



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 016 104** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁵ **C 22 B 7/00, 13/00**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 5038646/02, 27.05.1992

(46) Дата публикации: 15.07.1994

(56) Ссылки: Заявка N 3612491, ФРГ, кл. C 22B 13/04, 1987.

(71) Заявитель:

Ходов Н.В.,
Кузнецов О.К.

(72) Изобретатель: Ходов Н.В.,
Кузнецов О.К.

(73) Патентообладатель:

Ходов Николай Владимирович

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ СВИНЕЦСОДЕРЖАЩЕГО АККУМУЛЯТОРНОГО ЛАКА

(57) Реферат:

Использование: цветная металлургия, способы переработки аккумуляторного лома свинцовых сернокислотных аккумуляторов. Сущность: переработка свинецсодержащего аккумуляторного лома включает десульфуризацию его раствором, содержащим щелочь, которую проводят при расходе щелочи 110 - 120% от теоретически необходимого на отмывку сульфатной серы, причем десульфуризацию осуществляют совместно с разделением лома в суспензии на металлизированную, оксидно-сульфатную и органическую фазу, выделенную органическую фазу подвергают

выщелачиванию в щелочном растворе с концентрацией щелочи 40 - 60 г/л при соотношении жидкого к твердому (10 15) : 1. Десульфуризованные металлизированную и оксидно-сульфатную фазы направляют на отдельную плавку на металлический свинец. Полученный от выщелачивания органической фазы раствор используют на стадии разделения лома для приготовления суспензии и десульфуризации лома, регенерацию щелочи в оборачиваемом растворе осуществляют электролизом, а полученный при этом раствор серной кислоты утилизируют в производстве технического гипса. 2 з.п.ф-лы, 1 ил., 3 табл.



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 016 104** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁵ **C 22 B 7/00, 13/00**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 5038646/02, 27.05.1992

(46) Date of publication: 15.07.1994

(71) Applicant:

**KHODOV N.V.,
KUZNETSOV O.K.**

(72) Inventor: **KHODOV N.V.,
KUZNETSOV O.K.**

(73) Proprietor:
KHODOV NIKOLAJ VLADIMIROVICH

(54) **METHOD OF STORAGE BATTERY LEAD BEARING SCRAP PROCESSING**

(57) Abstract:

FIELD: nonferrous metallurgy. SUBSTANCE: processing of storage BATTERY lead bearing scrap provides for its desalinizations by solution, that has alkali. Desalinizations is exercised, using sulfur consumption of 110 -120 % from theoretically required amount for sulfate sulfur cleaning. In the case sulfurization is exercised simultaneously with lead scrap suspension division for metal, acid-sulfate and organic fractions. Extracted organic fraction is subjected to lixiviation in alkaline solution with alkali concentration of 40 -

60 g/l with liquid part to hard part ratio as (10 - 15) : 1. Desulfurized metal and acid-sulfate fractions are fed for separate smelting to extract metal lead. After organic fraction lixiviation produced solution is used at scrap separation stage for preparation of suspension and scrap desalinizations. Regeneration of alkali in used solution is exercised by electrodialysis and produced solution of sulfuric acid is used for production of industrial gypsum. EFFECT: method is used in nonferrous metallurgy. 3 cl, 1 dwg, 3 tbl

RU 2 016 104 C1

RU 2 016 104 C1

Изобретение относится к цветной металлургии, в частности к способам переработки аккумуляторного лома свинцовых сернокислотных аккумуляторов.

Известен способ извлечения свинца из оксидно-сульфатного вторичного сырья, заключающийся в гидрометаллургической подготовке сульфатно-оксидной набойки разделенного аккумуляторного лома, отделенной от решетки из свинцово-сурьмянистого сплава и неметаллических материалов (органическая фаза корпусов и прокладок). Набойку, содержащую $PbSO_4$, PbO_2 , PbO , $Pb_{мет.}$ обрабатывают оборотным раствором, содержащим ионы Na^+ , OH^- , CO_3^{2-} при $pH > 10$. Раствор сульфата натрия с pH 6-7, полученный при фильтрации пульпы, выпаривают, получая безводный сульфат натрия. Осадок, из которого частично удалена сера, обрабатывают раствором $NaOH$ для полной десульфуризации. Отделенный фильтрацией оксидно-карбонатный осадок подвергают восстановительной плавке с углем, выплавляя чистый свинец. Фильтрат, содержащий ионы Na^+ , SO_4^{2-} , OH^- и $[Pb(OH)]^{2-}$, продувают CO_2 и выделяют основной сульфат свинца, а раствор направляют в оборот для обработки исходной оксидно-сульфатной фазы. (См. Pretrsch Klaus, Herbst Karl-Albrecht und andere. Preussag AG Metall Заявка 3612491 ФРГ. Способ извлечения свинца из оксидно-сульфатного вторичного сырья. РЖМет.-1988-N5.-Г35ОП).

