

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 800 590 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
17.04.2002 Patentblatt 2002/16

(51) Int Cl.7: **C22B 13/06**, C22B 9/05,
C22B 9/10

(21) Anmeldenummer: **95942152.0**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP95/04941

(22) Anmeldetag: **13.12.1995**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 96/21049 (11.07.1996 Gazette 1996/31)

(54) **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR TRENNUNG EINER SPEZIFISCH LEICHTEREN PHASE VON EINER SPEZIFISCH SCHWEREREN FLÜSSIGEN PHASE**

PROCESS AND DEVICE FOR SEPARATING A SPECIFICALLY LIGHTER PHASE FROM A
SPECIFICALLY HEAVIER LIQUID PHASE

PROCEDE ET DISPOSITIF POUR SEPARER UNE PHASE SPECIFIQUEMENT PLUS LEGERE
D'UNE PHASE LIQUIDE SPECIFIQUEMENT PLUS LOURDE

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE DE DK ES FR GB IT SE

• **SCHIERLE, Thomas**
52159 Roetgen (DE)

(30) Priorität: **07.01.1995 DE 19500266**

(74) Vertreter: **LENZING GERBER**
Patentanwälte
Münsterstrasse 248
40470 Düsseldorf (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
15.10.1997 Patentblatt 1997/42

(73) Patentinhaber: **"Berzelius" Stolberg GmbH**
52224 Stolberg (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 039 035
EP-A- 0 633 324
DE-A- 3 831 898
FR-A- 2 276 385

EP-A- 0 099 711
DE-A- 1 915 488
FR-A- 2 201 346
GB-A- 2 115 009

(72) Erfinder:
• **HEERING, Jürgen**
52222 Stolberg (DE)

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 0 800 590 B1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Trennung einer spezifisch leichteren Phase von einer spezifisch schwereren flüssigen Phase. Als Ausgangsmaterial, bei dem eine Phasentrennung erfolgt, ist im Sinne der Erfindung einphasige Flüssigkeit oder Schmelze, bei denen sich durch Zugabe von Reagenzien zwei Phasen bilden, sowie eine flüssig-flüssig- oder eine fest-flüssig-Suspension zu verstehen.

[0002] Ausgangsmaterial wie z.B. Werkblei und anderes verunreinigtes Blei wie Altblei und Bleilegierungen enthalten als Verunreinigungen Begleitmetalle, die zur Erzeugung von reinem Blei entfernt werden müssen. Verunreinigungen, die abgetrennt werden können wie z.B. Sb, As, Sn, Ti, Zn, Ca und Mg werden durch Einleiten von Reagenzien in eine im Blei wenig lösliche spezifisch leichtere Phase wie z.B. der Oxidphase überführt, die sich auf der Oberfläche der spezifisch schwereren flüssigen Phase wie z.B. Blei sammelt und von dieser Phase abgezogen wird. Die spezifisch leichtere Phase kann in flüssigem oder festem Zustand anfallen.

[0003] Der Abzug einer Oxidphase kann manuell durch Abschöpfen mittels Lochkellen oder Abziehen auf einer schrägen Rampe erfolgen, wie in der DE-PS 33 03 810 beschrieben.

[0004] In der DE-PS 30 16 160 wird ein Abzug mittels eines Schneckenförderers beschrieben.

[0005] Aus der CA-PS 10 11 108 ist es bekannt, eine feinkörnige Oxidphase aufzulockern und dabei gleichzeitig pneumatisch abzusaugen.

[0006] Diese Verfahren haben den Nachteil, daß die abgezogene spezifisch leichtere Phase einen relativ hohen Anteil an spezifisch schwererer Phase, nämlich Blei, aufweist.

[0007] Aus der DE-PS 38 31 898 ist ein Verfahren zur Entfernung von As, Sn und Sb bekannt, bei dem in einem mit Werkblei gefüllten Schmelzkessel ein offenes Rohr angeordnet ist, dessen oberes Ende über der Oberfläche des Bleibades liegt und das ein kleines Volumen, bezogen auf das Bleibad, aufweist. In das obere Ende des Rohres wird aus dem Bleibad Blei in turbulentem Strom gepumpt und gleichzeitig technischer Sauerstoff eingeleitet. Um dieses Rohr herum ist ein zweites größeres Rohr angeordnet, in welches das mit Sauerstoff innig vermischte Blei aus dem unteren Ende des kleinen Rohres fließt. Das größere Rohr dient als Beruhigungsraum, in dem die erzeugte Oxidphase vom Blei abgetrennt wird und zur Oberfläche aufschwimmt. Das abgetrennte Blei fließt unten aus dem größeren Rohr in das Bleibad zurück. Die aufgeschwommene Oxidphase fließt oben aus dem größeren Rohr über eine Rinne ab. Bei diesem Verfahren erfolgt die Reaktion des Sauerstoffs nur in einem sehr kleinen Volumen des Werkbleis, und es wird kein thermodynamisches Gleichgewicht im ganzen Werkblei des Schmelzkessels erzielt.

[0008] Die EP-A-0 099 711 betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Entfernung von Zinn aus in einem Re-

aktionsgefäß befindlichen Bleischmelze, indem die Bleischmelze mit Chlor und Sauerstoff versetzt wird, so daß sich eine zinnhaltige Schlacke bildet, die im Gemisch mit Blei in der Nähe des Bodens des Reaktionsgefäßes entnommen und zur Trennung des Bleis von der zinnhaltigen Schlacke einer aus dem Reaktionsgefäß befindliche Beruhigungszone aufgegeben wird. Über die verfahrenstechnische Ausbildung sowie über die Entfernung der Schlacke sind für diesen Fall jedoch keine näheren Hinweise offenbart.

[0009] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine möglichst weitgehende Trennung einer spezifisch leichteren Phase von einer spezifisch schwereren flüssigen Phase in wirtschaftlich und technisch einfacher Weise zu ermöglichen.

[0010] Die Lösung der Aufgabe erfolgt erfindungsgemäß durch den Merkmale Anspruchs 1 und 9.

