

2

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56934

Patent dodatkowy
do patentu

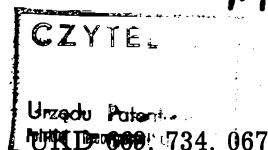
Zgłoszono: 11.VI.1965 (P 109 487)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 10.III.1969

Kl. 40 a, 17/06

MKP C 22 b 19/06



Współtwórcy wynalazku: doc. dr inż. Henryk Fik, prof. dr inż. Aleksander Krupkowski, mgr inż. Karol Rzyman, inż. Zbigniew Ochmański, inż. Franciszek Sieroń

Właściciel patentu: Biuro Projektów Przemysłu Metali Nieżelaznych „Bipromet”, Katowice (Polska)

Sposób rektyfikacji kadmu i urządzenie do stosowania tego sposobu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób rektyfikacji kadmu z metalicznego stopu kadmu przy równoczesnym zastosowaniu znanej metody pełnej równowagi i strumieni równoległych w jednym procesie oraz urządzenie służące do wykonania tego sposobu.

W znanych procesach rektyfikacji cynku, w których odpędza się kadm z zanieczyszczonego cynku otrzymuje się stop cynkowo-kadmowy o zawartości wagowej do 45% Cd, który poddając dalszemu procesowi rektyfikacji można wzbogacić do 80% wagowych Cd.

W praktyce, mając na uwadze względy techniczno-ekonomiczne, rezygnuje się z tak dużego wzbogacania stopu Zn—Cd, przy czym zawartość Cd w tym stopie utrzymuje się na poziomie 35—50% wagowych Cd.

Z powyższego wynika, że stop cynkowo-kadmowy względnie kadm zanieczyszczony znacznymi ilościami Zn stanowi materiał wyjściowy dla produkcji kadmu o czystości około 99,99% wagowych metodami strumieni równoległych lub pełnej równowagi. Stosuje się również obydwie metody w dwóch odrębnych kolumnach rektyfikacyjnych przy czym metodą strumieni równoległych uzyskuje się kadm o zawartości Zn = 5 do 10% wagowych i tak wzbogacony metal przerabia się metodą pełnej równowagi uzyskując kadm o czystości 99,99% wagowych.

2

W procesie elektrolizy otrzymuje się gąbkę kadmową o dużej zawartości Zn, Tl, Pb i Fe. Po przetopieniu otrzymuje się kadm zanieczyszczony Zn, Tl, Pb i Fe. Tlenki i siarczany bogate w Cd otrzymywane na przykład w procesie Dörschla względnie w procesie spiekania koncentratów cynkowych, można drogą mokrą przerobić na gąbkę kadmową, którą się następnie przetapia otrzymując kadm zanieczyszczony Zn, Tl, Pb, As i innymi składnikami.

Podobnie jak w wypadku stopu cynkowo-kadmowego i kadmu zanieczyszczonego znacznymi ilościami cynku, uzyskanych w procesie rektyfikacji cynku, przerabia się kadm zanieczyszczony Zn, Tl, Pb i Fe i innymi składnikami, pochodzący z procesu elektrolizy cynku albo z innych procesów, podanymi wyżej metodami strumieni równoległych lub pełnej równowagi względnie metodą łączną wyżej wzmiankowaną.

Sposób rektyfikacji kadmu znaną metodą strumieni równoległych polega na tym, że stop kadmowy nadawany jest do kolumny rektyfikacyjnej składającej się z półek, które sąsiadując ze sobą są wzajemnie do siebie odwrócone o 180° a zatem otwory przelewowe przypadają na przemian po lewej i prawej stronie kolumny, na skutek czego cynk spływa ku dołowi linią zygzakowatą. Dolna część, tak zwany odparnik jest z zewnątrz podgrzewany na skutek czego część metalu zamienia się w parę, która podąża ku górze w przeciwnym kierunku.

do spływającego roztworu a więc również linią zygzakowatą.

