



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 22.04.81 (21) 3312006/23-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 07.11.82. Бюллетень №41

Дата опубликования описания 07.11.82

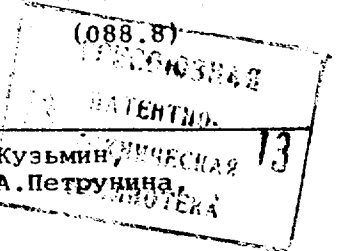
(11) 971397

(51) М. Кл.³

В 01 D 11/00

С 01 G 9/06

(53) УДК 661.532



(72) Авторы
изобретения

Г.Л.Пашков, А.И.Холькин, В.В.Сергеева, В.И.Кузьмин,
Н.В.Протасова, А.С.Куленов, А.М.Копанев, В.А.Петрунина,
Ю.П.Шлемов, В.А.Насыров и Т.Ш.Баянжанов

(71) Заявители

Государственный научно-исследовательский и проектно-конструкторский институт гидрометаллургии цветных металлов, Институт химии и химической технологии Сибирского отделения АН СССР и Усть-Каменогорский свинцово-цинковый комбинат Казахской ССР

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ХЛОРА И КАДМИЯ
ИЗ ЦИНКОВЫХ СУЛЬФАТНЫХ РАСТВОРОВ

1

Изобретение относится к способу очистки растворов от хлора и кадмия и может быть использовано в области химической технологии, в частности при очистке цинковых сульфатных растворов сложного состава, получаемых при переработке промпродуктов свинцово-цинкового производства, например свинцовых пылей, цинковых возгонов, кадмийсодержащих кеков, шламов и т.д.

Известен способ очистки цинковых растворов от ряда примесей, в том числе от кадмия и хлора, экстракцией йодистой солью четвертичного аммониевого основания [1].

Недостатком способа является трудность рекстракции кадмия и хлора из органической фазы, многостадийность процесса, большой расход рекстрагентов и низкое изменение кадмия.

Наиболее близким к предлагаемому способу по технической сущности и достигаемому результату является способ извлечения хлора и кадмия из цинковых сульфатных растворов с использованием анионообменного экстрагента в органическом растворителе, например аминов алифатического ряда.

2

с последующей рекстракцией водным раствором перхлората натрия, содержащим 20-40 г/л серной кислоты, и регенерацией органической фазы обработкой ее растворов щелочи [2].

Недостаток известного способа состоит в отсутствии полноты разделения кадмия и хлора на стадии рекстракции и необходимость введения дополнительных операций в технологическую схему для разделения кадмия и хлора.

Цель изобретения - повышение степени отделения кадмия и хлора на стадии рекстракции и упрощение извлечения кадмия из рекстракта.

Цель достигается тем, что в способе извлечения хлора и кадмия из цинковых сульфатных растворов и использованием анионообменного экстрагента в органическом растворителе с последующей рекстракцией и регенерацией органической фазы экстракцию ведут в присутствии 0,25-1,2 М монокарбонной кислоты, а рекстракцию осуществляют последовательно в две стадии: при pH равновесной водной фазы 6-8 на первой стадии и при pH равновесной водной фазы 1-2 - на второй.

По предложенному способу на первой стадии осуществляют реэкстракцию хлорид-иона из органической фазы путем контактирования ее с раствором щелочи до pH равновесной водной фазы 6-8, в результате чего хлорид-ионы переходят в водную фазу. Реэкстракция хлорид-ионов происходит полностью за одну ступень, при этом получают концентрированные по хлорид-ионам и не содержащие кадмия растворы. Последующая обработка органической фазы раствором серной кислоты до pH равновесной водной фазы, равной 1-2, приводит к реэкстракции ионов кадмия в водную фазу и регенерации сульфатной формы экстрагента, которая может быть использована для очистки новых порций исходных растворов. В результате на второй стадии получают богатые кадмиевые реэкстракты, не содержащие хлор-ионы. Богатые кадмиевые реэкстракты могут быть непосредственно направлены на электролиз для получения чистого кадмия или перерабатываться другими известными методами, например цементацией в центробежном реакторе-сепараторе.

В качестве анионообменного экстрагента используются растворы сульфата третичного амина или четвертичного аммониевого основания, а в качестве монокарбоновых кислот - каприловая кислота, промышленные жирные кислоты фракции $C_{11} - C_{19} \alpha, \alpha'$ - разветвленные монокарбоновые кислоты.