[0011] Das in die Suspension eingetauchte Rohr kann einen beliebigen Querschnitt wie z.B. rund, viereckig, vieleckig, oval usw. aufweisen. Das Rohr wird vorzugsweise vertikal in der Suspension angeordnet. Es kann aber auch geneigt oder geknickt angeordnet werden. Das untere Ende des Rohres wird mindestens so tief in der Suspension angeordnet, daß sich unter der im Rohr aufgeschwommenen spezifisch leichteren Phase eine strömungsmechanisch beruhigte Entmischungszone bilden kann, in der sich die spezifisch schwerere flüssige Phase und die spezifisch leichtere Phase entmischen. Das Rohr wird vorzugsweise am Rande des Gefäßes und herausnehmbar angeordnet. Das untere Ende des Rohres mit erweitertem Querschnitt ausgebildet. Das Volumen des Rohres ist im Vergleich zum Volumen des Gefäßes sehr gering und liegt im allgemeinen unter 2 %. Bei der innigen Durchmischung der Suspension gelangt die spezifisch leichtere Phase unter das Niveau der Unterkante des Rohres. Spezifisch leichtere Phase, die oberhalb dieses Niveaus aufschwimmt, wird somit wieder in die Schmelze eingezogen. Die Mischung der Suspension erfolgt vorzugsweise durch einen in die Suspension eingetauchten mechanischen Rührer. Das Verfahren kann kontinuierlich, halbkontinuierlich oder diskontinuierlich durchgeführt werden. Das Gefäß kann von außen gekühlt werden, z.B. durch Blasen von Luft auf den Außenmantel. Dadurch kann der Durchsatz erhöht werden.

[0012] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß das Rohr am Rande des Gefäßes angeordnet ist und Suspension mit einem im Bereich der Mitte des Gefäßes angeordneten Rührer innig vermischt wird. Durch die Anordnung des Rührers in der Mitte des Gefäßes wird eine charakteristische optimale Strömung in der Suspension erzielt, wobei die Suspension in der Mitte des Kessels zum Rührer trichterförmig herabgezogen wird, zum Boden strömt und im Bereich der Wand nach oben strömt. Weiterhin führt die Suspension eine Drehbewegung im Gefäß um den Rührer herum aus, die sich nach der Drehbewegung des Rührers richtet. Durch die Anordnung des Rohres am Rande des

Gefäßes liegt die untere Öffnung des Rohres in der aufwärts gerichteten Strömung der Suspension.

[0013] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß mindestens ein Reagenz in die Suspension von dem Rohr räumlich getrennt im abwärts gerichteten Teil der durch das Rühren erzeugten Strömung eingeleitet wird. Durch die Zugabe der Reagenzien kann bei einer vorhandenen Suspension eine beschleunigte Phasentrennung erfolgen oder durch Reaktion der Reagenzien der Anteil der spezifisch leichteren Phase erhöht werden. Bei einem einphasigen Ausgangsmaterial wird durch die Reaktion des Ausgangsmaterials mit den Reagenzien die spezifisch leichtere Phase erzeugt. Durch die Einleitung von mindestens einem Reagenz wie z.B. einem sauerstoffhaltigen Gas im abwärts gerichteten Teil der Strömung wird der Sauerstoffgehalt der Gase weitgehend für die Oxidation ausgenutzt, weil die Verweilzeit des Sauerstoffs in der Suspension länger ist. Vorzugsweise erfolgt die Einleitung so, daß die Reagenzien wie z.B. sauerstoffhaltiges Gas möglichst keinen Einfluß auf die Beruhigungszone im Rohr ausüben. Dies geschieht dadurch, daß die Reagenzien an einer Stelle in die Suspension eingeleitet werden, die in Drehrichtung der Strömung der Suspension soweit vor dem Rohr liegt, daß die Reaktion des Reagenzes in der Suspension beendet ist, wenn die Suspension das Rohr erreicht. Die Einleitung der Reagenzien in die Suspension kann durch eine eingetauchte Lanze, durch die Hohlwelle des Rührers oder durch einen Spülstein mit Zuleitung von unten erfolgen. Es können auch mehrere Lanzen oder Spülsteine zur Einleitung der Reagenzien angeordnet werden.

[0014] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß die Suspension von oben in eine auf dem Boden des Gefäßes in der Suspension angeordneten abgegrenzten Beruhigungszone eintritt, die Suspension sich in Phasen trennt, die spezifisch leichtere Phase in die Suspension zurückgeht und die spezifisch schwerere flüssige Phase kontinuierlich abgezogen wird und Ausgangsmaterial kontinuierlich zugegeben wird. Die abgegrenzte Beruhigungszone kann z.B. aus einem Siphon bestehen, dessen einer Schenkel vertikal mit der Öffnung nach oben in der Suspension angeordnet ist und dessen anderer Schenkel über den Rand des Gefäßes als Auslauf angeordnet ist. Die Suspension fließt in die Öffnung des vertikalen Schenkels, in dem dann eine Beruhigung und Phasentrennung eintritt. Die spezifisch leichtere Phase schwimmt auf und tritt wieder in die Suspension im Gefäß ein. Die spezifisch schwerere flüssige Phase sinkt ab und fließt über den anderen Schenkel aus dem Gefäß ab. Diese Anordnung ergibt gleichzeitig eine automatische Füllstandsregelung der Suspension im Gefäß. Die abgegrenzte Beruhigungszone kann auch durch ein vertikal auf dem Boden des Gefäßes angeordnetes Rohr gebildet werden, in das die Suspension von oben eintritt und aus dem die spezifisch schwerere flüssige Phase unten durch den Boden des Gefäßes in geregelter Menge ab-

gezogen wird.

[0015] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß das Rohr in das Reaktionsgefäß nach Reaktionsbeginn eingesetzt wird. Durch diese Maßnahme wird vorteilhafterweise erreicht, daß die Phasentrennung erst nach Erreichen einer erforderlichen Temperatur eingeleitet wird.