Górna część kolumny, tak zwany deflegmator, pracujący na tej samej zasadzie, tym różni się od odparnika, że nie jest podgrzany a zatem na skutek strat ciepłych część par kondensuje się przy czym kondensat spływa podobnie jak w odparniku linią zygzakowatą a pozostałe pary metalu przechodzą do kondensatora, gdzie się skraplają. Wysokość strat ciepłych deflegmatora i tym samym intensywność deflegmacji jest ważnym czynnikiem, regulującym przebieg procesu rektyfikacji kadmu.

W opisaney metodzie kontakt par z roztworem jest tylko powierzchniowy, tak iż nie stwarza ona warunków sprzyjających stanowi równowagi między roztworem a parami a co za tym idzie, potrzebna jest bardzo duża aparatura dla osiągnięcia żądanej czystości.

Z kolei, sposób rektyfikacji kadmu znaną metodą pełnej równowagi polega na tym, że cała kolumna, a więc odparnik i deflegmator składa się z półek, w skład których wchodzi kołpak, gardziel i przelew, tak, iż pary wytworzone w odparniku a zdążające ku górze przeciskają się przez roztwór metalu pod kołpakiem, który tworzy w każdej półce rodzaj zamknięcia syfonowego. W wyniku różnicy temperatury przeciskające się przez roztwór pary kondensują się a z ciepła kondensacji powstają nowe pary będące w stanie równowagi z roztworem, z którego powstały.

W podobny sposób pracują wszystkie półki kolumny, to znaczy odparnik i deflegmator. Metoda ta pozwala osiągnąć dużą czystość rektyfikatu przy znacznie mniejszej aparaturze.

Każda z wyżej wymienionych metod rektyfikowania kadmu stosowana oddzielnie posiada obok dużych zalet również pewne wady a mianowicie:

- a) metoda strumieni równoległych daje niższy uzysk metalu niż metoda pełnej równowagi,
- b) metoda strumieni równoległych daje nieco gorszą czystość metalu,
- c) wymagana jest większa aparatura,
- d) w wypadku metody pełnej równowagi wszystkie półki z kolumny posiadają charakterystyczne dla tej metody kołpaki z gardzielami i przelewami z czym wiąże się poważne trudności konstrukcyjne kolumny na skutek wysokiego ciśnienia w niej panującego,
- e) w wypadku stosowania w metodzie pełnej równowagi kotła odparnika, pracującego periodycznie, sama cykliczność procesu jest jego poważną wadą, natomiast w wypadku stałego odprowadzania części metalu z kotła efektywność procesu się zmniejsza.

Zgodnie z wynalazkiem łączy się metodę strumieni równoległych i pełnej równowagi w jeden proces przy zastosowaniu jednego urządzenia, które jest również przedmiotem wynalazku. Zastosowanie w jednym procesie obu wyżej wymienionych metod eliminuje w poważnym stopniu ich wady i umożliwia w pełni wykorzystanie zalet obu metod.

Stop Zn—Cd, poddawany rektyfikacji celem uzyskania z niego czystego kadmu, wprowadza się w płynnym stanie do kolumny rektyfikacyjnej.

W kolumnie panuje ciśnienie wyższe aniżeli w metodzie strumieni równoległych natomiast niższe niż w wypadku stosowania metody pełnej równowagi. Aby zapewnić hermetyczność układu jak również swobodne nadawanie stopu kadmowego wprowadza się metal z urządzenia nadawczego do odparnika kolumny pod ciśnieniem, co umożliwia pokonanie oporów panujących wewnątrz kolumny.

Odparnik pracuje na zasadzie strumieni równoległych i składa się z półek ułożonych jedna nad drugą, przy czym otwory przelewowe w poszczególnych półkach przypadają naprzemian raz po lewej i raz po prawej stronie kolumny, tak, iż stop spływa ku dołowi linią zygzakowatą. Odparnik jest z zewnątrz ogrzewany, dzięki czemu metal podgrzewa się do temperatury wrzenia, z tym, że ilość doprowadzonego do odparnika ciepła nie wystarcza do odparowania całej ilości stopu wprowadzonego do odparnika kolumny, w wyniku czego nieodparowana część metalu spływa do kotliny kolumny, zaopatrzonej w zamknięcie syfonowe.

