

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

129 168

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 81 03 03 (P. 230006)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 09 13

Opis patentowy opublikowano: 1985 09 14

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Biuro Dyktowania (Lublin)

Int. Cl.³ C01G 11/00

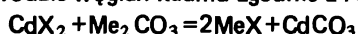
Twórcy wynalazku: Jerzy Niećko, Ryszard Marek Frąk, Michalina Dąbkowska,
Lesław Miśniakiewicz, Janusz Barcicki, Zdzisław Kozak,
Halina Młynarska

Uprawniony z patentu: Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej, Lublin (Polska)

Sposób wytwarzania węglańu kadmowego

Przedmiotem wynalazku jest bezodpadowy sposób wytwarzania węglańu kadmowego przydatny na przykład do otrzymywania odczynnikowego węglańu kadmu lub węglańu kadmu stosowanego do produkcji pigmentów.

Według znanych dotychczas sposobów wytwarzania węglańu kadmu, rozpuszczalne w wodzie sole kadmowe traktuje się w środowisku wodnym rozpuszczalnymi w wodzie węglanami i poprzez reakcję podwójnej wymiany wytrąca się nierozpuszczalny w wodzie węglan kadmu zgodnie z równaniem:



w którym CdX_2 i Me_2CO_3 oznaczają odpowiednio rozpuszczalną w wodzie, sól kadmu i rozpuszczalny w wodzie węglan; MeX oznacza także rozpuszczalną w wodzie sól tworzącą się oprócz CdCO_3 w wyniku reakcji wymiany. W celu otrzymania substratu dla tej reakcji, należy z surowców hutniczych, czyli kadmu metalicznego lub z tlenku kadmu najpierw wytworzyć rozpuszczalną w wodzie sól kadmową.

Według znanych dotychczas sposobów wytwarzania węglańu kadmowego, do reakcji używa się zwykle azotanu kadmu i węglańu sodu. Wówczas jako pozostałość po reakcji otrzymuje się wodny roztwór azotanu sodu. Postępowanie według podanych sposobów związane jest jednak z licznymi niedogodnościami, do których należy zwłaszcza konieczność przetworzenia kadmu metalicznego lub tlenku kadmu na azotan kadmu, czy inną sól kadmu rozpuszczalną w wodzie, strącanie węglańu kadmu za pomocą sody lub innego rozpuszczalnego w wodzie węglańu i nieodłącznie związana z tym konieczność starannego odmycia osadu węglańu kadmu od zanieczyszczeń solami występującymi w roztworze. Do niedogodności należy także konieczność utylizacji dużej ilości ścieków tworzących się na etapie filtracji, jak również obecność pewnych ilości związków kadmu w filtracie i w wodach popłucznych. Obecność ta dyskwalifikuje filtrat zawierający azotan sodu jako źródło azotu nawozowego.

Celem wynalazku jest opracowanie takiej metody wytwarzania węglańu kadmu, która nie miałaby wymienionych niedogodności a jednocześnie umożliwiałaby otrzymywanie produktu wysokiej jakości, zwłaszcza wolnego od zanieczyszczeń, które nieuchronnie wprowadza się w procesie strącania.

Istota rozwiązania polega na wykorzystaniu znanej zdolności wiązania dwutlenku węgla przez tlenek kadmu w taki sposób, aby możliwe było głębokie przereagowanie tlenku kadmu z CO_2 niezbędne dla praktycznie

całkowitego przetworzenia CdO w CdCO_3 . Bezodpadowy sposób wytwarzania węglanu kadmowego według wynalazku polega na sporządzeniu wodnej zawiesiny tlenku kadmu, zwłaszcza otrzymanego w wyniku spalania par metalu w tlenie, o uziarnieniu nie większym niż 1 mm i zawartości 50-300 g CdO dm^{-3} , w temperaturze otoczenia lub wyższej, ale nie przekraczającej temperatury wrzenia zawiesiny oraz przepuszczaniu przez tę zawiesinę gazowego dwutlenku węgla z szybkością nie przekraczającą wartości krytycznej dla porywania cieczy w stosowanym układzie oraz zawracaniu nieprzereagowanego CO_2 ponownie do wodnej suspensji tlenku kadmu, to znaczy cyrkulowanie gazowego dwutlenku węgla przez wspomnianą zawiesinę wodną tlenku kadmu, korzystnie z jednoczesnym mieszaniami zawiesiny, aż do pożądanego przereagowania tlenku kadmu do CdCO_3 .