[0016] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß das Rohr in das Reaktionsgefäß nach vollständigem Ablauf der Reaktion eingesetzt wird. Durch diese Maßnahme wird verhindert, daß bei träge verlaufenden Reaktionen nicht abreagierte Reagenzien aus der Suspension abgezogen werden.

[0017] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß die Temperatur im Reaktionsgefäß durch Zugabe von Ausgangsmaterial konstant gehalten wird. Die beispielsweise bei einer exothermen Reaktion freiwerdende Wärmemenge und der entsprechende Anstieg der Temperatur in einer Suspension wird durch Zugabe von Ausgangsmaterial mit entsprechend niedriger Temperatur aufgefangen. Dadurch kann die Durchsatzleistung des Gefäßes optimiert werden.

[0018] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß als Ausgangsmaterial Werkblei oder Blei mit einem oder mehreren Metallen wie Sb, As, Sn, Ti, Zn, Ca und Mg und ein oder mehrere Reagenzien wie sauerstoffhaltige Gase, sauerstoffhaltige Verbindungen, chlorhaltige Gase und chlorhaltige Verbindungen eingesetzt werden. Unter dem Ausdruck "Werkblei" ist neben Werkblei jedes andere verunreinigte Blei wie z.B. Altblei und Bleilegierungen zu verstehen. Die Verunreinigungen bestehen aus allen z.B. durch Oxidation von Blei zu trennenden metallischen Elementen wie z. B. Sb, As, Sn, Zn, Ca und Mg. Die Oxidphase der Verunreinigungen kann flüssig sein und selbsttätig aus dem oberen Teil des eingetauchten Rohres abfließen. Sie kann auch einen festen, kleinstückigen Aggregatzustand haben und pneumatisch oder mechanisch aus der oberen Öffnung des eingetauchten Rohres abgezogen werden. Die Erfindung ist insbesondere zur Entfernung von Sb, Sn oder As aus Werkblei geeignet, wobei das Oxidprodukt, das durch die Verfahrensweise flüssig anfällt, selbsttätig abfließt. Weiterhin ist die Erfindung insbesondere für die Nachraffination zur Entfernung von Ca, Mg oder Zn mit NaOH₃ geeignet. Als sauerstoffhaltiges Gas wird insbesondere technisch reiner Sauerstoff verwendet. Es kann auch sauerstoffangereichertes Gas verwendet werden.

[0019] Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist eine Vorrichtung nach dem Merkmale Anspruchs 9 vorgesehen, bestehend aus einem Reaktionsgefäß mit einer Rührvorrichtung, einer Einleitung für Reagenzien und einem Rohr mit offenem oberem Ende und offenem unteren Ende, wobei das obere Ende des Rohres über der Oberfläche der Suspension angeordnet ist und eine Abzugseinrichtung für die spezifisch leichtere Phase aufweist und das untere Ende des Roh-

res als Eintrittsöffnung für die Suspension ausgestaltet ist. In dem Reaktionsgefäß kann eine Suspension wie z.B. ein Bleibad angeordnet sein. Im unteren Teil des Rohres ist eine Beruhigungszone für die Suspension, im mittleren Teil des Rohres ist eine Entmischungszone, im oberen Teil des Rohres sind eine Sammelzone und eine Abzugseinrichtung für die spezifisch leichtere Phase angeordnet.

[0020] Die Vorteile der Erfindung bestehen darin, daß die Suspension wie z.B. Blei eine große Verweilzeit im Gefäß hat, die Reaktion z.B. mit Sauerstoff im ganzen Gefäß erfolgt, Oxidphase und Bleiphasen ständig durchmischt werden und in Kontakt treten und deshalb am thermodynamischen Gleichgewicht gearbeitet werden kann. Die Reaktionsgeschwindigkeit ist groß. Die Durchsatzleistung ist besonders bei kontinuierlicher Arbeitsweise sehr hoch. Das als Trennvorrichtung und Abzugsorgan für die Oxidphase dienende Rohr ist ein sehr einfaches und störunanfälliges Aggregat und ermöglicht trotzdem eine sehr gute und schnelle Trennung der beiden Phasen. Im Rohr befindet sich eine geringe Menge an Oxidphase, so daß auch bei chargenweisem Betrieb ein raffiniertes Blei mit geringen Restmengen an z.B. Oxidphase anfällt. Das Verfahren ist unter anderem zur Entfernung von Sb auf bis < 0,05 % einsetzbar.

[0021] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß das untere Ende des Rohres mit einer Verbreiterung ausgebildet ist.

[0022] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß am Boden des Reaktionsgefäßes ein in das Reaktionsgefäß hineinragendes Rohr mit einem Ventil angeordnet ist.

[0023] Eine vorzugsweise Ausgestaltung der Erfindung besteht darin, daß am Boden des Reaktionsgefäßes ein Siphon angeordnet ist, dessen einer Schenkel vertikal mit der Öffnung nach oben in der Suspension angeordnet ist und dessen anderer Schenkel über den Rand des Reaktionsgefäßes als Ablauf angeordnet ist.

[0024] Die Erfindung wird anhand einer Zeichnung und von Beispielen näher erläutert.

[0025] Die Zeichnung beinhaltet die Fig. 1 bis 5.

[0026] Fig. 1 ist ein Längsschnitt durch ein Reaktionsgefäß mit einem in der Mitte angeordneten mechanischen Rührer und am Rande angeordneten erfindungsgemäßen Rohr.

[0027] Fig. 2 ist ein Längsschnitt durch das Rohr in größerem Maßstab.

[0028] Fig. 3 ist ein Querschnitt gemäß A-A in Fig. 2.

[0029] Fig. 4 ist ein Längsschnitt durch ein Reaktionsgefäß mit einem am Boden des Reaktionsgefäßes angeordneten Siphon.

[0030] Fig. 5 ist ein Längsschnitt durch ein Reaktionsgefäß mit einem am Boden des Reaktionsgefäßes angeordneten Rohr mit einem Ventil.