W metalu spływającym do kotliny gromadzą się praktycznie biorąc w całości także zanieczyszczenia jak Pb, Fe, Sn, ponadto wzrasta w metalu kotlinowym koncentracja Zn a spada koncentracja Cd.

Pary wytworzone w odparniku podążają w przeciwnym kierunku do spływającego metalu drogą zygzakowatą ku górze, a po opuszczeniu odparnika przechodzą do deflegmatora pracującego na zasadzie pełnej równowagi to znaczy, że przeciskają się one przez roztwór metalu znajdującego się na poszczególnych półkach deflegmatora. W wyniku różnicy temperatury przeciskające się przez roztwór pary kondensują, a z wydzielonego ciepła kondensacji powstają nowe pary będące w stanie równowagi z roztworem, z którego powstały. Skropliny, wytworzone w deflegmatorze zwracane są do części nadawczej odparnika przewodem względnie są wyprowadzone one na zewnątrz.

Jak wynika z podanego opisu wynalazek wyeliminował względnie ograniczył wady obu metod i umożliwił wykorzystanie ich zalet; mianowicie dzięki zastosowaniu metody strumieni równoległych w odparniku kolumny a metody pełnej równowagi w deflegmatorze tej samej kolumny przez co osiąga się następujące korzyści:

- a) podwyższa się uzysk procesu,
- b) podwyższa się czystość kadmu,
- c) zmniejsza się niezbędną aparaturę,
- d) zmniejsza się ciśnienie w kolumnie w porównaniu do kolumny pracującej w całości metodą pełnej równowagi,
- e) istnieje możliwość prowadzenia procesu ciągłego, tak jak w metodzie strumieni równoległych.

Według wynalazku przewiduje się urządzenie, w którym kolumna posiada odparnik oparty na metodzie strumieni równoległych z zewnątrz podgrzewany, a na nim usytuowany deflegmator, wykonany z półek pracujących na zasadzie pełnej równowagi, przy czym może on być podgrzewany lub niepodgrzewany oraz jego odmianę według której odparnik i deflegmator mają względem siebie inne usytuowanie, przy czym podgrzewany odparnik

nik ustawiony jest poziomo, a wytworzone w nim pary kierowane są do dolnej części pionowego deflegmatora, opartego na metodzie pełnej równowagi. Dzięki obydwu rozwiązaniom, praktycznie biorąc, nie wzrasta ciśnienie w kolumnie na skutek pracy odparnika, co upraszcza konstrukcję kolumny, natomiast przez zastosowanie deflegmatora opartego na metodzie pełnej równowagi osiąga się dużą skuteczność procesu rektyfikacji.

Urządzenie do realizacji opisanego sposobu rektyfikacji stopów kadmowych przedstawiono na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia urządzenie z odparnikiem pionowym, zaś fig. 2 przedstawia odmianę urządzenia z zastosowaniem odparnika poziomego.

Składa się ono z urządzenia do nadawania płynnego stopu kadmowego poddawanego rektyfikacji, odparnika, deflegmatora i kondensatora.

Figura 1 według rysunku przedstawia typowy przykład kolumny, opartej na równoczesnym zastosowaniu metody strumieni równoległych i metody pełnej równowagi. Kolumna rektyfikacyjna składa się z odparnika 1 i deflegmatora 2. Odparnik 1 w układzie pionowym wykonany jest z półek pracujących na zasadzie strumieni równoległych, to znaczy, że metal spływa z półki na półkę drogą zygzakowatą, zmieniając w każdej półce kierunek o 180° w wyniku czego kontakt roztworu z parami, zdążającymi w przeciwnym kierunku, jest tylko powierzchniowy, tak, że faza ciekła nie jest w stanie równowagi z parami. Odparnik 1 jest podgrzewany z zewnątrz.

