



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **98-00351**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **24.02.1998**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
30.12.1998 BOPI nr. **12/1998**

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.11.2000 BOPI nr. **11/2000**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 83029; CH 681401

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **IVĂNUȘ RADU CRISTIAN, CRAIOVA, RO; SONTEA SEVER, CRAIOVA, RO; IVĂNUȘ LUCIAN, CRAIOVA, RO;**

(73) Titular: **IVĂNUȘ RADU CRISTIAN, CRAIOVA, RO; SONTEA SEVER, CRAIOVA, RO; IVĂNUȘ LUCIAN, CRAIOVA, RO;**

(72) Inventatori: **IVĂNUȘ RADU CRISTIAN, CRAIOVA, RO; SONTEA SEVER, CRAIOVA, RO; IVĂNUȘ LUCIAN, CRAIOVA, RO;**

(74) Mandatar:

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A PULBERILOR DE CUPRU DIN CATALIZATORI UZAȚI**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de obținere a pulberilor de cupru din catalizatori uzați, destinate a fi utilizate drept materie primă, pentru realizarea unor piese sinterizate pentru industria constructoare de mașini, mecanică fină și electrotehnică. Procedeu conform invenției realizează cementarea selectivă a cuprului din soluții acide de CuSO_4 , provenite din solubilizarea catalizatorilor uzați cu conținut de CuO , folosind ca agenți de cementare metale al căror potențial

standard este electronegativ față de hidrogen, cum ar fi de exemplu Fe, Al sau Zn sub formă de span sau pilitură. Soluțiile de CuSO_4 au concentrații de 0,1...2N și un $\text{pH}=1,5$, iar agentul de cementare (reducător) este utilizat în exces de 0,9...1,2/1. Are loc separarea pulberii și uscarea în curent de gaz inert. Randamentul este cuprins între 92 și 98,5%, obținându-se un produs corespunzător utilizării directe în metalurgia pulberilor.

Revendicări: 2

RO 116173 B



Invenția se referă la un procedeu de obținere a pulberilor de cupru din soluții de H_2SO_4 rezultate în urma solubilizării catalizatorilor uzați, destinate a fi utilizate drept materie primă pentru realizarea unor piese în industria constructoare de mașini, mecanică și electrotehnică.

Se cunoaște un procedeu de obținere a pulberilor de cupru prin electroliză, dintr-un electrolit conținând 4,5...7,5 g/l cu $H_2SO_4 = 135...150$ g/l, la temperatura de 50...60°C, o densitate de curent 5,35 A/dm², tensiunea la borne 0,9...1V, pe catodi de plumb cu 6%Sb, produsul final rezultat având un conținut de metal 99,9%.

Se mai cunoaște un procedeu de obținere a pulberilor de cupru din deșeuri, prin tratare chimică selectivă și reducere a oxizilor de cupru obținuți, reducerea oxizilor de cupru fiind efectuată în atmosferă de amoniac disociat, uscat în contracurent într-un cuptor tubular încălzit electric, tratament prin care se obțin pulberi de cupru cu puritatea de 99,815%.

Se cunosc de asemenea procedee de elaborare a pulberilor de cupru prin dezintegrare mecanică, prin atomizare și prin reducere. Pulberile de cupru obținute prin procedeele amintite fac parte din categoria pulberilor de cupru de înaltă puritate: 99,1...99,88%. Aceste procedee prezintă însă dezavantajul unui consum de energie mare pe tona de produs.

Problema tehnică pe care o rezolvă prezenta constă în obținerea pulberilor de cupru din soluțiile de H_2SO_4 în condiții de desfășurare a reacției de bază care să determine realizarea unui randament mărit și a unei purități a cuprului corespunzătoare fabricării unor piese de calitate superioară.