[0031] In dem Reaktionsgefäß (1), z.B. einem Bleischmelzkessel (Fig. 1), befindet sich eine Suspension (2), z.B. ein Bleibad. In der Mitte der Suspension (2) ist ein mechanischer Rührer (3) angeordnet, dessen Dreh-

richtung durch den Pfeil gekennzeichnet ist. In der Suspension (2) ist das Einleitungsrohr (4) für ein oder mehrere Reagenzien, wie z.B. sauerstoffhaltiges Gas, angeordnet. Am Rande des Reaktionsgefäßes (1) ist das Rohr (5) angeordnet, dessen oberes Ende (6) und unteres Ende (7) offen sind und dessen unteres Ende (7) mit einer Verbreiterung (10) ausgebildet ist. Das obere Ende des Rohres (5) ist über der Oberfläche (8) der Suspension (2) angeordnet. Durch die Drehbewegung des Propellers (11) des Rührers (3) wird durch die Pfeile und gestrichelten Linien angedeutete charakteristische Strömung in der Suspension erzeugt. Gleichzeitig führt die Suspension eine Drehbewegung um den Rührer (3) in Richtung der Drehbewegung des Rührers (3) aus. Durch die Anordnung des Rohres (5) am Rande des Bleischmelzkessels (1) liegt die untere Öffnung des Rohres (7) im aufsteigenden Teil der Strömung, und es tritt eine Suspension einer spezifisch schwereren flüssigen Phase und einer spezifisch leichteren Phase wie z.B. eine Suspension aus Blei- und Oxidphase in das untere Ende (7) ein. In der mit (a) bezeichneten Zone des Rohres (5) erfolgt eine Beruhigung der eingetretenen Suspension ein. In der Zone (b) erfolgt eine Entmischung von spezifisch schwererer flüssiger Phase und spezifisch leichterer Phase. Die spezifisch schwerere flüssige Phase sinkt aus dem Rohr (5) wieder in die Suspension (2) ab, die spezifisch leichtere Phase steigt im Rohr (5) auf, sammelt sich in der Zone (c) und fließt aus dem oberen Ende (6) über die Ablaufrinne (12) aus. Auf dem Reaktionsgefäß (1) ist ein abnehmbarer Deckel (13) mit einer Leitung (14) zum Anschluß an eine Absaugung (9) angeordnet. Das Rohr (5) ist mit Abstandshaltern (15) (Fig. 2) ausgerüstet, die an der Innenwand des Reaktionsgefäßes (1) anliegen. Das obere offene Ende (6) des Rohres (5) kann von einer Haube (16) abgedeckt sein, die an der Seite der Ablaufrinne eine Öffnung hat. Der in Fig. 3 dargestellte Schnitt entlang der Linie A-A zeigt beispielhaft das Verhältnis des Querschnitts des Rohres (5) zu dem Querschnitt der ausgebildeten Verbreiterung (10) im unteren Bereich des Rohres (5). In Fig. 4 wird ein Reaktionsgefäß (1) dargestellt, wobei die abgegrenzte Beruhigungszone durch ein vertikal auf dem Boden des Gefäßes (1) angeordnetes Rohr (17) gebildet wird und die Ablaufrinne des Rohrs (17) ein Ventil (18) aufweist. In Fig. 5 wird ein Reaktionsgefäß (1) dargestellt, wobei die abgegrenzte Beruhigungszone aus einem Siphon (19) besteht, dessen einer Schenkel (20) vertikal mit der Öffnung nach oben in der Suspension angeordnet ist und dessen anderer Schenkel (21) über den Rand des Reaktionsgefäßes (1) als Ablauf (22) angeordnet ist.

[0032] Ein als Bleischmelzkessel ausgestattetes Reaktionsgefäß (1) hat einen Durchmesser von 3,0 m, eine Höhe von 2,5 m und enthält ca. 140 t Bleischmelze. Das Rohr (5) hat eine Länge von 110 cm vom unteren Ende (7) bis zum oberen Ende (6). Der Durchmesser des Rohres (5) beträgt 20 cm und der Durchmesser der Verbreiterung (10) beträgt 50 cm.

Beispiele:

Beispiel 1

[0033] In einem gerührten Behälter wurden 140 t entkupfertes Werkblei mit 0,38 Gew.-% Sb und 2900 g/t Ag durch Einleiten von technisch reinem Sauerstoff nach der beschriebenen Erfindung raffiniert. Der Abstrich lief nach 25 Minuten in einen Tiegel ab. Nach 85 Minuten betrug der Restgehalt des Sb im Pb 0,06 Gew.-%. Die Arbeitstemperatur lag im Bereich von 600 bis 650°C, der Sauerstoffverbrauch bei 130 Nm³. Es wurden 1530 kg Abstrich mit 27,5 Gew.-% Sb und < 10 g/t Ag abgezogen.

Beispiel 2

[0034] Bei der Raffination eines Behälters mit 130 t Werkblei konnte der Sb-Gehalt durch den Einsatz von 130 Nm³ technischem Sauerstoff innerhalb von 60 Minuten um 0,35 Gew.-% gesenkt werden. Durch den Einsatz der beschriebenen Erfindung gelang es, 96 Gew.-% des oxidierten Antimons als Abstrich vom Kessel abzuziehen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Trennung einer spezifisch leichteren Phase von einer spezifisch schwereren flüssigen Phase, wobei eine durch eingesetzte Reagenzien erzeugte Suspension in einem Reaktionsgefäß gerührt wird, die Suspension im Bereich des aufwärts gerichteten Teils der durch das Rühren bewirkten Strömung der Suspension in das untere Ende eines randnah in dem Gefäß angeordneten und von unten und oben offenen Rohrs eintritt, **dadurch gekennzeichnet, dass** das obere Ende des Rohrs und eine damit verbundene Abzugseinrichtung über der Oberfläche der Suspension liegt, die Phasen sich im Rohr trennen, die spezifisch leichtere Phase aus dem oberen Ende des Rohrs bzw. aus der Abzugseinrichtung entfernt wird, die spezifisch schwerere flüssige Phase durch das untere Ende des Rohrs in die Suspension zurückfließt und die spezifisch schwerere flüssige Phase aus dem Reaktionsgefäß abgezogen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Rohr am Rande des Gefäßes angeordnet ist und Suspension mit einem in der Mitte des Gefäßes angeordneten Rührer innig vermischt wird.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** mindestens ein Reagenz in die Suspension von dem Rohr räumlich getrennt im abwärts gerichteten Teil der durch das Rühren er-