К недостаткам указанного способа переработки вторичного свинцового сырья следует отнести безвозвратные потери дефицитного реагента ($NaOH$) и необходимость упарки значительного количества растворов и, вследствие этого, значительные затраты тепла, а также потери свинца с необработанной органической фазой при выводе ее из процесса.

Целью изобретения является снижение затрат при производстве товарного свинца из аккумуляторного лома свинцовых аккумуляторов и сокращение потерь свинца с органической фазой при выводе ее из процесса.

Цель достигается тем, что на операцию разделения лома на металлизированную, оксидно-сульфатную и органическую фазы для осуществления отмывки сульфатной серы вводят щелочь в количестве 110-120% от теоретически необходимой и тем самым совмещают операции разделки лома по фазам и десульфуризации, а выделенную органическую фазу перед выводом из процесса подвергают выщелачиванию в щелочном растворе с концентрацией щелочи 40-60 г/л при $Ж:Т = (10-15):1$. Раствор от выщелачивания органической фазы от свинца используют для десульфуризации исходного лома в процессе его разделения по фазам в тяжелосредней суспензии. Вывод серы из процесса и регенерация щелочи может быть осуществлена электродиализом сульфатно-натриевого раствора, полученного фильтрацией пульпы, в которой ведется разделение свинцового лома. При этом раствор H_2SO_4 направляют, например, на производство гипса, а щелочной раствор - (как указано выше) на отмывку органической

фазы и далее на разделку лома. Остаток жидкой фазы от переработки серной кислоты на гипс снова возвращают в диализатор для вывода новых порций кислоты.

Десульфуризированные металлизированную и оксидно-сульфатную фазы направляют на раздельную плавку на металлический свинец, а органическую фазу выводят из процесса.

Предлагаемое решение переработки аккумуляторного лома позволяет избежать стоков растворов за счет полного водооборота и обеспечивает высокую экологичность процесса. Необходимая по балансу вода для пополнения потерь раствора с твердой фазой вводится на промывке органической фазы от остатков щелочи.

Пример. Опыты по разделению металлизированной, оксидно-сульфатной и органической фаз проводились на лабораторном спиральном классификаторе. Плавка свинецсодержащих материалов после их разделения проводилась в лабораторной электропечи в восстановительных условиях с расходом реагентов, известным из литературных источников. Отмывка органической фазы в щелочном растворе проводилась в отдельном цикле после ее выделения из суспензии.

На чертеже дана принципиальная технологическая схема переработки свинцового лома по предлагаемому способу. В табл. 1, 2, 3 приведены данные, характеризующие отличительную часть изобретения в сравнении с прототипом.

Содержание сульфатной серы (SSO_4) в оксидно-сульфатной фракции в зависимости от расхода $NaOH$.

Из результатов, представленных в табл. 1 следует, что сульфатная сера в достаточной мере отмывается при расходе щелочи 110-120% от теоретически необходимого количества (см. опыты 4-6). При меньших расходах щелочи степень отмывки недостаточна (опыты 1-3), а при больших эффективность отмывки незначительно увеличивается, при непропорциональном росте расхода реагента (сравни опыты 5, 6 и 7, 8).

Из данных табл. 2 следует, что необходимыми условиями отмывки свинца из органической фазы являются концентрация щелочи в растворе не ниже 40 г/л при $Ж:Т = (10-15):1$. Повышение концентрации щелочи более 60 г/л и повышение $Ж:Т$ более 15:1 не ведут к значительному повышению степени отмывки свинца из органической фазы, но приводят к повышению расхода реагента и тем самым к повышению затрат (сравни опыты 8, 9 и 11 и опыты 5, 6 и 7).