Nieodparowany metal spływa dołem do kotłiny 3, zaopatrzonej w zamknięcie syfonowe, w którym ciśnienie wywołane przez słup metalu, jest wyższe od ciśnienia panującego w odparniku, wskutek czego, uniemożliwia wydobywanie się par. Wytworzone w odparniku pary zdążają ku górze, gdzie dostają się do deflegmatora 2, pracującego na zasadzie pełnej równowagi, w którym pary zdążają z dołu ku górze zmuszone są do przeciskania się w każdej półce przez roztwór płynnego metalu w wyniku czego pary kondensują się a z ciepła kondensacji wytwarzają się nowe pary, będące w stanie równowagi z roztworem, z którego powstały. Zatem w deflegmatorze 2 istnieją w poszczególnych półkach warunki zbliżone do stanu równowagi między roztworem a parami. Z deflegmatora 2 pary uchodzą do kondensatora 6, w którym się skraplają natomiast wytworzone w deflegmatorze skropliny spływają wraz ze wsadem na powrót do odparnika 1.

Ze względu na nadciśnienie panujące w kolumnie, płynny metal nadawany do kolumny musi je przewycisnąć. W tym celu rura nadawcza 4, podająca stop kadmu do kolumny, połączona jest ze

zbiornikiem nadawczym 5, w którym uzyskuje się potrzebne ciśnienie płynnego metalu przez odpowiednią wysokość słupa metalu.

Celem zapobieżenia wahaniom ciśnienia w kolumnie łączy się kondensator par metalu 6 z teleskopowym wyrównywaczem ciśnienia 7, napełnionym gazem obojętnym który się odpyla w urządzeniu odpylającym 8. Odmiana urządzenia według rysunku na fig. 2 ma odparnik w układzie poziomym, podgrzewany z zewnątrz, w którym metal przepływa linią zygzakowatą — poziomą — przy czym metal zmienia po każdej przegrodzie 10 kierunek o 180° a wytworzone w nim pary uchodzą do deflegmatora 2, pracującego na zasadzie pełnej równowagi, podobnie jak to już uprzednio opisano. Nieodparowany metal odprowadzony zostaje z odparnika 9 na zewnątrz przewodem 11 do kotłiny 3. Skropliny, wytworzone w deflegmatorze 2, zawracane są do części nadawczej odparnika przewodem 12 względnie zostają wyprowadzone na zewnątrz.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rektyfikacji kadmu, **znamienny tym**, że rektyfikowany stop kadmowy wprowadza się pod ciśnieniem z urządzenia nadawczego do podgrzewanego odparnika pracującego na zasadzie strumieni równoległych, z którego wytworzone pary kieruje się do deflegmatora pracującego na zasadzie pełnej równowagi, przy czym nieodparowany w deflegmatorze metal odprowadza się do kotłiny zaopatrzonej w zamknięcie syfonowe a skropliny z deflegmatora zawracają się na zewnątrz lub do części nadawczej odparnika, natomiast wytworzone pary w deflegmatorze skrapla się w kondensatorze i odpyla.
2. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1, składające się z urządzenia do nadawania płynnego stopu kadmowego poddawanego rektyfikacji, odparnika, deflegmatora, kondensatora, **znamiennie tym**, że odparnik (1, 9) posiada półki w postaci znanych płaskich przegród na przemian odwróconych o 180° , a umieszczony powyżej odparnika deflegmator (2) posiada półki składające się ze znanego kołpaka, znanej gardzieli i znanego przelewu, natomiast urządzenie do nadawania płynnego metalu składa się z rury nadawczej (4) i zbiornika (5) nadawczego, w którym ciśnienie metalu równa się ciśnieniu panującemu w deflegmatorze i odparniku przy czym w celu zapobieżenia wahaniom ciśnienia w urządzeniu, urządzenie wyposażone jest w teleskopowy wyrównywacz ciśnień (7) wypełniony gazem obojętnym, który odpyla się w odpylniku (8).