zeugten Strömung eingeleitet wird.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** Suspension von oben her in eine auf dem Boden des Gefäßes in der Suspension angeordnete abgegrenzte Beruhigungszone eintritt, die Suspension sich in Phasen trennt, die spezifisch leichtere Phase in die Suspension zurückgeleitet wird und die spezifisch schwerere flüssige Phase kontinuierlich abgezogen wird und Ausgangsmaterial kontinuierlich in die Suspension zugegeben wird.
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Rohr in das Reaktionsgefäß nach Reaktionsbeginn eingesetzt wird.
6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Rohr in das Reaktionsgefäß nach vollständigem Ablauf der Reaktion eingesetzt wird.
7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur im Reaktionsgefäß durch Zugabe von Ausgangsmaterial konstant gehalten wird.
8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** als Ausgangsmaterial Werkblei oder Blei mit einem oder mehreren Metallen wie Sb, As, Sn, Ti, Zn, Ca und Mg und ein oder mehrere Reagenzien wie sauerstoffhaltige Gase, sauerstoffhaltige Verbindungen, chlorhaltige Gase und chlorhaltige Verbindungen eingesetzt werden.
9. Vorrichtung zur Trennung einer spezifisch leichteren Phase von einer spezifisch schwereren flüssigen Phase, bestehend aus einem mit einer Einleitung (4) für Reagenzien versehenen Reaktionsgefäß (1), einer darin angeordneten Rührvorrichtung (3) und einem randnah in dem Reaktionsgefäß angeordneten unten und oben offenen Rohr (5) dessen oberes Ende (6) mit einer Abzugseinrichtung (12) verbunden ist, wobei eine Suspension Mittels der Rührvorrichtung im Reaktionsgefäß gerührt wird, **dadurch gekennzeichnet, dass** das untere Ende (7) des Rohrs (5) einen größeren Querschnitt (10) als der übrige Teil des Rohrs aufweist und das Volumen des Rohrs im Vergleich zum Volumen des Reaktionsgefäßes kleiner 2% ist, die Position des Rohrs so ausgestaltet ist, dass Suspension im Bereich des aufwärts gerichteten Teils der Strömung der Suspension in das untere Ende (7) eintritt, die Phasen sich im Rohr trennen, die spezifisch leichtere Phase aus dem oberen Ende (6) des Rohrs bzw. aus der Abzugseinrichtung entfernt und, die spezifisch schwerere flüssige Phase durch das untere Ende (7) des Rohrs in die Suspension zurück-

fließt.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** auf dem Boden des Reaktionsgefäßes (1) ein in das Reaktionsgefäß hineinragendes Rohr (17) mit einem Ventil (18) angeordnet ist.

11. Vorrichtung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** am Boden des Reaktionsgefäßes (1) ein Siphon (19) angeordnet ist, dessen einer Schenkel (20) vertikal mit der Öffnung nach oben in der Suspension (2) angeordnet ist und dessen anderer Schenkel (21) über den Rand des Reaktionsgefäßes als Ablauf angeordnet ist.

Claims

1. Process for the separation of a specific lighter phase from a specific heavier fluid phase, whereby a suspension, created by introduced reagents, is stirred in a reaction vessel, the suspension in the area of the upwards directed part of the flow of the suspension, induced by stirring, enters into the lower end of a tube, arranged close to the edge in the vessel and open at top and bottom, **characterised in that** the upper end of the tube and a draw-off device connected thereto are located above the surface of the suspension, the phases separate in the tube, the specific lighter phase is removed from the upper end of the tube or from the draw-off device, the specific heavier fluid phase flows back through the lower end of the tube into the suspension, and the specific heavier fluid phase is drawn off from the reaction vessel.

2. Process according to Claim 1, **characterised in that** the tube is arranged at the edge of the vessel, and suspension is mixed internally with a stirring device arranged in the middle of the vessel.

3. Process according to Claim 1 or 2, **characterised in that** at least one reagent is introduced into the suspension from the tube, spatially separated in the downwards directed part of the flow created by the stirring.

4. Process according to Claims 1 to 3, **characterised in that** suspension enters from the top into a delimited stirring zone arranged on the floor of the vessel, the suspension separates into phases, the specific lighter phase is conducted back into the suspension, and the specific heavier fluid phase is continuously drawn off and output material is continuously added into the suspension.

5. Process according to Claims 1 to 4, **characterised in that** the tube is inserted into the reaction vessel

after the start of the reaction.

6. Process according to Claims 1 to 5, **characterised in that** the tube is inserted into the reaction vessel after the complete sequence of the reaction.

7. Process according to Claims 1 to 6, **characterised in that** the temperature in the reaction vessel is kept constant by the addition of output material.

8. Process according to Claims 1 to 7, **characterised in that**, as output material, raw lead or lead with one or more metals such as Sb, As, Sn, Tl, Zn, Ca and Mg and one or more reagents such as gases containing oxygen, compounds containing oxygen, gases containing chlorine and compounds containing chlorine are used.

9. Device for the separation of a specific lighter phase from a specific heavier phase, consisting of a reaction vessel (1) provided with a material introduction line (4) for reagents, a stirring device (3) arranged therein, and a tube arranged close to the edge in the reaction vessel and open at top and bottom, of which the upper end (6) is connected to a draw-off device (12), whereby a suspension is stirred by means of the stirring device in the reaction vessel, suspension enters in the area of the upwards directed part of the flow of the suspension, **characterised in that** the lower end (7) of the tube (5) features a larger cross-section (10) than the other part of the tube and the volume of the tube is smaller by 2% in comparison with the volume of the reaction vessel, the position of the tube is arranged in such a way that the phases separate in the tube, the specific lighter phase is removed from the upper end (6) of the tube or from the extraction device respectively, and the specific heavier fluid phase flows back into the suspension through the lower end (7) of the tube.