Po zakończeniu nasycania zawiesiny CdO , gdy cała ilość tlenku kadmu praktycznie przejdzie w CdCO_3 co można zaobserwować wizualnie jako zmianę zabarwienia zawiesiny z odcienia brunatnego na mleczno-szary, wytworzony węglan kadmowy można oddzielić od roztworu w znany sposób i wysuszyć oraz stosownie rozdrobnić bez przemylwania. Przy zastosowaniu sposobu według wynalazku, korzystne jest jednak odmienne postępowanie polegające na bezpośrednim wprowadzeniu zawiesiny węglanu kadmu wraz z falą wodną do suszarni rozpyłowej, skąd od razu otrzymuje się CdCO_3 w postaci proszku, a opary wodne po skondensowaniu zawracają się do sporządzenia suspensji CdO , co powoduje całkowite zamknięcie obiegu. W ten sposób unika się jakichkolwiek odpadów przy produkcji CdCO_3 z tlenku kadmu.

W opisanych warunkach przereagowanie CdO do CdCO_3 następuje wystarczająco szybko dla technicznej realizacji takiego sposobu produkcji. Szybkość i głębokość przereagowania można dodatkowo zwiększyć przez cyrkulowanie dwutlenku węgla pod zwiększonym ciśnieniem. Cyrkulacja CO_2 w układzie zamkniętym zabezpiecza przed możliwością przenikania związków kadmu do otoczenia i chroni w ten sposób załogę i otoczenie przed zatruciem kadmem szczególnie groźnym ze względu na rakotwórczy charakter działania kadmu i jego związków.

Przykład I. W reaktorze o pojemności 25 dm^3 zaopatrzonym w spiralę grzejną, mieszadło i układ barbotek, umieszczono 5,4 kg tlenku kadmowego o zawartości 98,5% CdO wagowo i uzupełniono wodą do objętości 18 dm^3 . Zawartość reaktora podgrzano do temperatury 70°C, po czym przepuszczano CO_2 z szybkością 71,5 $\text{dm}^3 \text{CO}_2$ na godzinę na kg CdO przez 18,75 godziny. Po odfiltrowaniu i wysuszeniu w 120°C otrzymano produkt zawierający 24,15% CO_2 i 0,2% H_2O , co odpowiada 96,06% przereagowaniu substratu do CdCO_3 .

Przykład II. W układzie i w warunkach jak w przykładzie I po 21,75 godzinnym nasyceniu uzyskano produkt zawierający 14,47% CO_2 i 0,26% H_2O , co odpowiada 97,33% przereagowaniu substratu do CdCO_3 .

Przykład III. W reaktorze jak w przykładzie I umieszczono 1,8 kg CdO o zawartości 98,5% wagowo tlenku kadmu i uzupełniono wodą do 18 dm^3 , po czym w temperaturze 20°C przez 21 godzin przepuszczano CO_2 z szybkością 40,0 $\text{dm}^3 \text{CO}_2/\text{godz/kg CdO}$. Uzyskano produkt zawierający po wysuszeniu 23,15% CO_2 i 0,96% H_2O , co odpowiada 92,09% CdCO_3 .

Przykład IV. W układzie i w warunkach jak w przykładzie III po 51 godzinnym nasycaniu CO_2 uzyskano produkt zawierający 24,4% CO_2 i 0,61% H_2O , co odpowiada 97,25% przereagowaniu CdO do CdCO_3 .

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania węglanu kadmowego przez reakcję dwutlenku węgla z tlenkiem kadmu, z n a m i e n n y t y m, że przez wodną zawiesinę tlenku kadmu o uziarnieniu nie większym niż 1 mm i zawartości 50-300 g Cd dm^{-3} , w temperaturze otoczenia lub wyższej, ale nie przekraczającej temperatury wrzenia zawiesiny przepuszcza się gazowy dwutlenek węgla z szybkością nie przekraczającą wartości krytycznej dla porywania cieczy w stosowanym układzie oraz nieprzereagowany CO_2 zawraca się ponownie do suspensji CdO , czyli cyркуluje się gazowy dwutlenek węgla przez wspomnianą zawiesinę tlenku kadmu, korzystnie z jednoczesnym mieszaniami i pod zwiększonym ciśnieniem, aż do osiągnięcia pożądanego stopnia przereagowania CdO do CdCO_3 .

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że otrzymaną zawiesinę wodną węglanu kadmowego wprowadza się korzystnie bezpośrednio do suszarni rozpyłowej, a opary z suszarni po skondensowaniu zawracają się do ponownego sporządzania suspensji CdO .