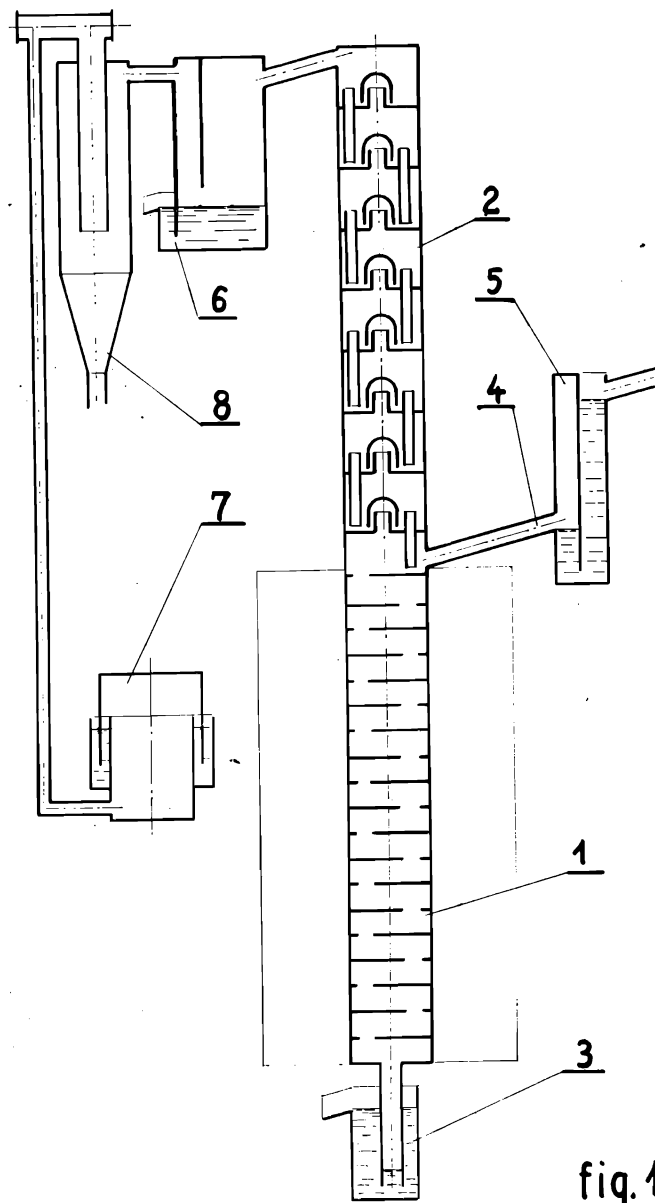


fig.1

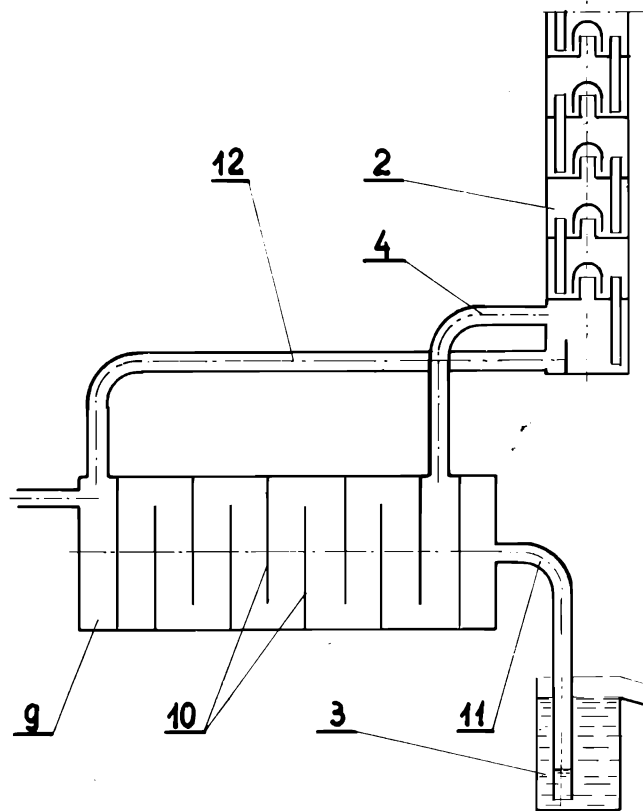


fig. 2