10. Device according to Claim 9, **characterised in that** a tube (17) with a valve (18) is arranged on the floor of the reaction vessel (1) projecting into the reaction vessel.

11. Device according to Claim 9, **characterised in that** a syphon (19) is arranged on the floor of the reaction vessel (1), of which one limb (20) is arranged vertically with the aperture upwards in the suspension (2), and the other limb (21) of which is arranged above the edge of the reaction vessel as an outlet.

Revendications

1. Procédé pour séparer une phase spécifiquement plus légère d'une phase liquide spécifiquement plus

- lourde, dans lequel une suspension produite au moyen de produits réactifs d'apport est agitée dans une cuve de réaction, la suspension dans la zone de la partie dirigée vers le haut de l'écoulement de suspension provoqué par l'agitation pénètre dans l'extrémité inférieure d'un tube agencé à proximité de la bordure de la cuve et ouvert depuis le bas et depuis le haut, **caractérisé en ce que** l'extrémité supérieure du tube ainsi qu'un dispositif d'extraction relié à celle-ci sont disposés au-dessus de la surface de la suspension, **en ce que** les phases se séparent dans le tube, **en ce que** la phase spécifiquement plus légère est enlevée hors de l'extrémité supérieure du tube, ou respectivement hors du dispositif d'extraction, **en ce que** la phase liquide spécifiquement plus lourde s'écoule à travers l'extrémité inférieure du tube en retour jusque dans la suspension, et **en ce que** la phase liquide spécifiquement plus lourde est extraite hors de la cuve de réaction.
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le tube est agencé à la bordure du récipient, et **en ce que** la suspension est mélangée de façon intime avec un agitateur agencé au milieu de la cuve.
3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, **caractérisé en ce qu'**au moins un produit réactif est introduit dans la suspension de façon séparée dans l'espace par rapport au tube dans la partie dirigée vers le bas de l'écoulement engendré par l'agitation.
4. Procédé selon les revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** la suspension pénètre depuis le haut dans une zone de tranquillisation délimitée agencée dans la suspension au fond de la cuve, la suspension se sépare en phases, la phase spécifiquement plus légère est retournée dans la suspension et la phase liquide spécifiquement plus lourde est extraite en continu et du matériau de départ est additionné en continu dans la suspension.
5. Procédé selon les revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** le tube est introduit dans la cuve de réaction après le commencement de la réaction.
6. Procédé selon les revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** le tube est introduit dans la cuve de réaction après écoulement complet de la réaction.
7. Procédé selon les revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** la température dans la cuve de réaction est maintenue constante par addition de matériau de départ.
8. Procédé selon les revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** l'on utilise comme matériau de départ du plomb de liquidation ou du plomb avec un ou plusieurs métaux tels que Sb, As, Sn, Ti, Zn, Ca et Mg, et un ou plusieurs produits réactifs tels que des gaz contenant de l'oxygène, des composés contenant de l'oxygène, des gaz contenant du chlore et des composés contenant du chlore.
9. Appareil pour la séparation d'une phase spécifique plus légère depuis une phase liquide spécifiquement plus lourde, comprenant une cuve de réaction (1) pourvue d'une conduite d'entrée (4) pour des produits de réaction, un dispositif agitateur (3) agencé dans ladite cuve, et un tube (5) ouvert en haut et en bas agencé à proximité de la bordure dans la cuve de réaction, dont l'extrémité supérieure est reliée à un dispositif d'extraction (12), dans lequel une suspension est agitée au moyen du dispositif agitateur dans la cuve de réaction, **caractérisé en ce que** l'extrémité inférieure (7) du tube (5) présente une section (10) plus forte que la partie restante du tube et le volume du tube est inférieur à 2% par comparaison au volume de la cuve de réaction, et la position du tube est ainsi conçue que la suspension pénètre dans l'extrémité inférieure dans la région de la partie dirigée vers le haut de l'écoulement de suspension, et les phases se séparent dans le tube, la phase spécifiquement plus légère est extraite hors de l'extrémité supérieure (6) du tube, respectivement hors du dispositif d'extraction, et la phase liquide spécifiquement plus lourde s'écoule à travers l'extrémité inférieure (7) du tube en retour dans la suspension.
10. Appareil selon la revendication 9, **caractérisé en ce qu'**un tube (17) pénétrant dans la cuve de réaction et pourvu d'une valve (18) est agencé sur le fond de la cuve de réaction (1).
11. Appareil selon la revendication 9, **caractérisé en ce qu'**un siphon (19) est agencé au fond de la cuve de réaction (1), dont une branche (20) est agencée verticalement avec l'ouverture vers le haut dans la suspension (2), et dont l'autre branche (21) est agencée au-dessus de la bordure de la cuve de réaction à titre d'évacuation.

