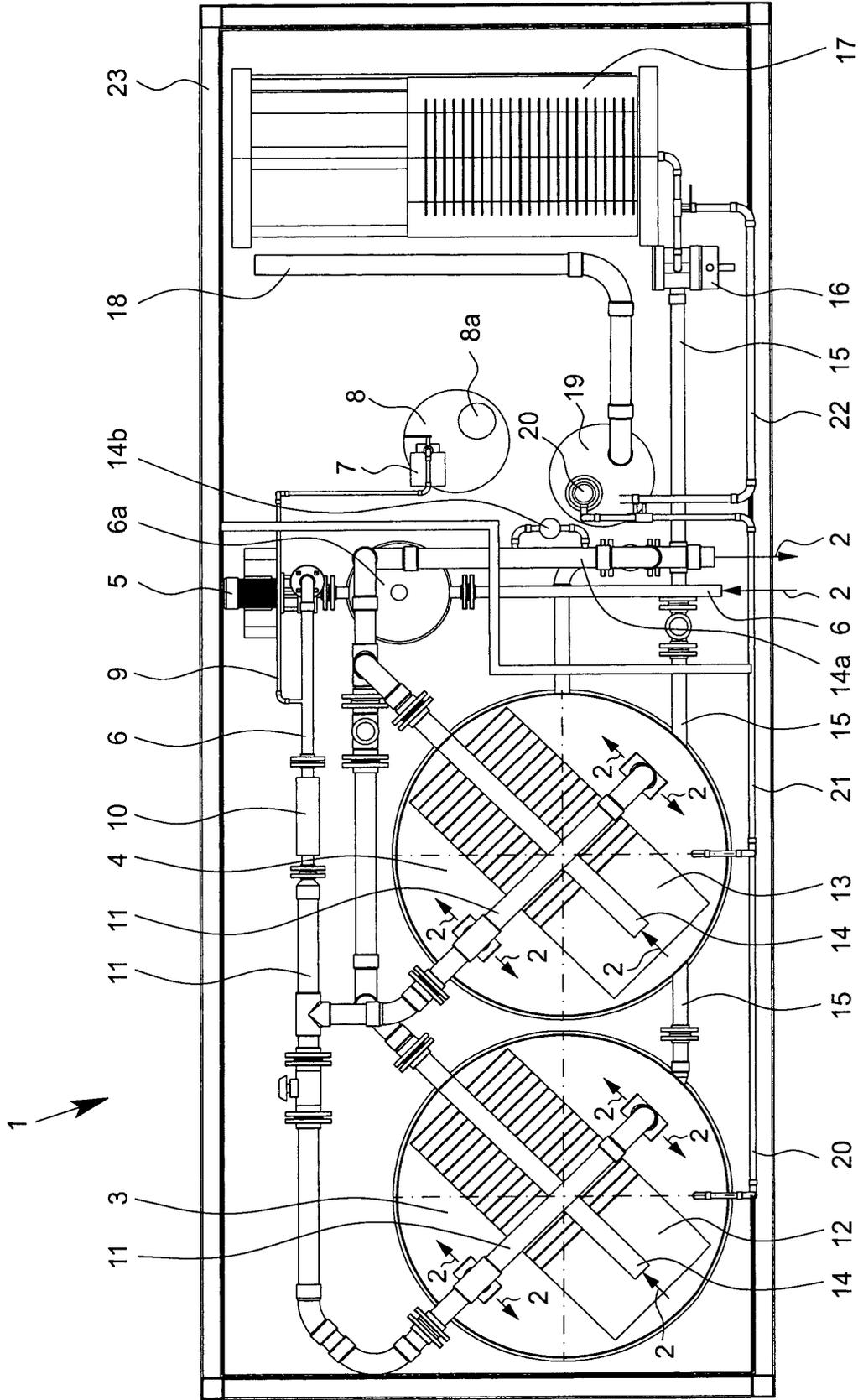


Fig. 1