Экономическая эффективность предлагаемого способа складывается из следующих статей: 1) отсутствие невосполнимых потерь реагентов при организованном полном водообороте растворов; 2) снижение потерь свинца с органической фазой за счет перевода его в раствор и утилизации этого раствора на стадии разделки-отмывки лома; 3) потери щелочи с маточными растворами, захваченные твердым при его выводе могут компенсироваться менее дорогостоящими и доступными, например, сульфатом натрия, который вводится в раствор, поступающий на

диализ; 4) в отличие от прототипа нет необходимости в выпарке значительных объемов раствора, т.к. в предложенном изобретении сульфат-ион выводится в качестве серной кислоты и может использоваться в побочных производствах.

Формула изобретения:

1. СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ СВИНЕЦСОДЕРЖАЩЕГО АККУМУЛЯТОРНОГО ЛОМА, включающий десульфуризацию его раствором, содержащим щелочь, плавку свинецсодержащих продуктов, отличающийся тем, что, с целью снижения затрат и потерь свинца, десульфуризацию осуществляют совместно с разделением лома в суспензии на металлизированную, оксидно-сульфатную и органическую фазы, выделенную органическую фазу подвергают

выщелачиванию в щелочном растворе, а полученный от выщелачивания органической фазы раствор используют на стадии разделения лома для приготовления суспензии и десульфуризации лома, затем осуществляют регенерацию щелочи в оборачиваемом растворе электродиализом, а полученный при этом раствор серной кислоты утилизируют в производстве технического гипса.

5

10

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что десульфуризацию ведут с использованием щелочного раствора при расходе щелочи 110 - 120% от теоретически необходимого на отмывку сульфатной серы.

15

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что выщелачивание органической фазы проводят в щелочном растворе с концентрацией щелочи 40 - 60 г/л при соотношении жидкого к твердому 10 - 15 : 1.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

Таблица 1

Опыт	Расход NaOH, % от ТНК	Сод-е SSO ₄ после отмывки, %
1	0,0	7,30
2	100	3,56
3	105	1,35
4	110	0,56
5	115	0,47
6	120	0,43
7	125	0,41
8	130	0,39

Продолжение табл. 1

Опыт	Степень отмывки. SSO ₄ , %	Сод-е Рв в р-ре, г/л	Извлечение Рв в металл при плавке, %
1	0,0	0,12	87,3
2	51,6	0,28	90,3
3	81,5	0,42	93,2
4	92,3	0,68	96,1
5	93,6	0,02	96,3
6	94,1	1,38	96,3
7	94,3	2,50	96,4
8	94,6	3,90	96,4

Степень отмывки свинца из органической фазы после разделки аккумуляторного лома в зависимости от концентрации щелочи и Ж:Т промывки.

Таблица 2

Опыт	Кон-ция NaOH, г/л	Ж : Т	Содержание Рв в орган. фазе, %	Степень отмыв- ки свинца, %
1	0,0	15 : 1	2,95	10,1
2	20,0	12 : 1	1,30	60,0
3	30,0	12 : 1	0,98	69,8
4	40,0	12 : 1	0,65	80,0
5	50,0	12 : 1	0,47	85,5
6	60,0	12 : 1	0,43	86,8
7	70,0	12 : 1	0,41	87,4
8	50,0	8 : 1	0,73	77,5
9	50,0	10 : 1	0,51	84,3
10	50,0	15 : 1	0,43	86,8
11	50,0	20 : 1	0,41	87,4

Сравнительные данные по выходу продуктов от исходного лома и содержание свинца и серы сульфатной в продуктах разделки при использовании NaOH и без NaOH.

Таблица 3

Фракция	При наличии NaOH		
	Выход, %	Содержание	
		Рв, %	Sso4 ⁻ , %
Металлизированная	33,0	93,4	0,13
оксидно-сульфатная	36,0	89,3	0,43
органическая	20,4	0,43	-
ИТОГО	89,4	-	-

Продолжение табл. 3

Фракция	Без NaOH		
	Выход, %	Содержание	
		Рв, %	Sso4 ⁻ , %
Металлизированная	33,0	93,3	0,78
оксидно-сульфатная	45,1	72,1	7,35
органическая	21,9	3,25	0,03
ИТОГО	100,0	-	-

