



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu nr ———

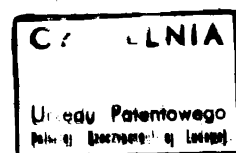
Zgłoszono: 84 06 07 (P. 248132)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 85 12 17

Opis patentowy opublikowano: 88 05 31

Int. Cl.⁴ C22B 7/02



Twórcy wynalazku: Lucjan Pawłowski, Henryk Wasąg, Marek Kotowski

Uprawniony z patentu: Politechnika Lubelska,
Lublin (Polska)

Sposób odzyskiwania cyny i ołowiu ze szlamów cynowo-ołowiowych, powstających zwłaszcza w hutnictwie miedzi

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzyskiwania cyny i ołowiu ze szlamów cynowo-ołowiowych, powstających zwłaszcza w przemyśle hutnictwa miedzi, po ługowaniu cyny kwasem siarkowym.

Dotychczas w technice przy procesach hutniczych otrzymywania miedzi powstają pyły konwertorowe o składzie: cynk — 50÷60%, cyna — 2,3÷6%, miedź — 2÷5%, ołów — 4÷8%, arsen, antymon, żelazo - ślady. Z pyłów tych ługuje się cynk kwasem siarkowym otrzymując szlamy o składzie: cyna — 9÷15%, ołów — 11÷30%, miedź — 8÷15%, cynk — 5÷14%, żelazo — 1%, antymon — 0,02%, arsen — 0,02%, chlor — 0,5÷10%, woda — 35÷50%. Dotychczas próby rozdzielenia i oczyszczania pierwiastków z tych mieszanin nie były owocne.

Celem wynalazku jest opracowanie prostego sposobu wydzielenia ze szlamu powstającego w hutnictwie miedzi, cyny i ołowiu w postaci chlorków. Cel ten osiągnięto poprzez opracowanie sposobu odzyskiwania cyny i ołowiu ze szlamu powstającego w przemyśle hutnictwa miedzi, którego istotą jest to, że szlam suszy się w temperaturze 100–115°C, korzystnie 105°C pod ciśnieniem normalnym w czasie 2 godzin, rozdrabnia się i chloruje w strumieniu gazowego chloru technicznego w temperaturze 800–1100°C, korzystnie 950°C, w czasie 5–8 godzin, korzystnie 6 godzin, a powstające gazowe chlorki cyny SnCl₄ i SnCl₂ kondensuje się w szeregu chłodnic w temperaturze poniżej 100°C, a pozostałość po oziębieniu rozdrabnia się i ługuje kwasem solnym o stężeniu 6,40–7,50%, korzystnie w temperaturze 90–95°C w czasie co najmniej 2,5 godziny przy intensywnym mieszananiu, po czym odsącza się na gorąco powyżej temperatury 90°C, a przesącz schładza się do temperatury 20°C i wytrącony chlorek ołowiu PbCl₂ odsącza się i przemywa 0,36% kwasem solnym.

Korzystnym skutkiem wynalazku jest to, że metoda chlorowania jest metodą bezściekową i pozwala na odzyskanie cyny w ilości 90–95%. Ponadto istnieje możliwość stosunkowo łatwego odzyskiwania ołowiu ze szlamów w postaci bardzo czystego chlorku ołowiowego, z wydajnością 90–95%. Sumaryczne zawartości Sn, Zn i Cu w otrzymanym PbCl₂ nie przekracza 0,1%.

Przykład I. Ze szlamu o składzie: Sn — 10,3%, Pb — 8,3%, Cu — 10,2%, Zn — 12,3%, As — 0,1%, Sb — 0,1%, Fe — 0,3%, S — 5,4%, Cl — 6,5%, 46,2% H₂O, wysuszonego w temperaturze 105°C a następnie rozdrobnionego, odważono 10g wysuszonego osadu i chlorowano w temperaturze 950°C przez 6 godzin. Szybkość przepływu chloru nad próbką wynosiła 200ml/min. Chlorki cyny kondensowano w chłodnicy. Uzysk cyny wyniósł 93,7% zawartości początkowej, a otrzymano chlorek ołowiu chemicznie czysty. Pozostałość zadano 100ml 7% HCl i ługowano w temperaturze 95°C przez 2,5 godziny. Następnie odsączono w temperaturze powyżej 90°C i przesącz oziębiono do temperatury 20°C. Wytrąceniu ulega PbCl₂. Stopień odzysku ołowiu wyniósł 91,3%, a otrzymano chlorek ołowiu chemicznie czysty.

Przykład II. Ze szlamu o składzie: Sn — 9,7%, Pb — 8,9%, Cu — 13,3%, Zn — 8,2%, As — ślady, Sb — ślady, Fe — 0,5%, S — 3,2%, Cl — 11,3%, H₂O — 44,4% wysuszonego w temperaturze 105°C a następnie rozdrobnionego, odważono 10g suchego osadu i chlorowano w temperaturze 900°C przez 6 godzin. Szybkość przepływu chloru nad próbką wynosiła 300ml/min. Chlorki cyny kondensowano w chłodnicy. Stopień odzysku cyny wyniósł 95,2%. Pozostałość zadano 100ml 7,3% HCl i ługowano w temperaturze 95°C przez 3 godziny. Po odsączeniu w temperaturze powyżej 90°C i oziębieniu przesączu do temperatury 20°C otrzymano PbCl₂. Stopień odzysku ołowiu wyniósł 93,7%, a otrzymano chlorek ołowiu chemicznie czysty.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób odzyskiwania cyny i ołowiu ze szlamów cynowo-ołowiowych, powstających zwłaszcza w hutnictwie miedzi, **znamienny tym**, że szlam suszy się w temperaturze 100–115°C, korzystnie 105°C pod ciśnieniem normalnym w czasie 2 godzin, rozdrabnia się i chloruje w strumieniu gazowego chloru technicznego w temperaturze 800–1100°C, korzystnie 950°C, w czasie 5–8 godzin, korzystnie 6 godzin, a powstające gazowe chlorki cyny SnCl₄ i SnCl₂ kondensuje się w szeregu chłodnic w temperaturze poniżej 100°C, pozostałość po oziębieniu rozdrabnia się i ługuje kwasem solnym o stężeniu 6,40–7,50%, korzystnie w temperaturze 90–95°C w czasie co najmniej 2,5 godziny przy intensywnym mieszaniu, po czym odsącza się na gorąco powyżej temperatury 90°C, a przesącz schładza się do temperatury 20°C i wytrącony chlorek ołowiu PbCl₂ odsącza się i przemywa 0,36% kwasem solnym.