Problema este rezolvată cu un procedeu care realizează cementarea selectivă a cuprului din soluții tehnologice acide de $CuSO_4$, obținute prin solubilizarea acidă a catalizatorilor uzați cu conținut de CuO, cu diverși agenți de cementare, respectiv cu metale al căror potențial standard de electrod este electronegativ față de hidrogen, pentru cementarea cuprului sub formă de pulbere fiind utilizat ca agent reductor Fe, Al sau Zn, sub formă de șpan sau pilitură, din soluții de $CuSO_4$ având concentrații de 0,1...2N și un pH=1,5, la temperaturi cuprinse între 30 și 35°C, cu agitare mecanică, utilizând un exces de agent reductor de 0,1...1,2, la o durată a procesului cuprinsă între 0,5 și 6h și un randament de 92...98,5%.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- permite obținerea unor pulberi de cupru de calitate superioară, având un grad avansat de puritate;

- utilizează drept agenți reducători metale uzuale;

- necesită un consum redus de energie.

Se dau în continuare două exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un reactor protejat antiacid și sub agitare, se procedează la o solubilizare acidă a cuprului din catalizatorii uzați de cupru/diatomită cu H_2SO_4 de concentrație 10%, la o temperatură de 50...60°C, la un raport L/S = 10/1 și la o durată de 8h, conținutul în cupru al catalizatorului uzat fiind în medie de 63%.

Soluția de sulfat de cupru obținută se lasă să se răcească și se filtrează de impurități. Se obțin aproximativ 17,5 kg soluție de sulfat de cupru dintr-un kilogram de catalizator prelucrat, care se prelucrează în continuare.

Într-un alt reactor protejat antiacid, se încarcă 350 kg soluție de sulfat de cupru, filtrată în prealabil, având un conținut de 3,1% Cu, sub agitare.

Se procedează la realizarea unui $pH=1,5$, respectiv soluția se acidulează cu HCl concentrat, respectiv se adaugă HCl în porții mici. Șpan de fier se adaugă de asemenea sub agitare, în cantitate de 9,8 kg, iar temperatura se menține în jurul valorii de $30^{\circ}C$ prin recircularea apei în mantaua de răcire a reactorului. Durata operației este de 1h, după care suspensia de granule de cupru se filtrează printr-un filtru de pânză cu ajutorul unei pompe de vid; se spală cu apă demineralizată până la îndepărtarea completă a ionului SO_4^{2-} (controlat cu $BaCl_2$). 50

Pentru a evita oxidarea pulberii de cupru, aceasta se usucă în cuptor la temperatura de $60...80^{\circ}C$, în curent de azot, timp de 6h. Se obține pulbere de cupru de formă dendritică cu un randament de proces 93,7% și un conținut de cupru de minimum 98,68%. 55

Exemplul 2. Același reactor se alimentează cu 300 kg soluție de sulfat de cupru, obținută ca în exemplul 1, având un conținut de 3,2% Cu. Sub agitare se adaugă HCl concentrat pentru a realiza un $pH=1,5$. 60

Tot sub agitare și în porțiuni mici, se adaugă 10,2kg șpan de fier, menținând temperatura soluției în jurul valorii de $40^{\circ}C$, prin recircularea apei de răcire în mantaua reactorului. Durata operației este de 1h; iar suspensia de pulbere de cupru se prelucrează în continuare ca în exemplul precedent. Se obține pulbere de cupru de formă dendritică, cu un randament de proces 98%, cu o masă volumică $1,1...1,2g/cm^3$ și un conținut în cupru de minimum 98,74%. 65

Revendicări

1. Procedeu de obținere a pulberilor de cupru din catalizatori uzați, prin cementare din soluții acide de $CuSO_4$ provenite din solubilizarea catalizatorilor în flux continuu, **caracterizat prin aceea că**, se supun operației de cementare soluții acide de $CuSO_4$, având concentrații cuprinse între 0,1 și 2N, la un $pH=1,5$, la temperaturi cuprinse între 30 și $35^{\circ}C$ și o durată a procesului cuprinsă între 0,5 și 6h, utilizând drept agent de cementare (reducător) Fe, Al sau Zn într-un exces de 0,9...1,2, tratament în urma căruia se obține pulberea de cupru brută. 70

2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, pulberea de cupru obținută are forma dendritică, o densitate de $1,1...1,2g/cm^3$ și un conținut de cupru de minimum 98,68% 75

Președintele comisiei de examinare: **ing. Anghel Radu**

Examinator: **ing. Spătaru Magdalena**