Fig. 1

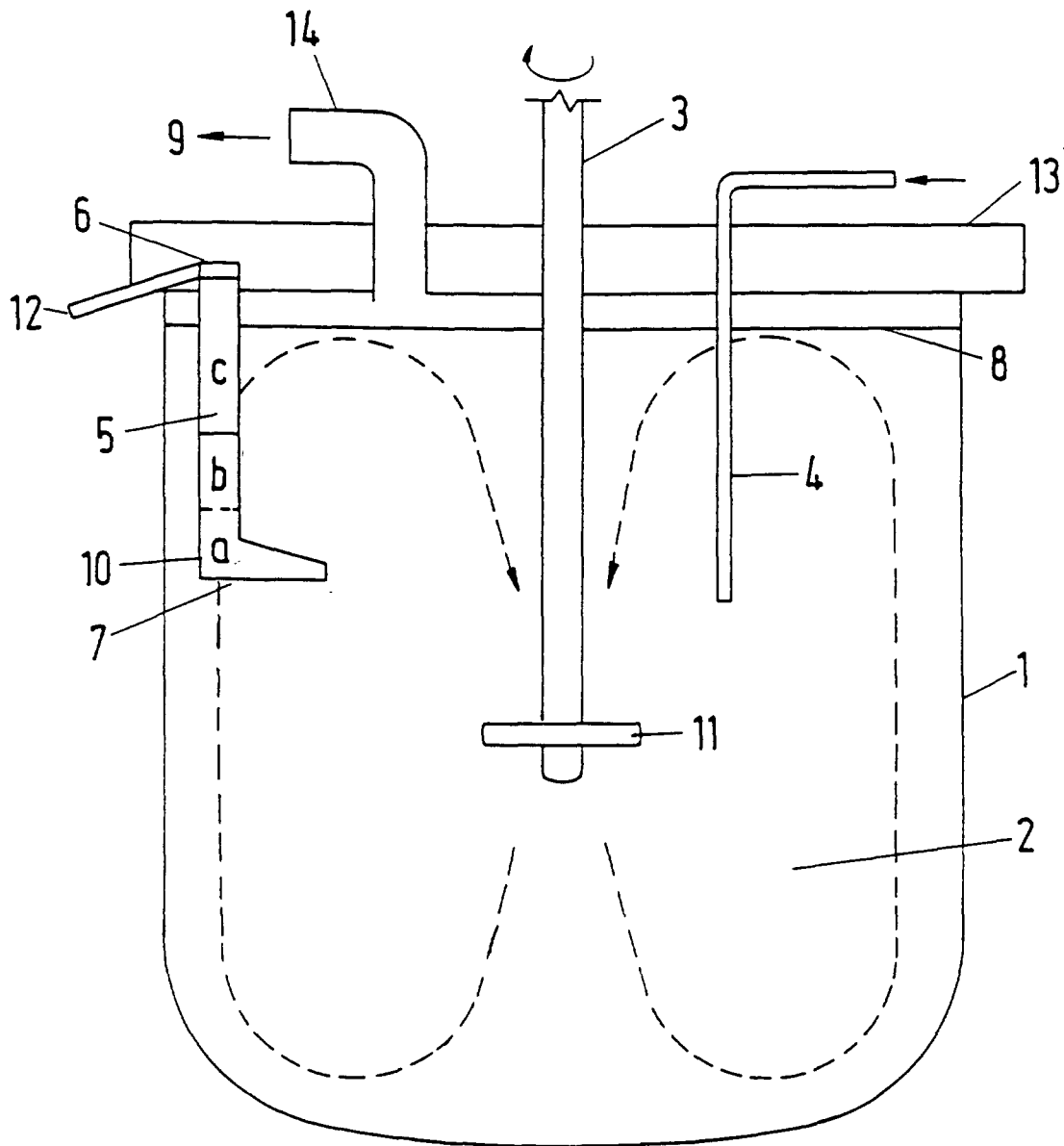


Fig. 2

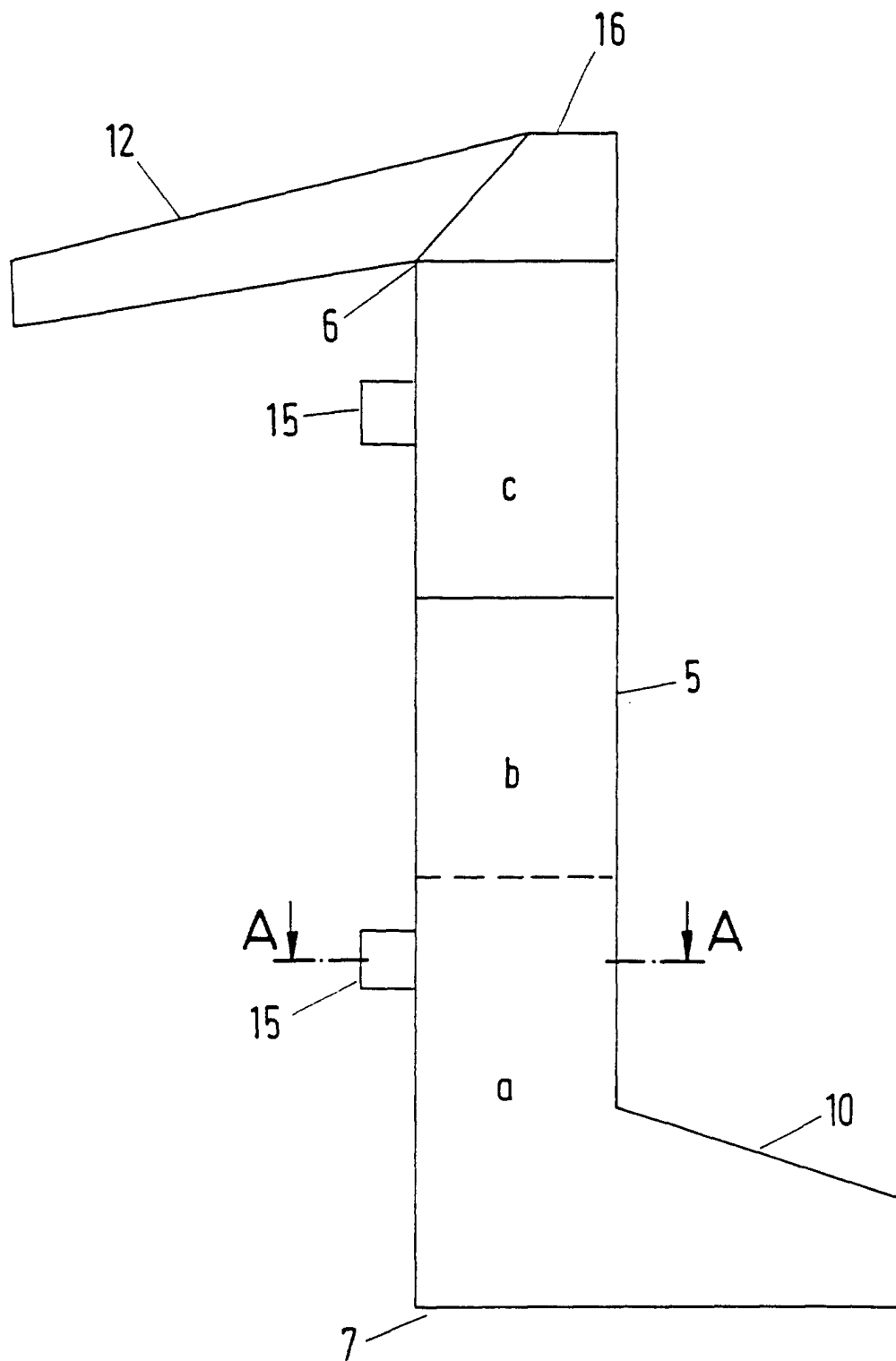


Fig. 3
(A-A)