При концентрации монокарбоновой кислоты в экстрагенте менее 0,25 М наблюдается увеличение перехода ионов кадмия в хлорный реэкстракт, т.е. ухудшается разделение кадмия и хлора. При увеличении концентрации монокарбоновой кислоты более 1,2 М уменьшается степень очистки сульфатных цинковых растворов от кадмия и хлора на стадии экстракции.

При pH менее 6 на стадии реэкстракции хлора снижается степень реэкстракции хлора и увеличивается содержание кадмия, а при pH > 8 наблюдается резкое увеличение вязкости органической фазы, что приводит к увеличению времени расквашивания органической и водной фаз.

Повышение значения pH > 2 при реэкстракции кадмия приводит к снижению степени реэкстракции кадмия, снижение pH < 1 нецелесообразно из-за необоснованного расхода кислоты без увеличения степени реэкстракции кадмия.

Пример 1. Состав исходного сульфатного раствора, г/л: Zn 100; Cd 5; Cl 20; H_2SO_4 20. Экстракцию хлора и кадмия осуществляют органическим раствором, содержащим 0,6 М триалкиламин сульфата, 0,25 М капри-

ловой кислоты; 20 об.% 2-этилгексанола; остальное - керосин, при соотношении объемов органической и водной фаз O : B = 1:1 в течение 5 мин. В результате экстракции концентрация Cl⁻ - ионов в водной фазе уменьшилась до 3,97 г/л, а Cd²⁺ до 1,03 г/л. Органическую фазу после экстракции отделяют и обрабатывают 0,8 Н раствором NaOH (соотношение объемов фаз 1:1) в течение 5 мин. При этом Cl⁻ - ион (16,0 г/л) полностью реэкстрагировался в водную фазу (pH = 8), а концентрация кадмия в водной фазе не превышала 0,003 г/л. Для реэкстракции кадмия и регенерации сульфатной формы экстрагента органическую фазу контактируют с 1 Н раствором H_2SO_4 в течение 3 мин при соотношении объемов органической и водной фаз, равном 1:1, при этом концентрация кадмия в водной фазе равна 3,9 г/л, а концентрация хлор-ионов менее 0,01 г/л. (pH = 0,2).

Пример 2. Исходный раствор (пример 1) встряхивают с органическим раствором, содержащим 0,3 М триалкилметиламмоний сульфата; 0,6 М каприловой кислоты; 20 об.% 2-этилгексанола; остальное - керосин, при соотношении объемов органической и водной фаз O : B = 1:1 в течение 5 мин. В результате экстракции концентрация Cl⁻ - ионов в водной фазе уменьшилась до 3,9 г/л, а Cd²⁺ до 0,65 г/л. После экстракции органическую фазу отделяют от водного раствора и обрабатывают 0,6 Н раствором NaOH до pH 7,3 в течение 5 мин, при этом концентрация в водной фазе Cl⁻ - ионов 16,05 г/л, а Cd²⁺ 0,009 г/л. Далее органическую фазу встряхивают с 1 М раствором H_2SO_4 в течение 3 мин, при этом концентрация ионов Cd в водной фазе равна 4,25 г/л (pH = 1,0), т.е. ионы Cd полностью вымываются в водную фазу. Повторное использование органической фазы после ее регенерации для экстракции кадмия и хлора из свежей порции исходного раствора дало аналогичные результаты.

Технико-экономический эффект около 0,5 млн. руб. в расчете на 10 тыс. т пылей от реализации предложенного способа обусловлен повышением степени извлечения кадмия на 5-7% и снижением содержания хлорид-ионов в цинковом электролите.

Формула изобретения

Способ извлечения хлора и кадмия из цинковых сульфатных растворов с использованием анионообменного экстрагента в органическом растворителе с последующей реэкстракцией и регенерацией органической фазы, о т л и

чающийся тем, что, с целью повышения степени отделения кадмия и хлора на стадии рекстракции и упрощения извлечения кадмия из полученного рекстракта, экстракцию ведут в присутствии 0,25-1,2 М Монокарбонной кислоты, а рекстракцию осуществляют последовательно в две стадии: при рН равновесной водной

фазы 6-8 на первой стадии и при рН равновесной водной фазы 1-2 - на второй.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Авторское свидетельство СССР № 433228, кл. С 22 В 19/26, 1974.

2. Авторское свидетельство СССР № 667500, кл. С 01 В 7/02, 1979.

Редактор Н.Багирова Составитель Т.Мещерякова
Техред М.Тепер Корректор И.Ватрушкина

Заказ 8786/14 Тираж 734 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4