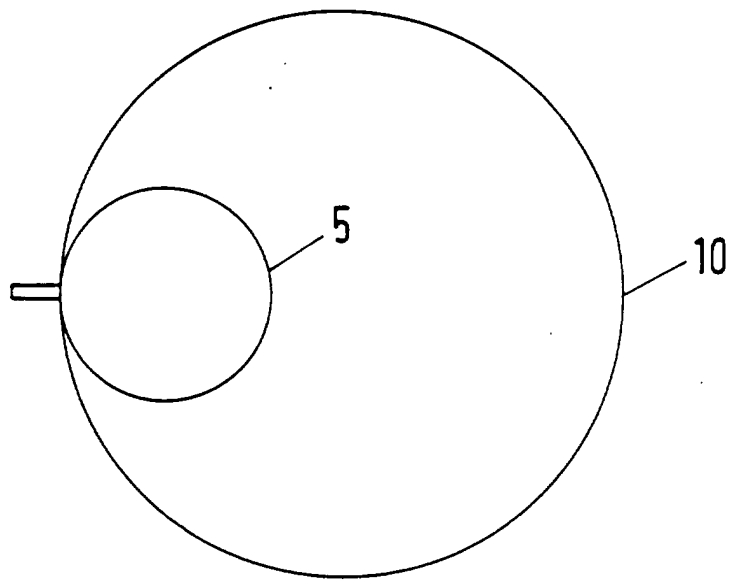


Fig. 4

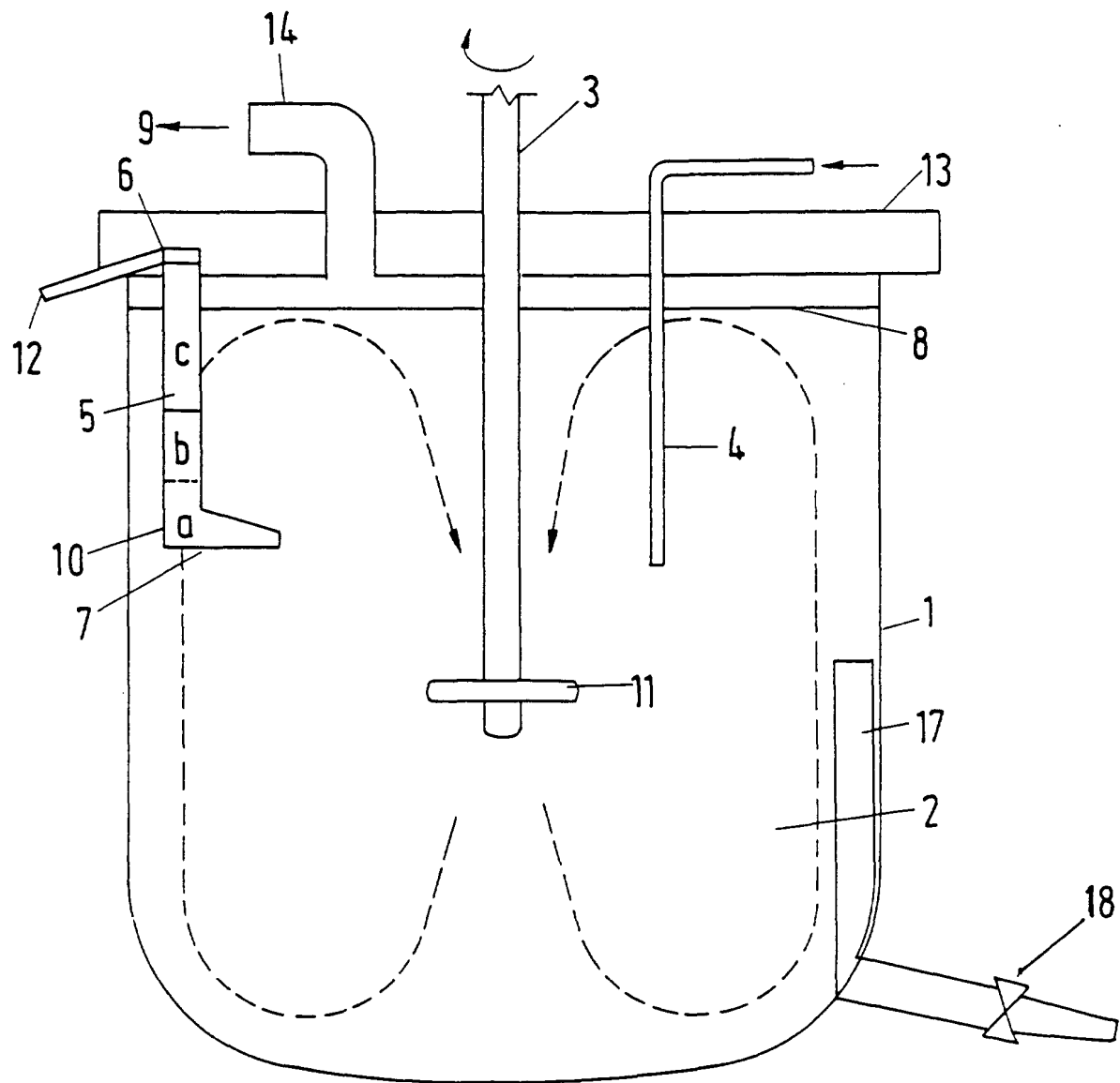


Fig. 5

