



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ЗАЯВКА НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

(21)(22) Заявка: 2012107523/02, 30.07.2009

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 30.07.2009

(43) Дата публикации заявки: 10.09.2013 Бюл. № 25

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на национальной фазе: 29.02.2012

(86) Заявка РСТ:

IT 2009/000344 (30.07.2009)

(87) Публикация заявки РСТ:

WO 2011/013149 (03.02.2011)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, стр.3, ООО
"Юридическая фирма Городиский и Партнеры"

(71) Заявитель(и):

**МИЛБРУК ЛИД РЕСАЙКЛИНГ
ТЕКНОЛОДЖИЗ ЛИМИТЕД (IE)**

(72) Автор(ы):

МАРТИНИ Федерика (IT)

**(54) РЕГЕНЕРАЦИЯ СВИНЦА В ФОРМЕ ВЫСОКОЧИСТОГО СОЕДИНЕНИЯ СВИНЦА ИЗ
ЭЛЕКТРОДНОЙ ПАСТЫ ИЛИ ШЛАМА, ИЗВЛЕЧЕННОЙ ИЗ ВЫБРОШЕННЫХ СВИНЦОВЫХ
АККУМУЛЯТОРОВ, И/ИЛИ ИЗ СВИНЕЦСОДЕРЖАЩИХ МИНЕРАЛОВ**

(57) Формула изобретения

1. Способ регенерации из свинца неочищенной электродной пасты или шлама от выброшенных свинцовых аккумуляторов и/или свинецсодержащих минералов в форме высокочистого соединения свинца, включающий стадии

а) суспендирования неочищенного свинецсодержащего материала в растворяющем сульфат свинца водном растворе соли, относящейся к группе, образованной из ацетатов натрия, калия и аммония;

б) добавления к суспензии серной кислоты в количестве, достаточном для превращения всех оксидов свинца в сульфат свинца, растворимый в растворе соли уксусной кислоты, и медленного добавления к суспензии либо пероксида водорода, либо сульфита или барботирования через нее сернистого ангидрида в степени, приспособленной для восстановления любого количества диоксида свинца до оксида свинца, в конечном счете, превращаемый в растворимый сульфат свинца под действием серной кислоты;

с) отделения полупрозрачного раствора соли уксусной кислоты, содержащего растворенный сульфат свинца, от остатка твердой фазы, включающего все нерастворенные соединения и примеси;

д) добавления к отделенному раствору сульфата свинца либо карбоната, либо гидроксида того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты раствора, растворяющего сульфат свинца, для осаждения высокочистых карбоната/оксикарбоната

свинца или оксида или гидроксида свинца, соответственно, при одновременном образовании сульфата катиона, растворимого в растворе соли уксусной кислоты;

е) отделения осажденного высокочистого соединения свинца от раствора соли уксусной кислоты, теперь содержащего также и сульфат того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты.

2. Способ по п.1, где упомянутый раствор соли уксусной кислоты, содержащий также сульфат того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты, отделенный от осажденного соединения свинца, отправляют на рецикл на стадию а), а увеличение содержания сульфата того же самого катиона в растворе выдерживают ниже предела насыщения в результате непрерывного или периодического охлаждения, по меньшей мере, части раствора, отделенного от осажденного соединения свинца, для стимулирования селективной кристаллизации соли серной кислоты того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты, и удаления ее в качестве побочного продукта.

3. Способ по п.2, где перед охлаждением для селективного осаждения соли серной кислоты того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты, раствор вводят в контакт с хелатообразующей смолой, приспособленной для секвестирования любых остаточных ионов свинца из раствора, для селективного осаждения в результате охлаждения по существу свободной от свинца соли серной кислоты того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты.

4. Способ по п.1, где селективное растворение сульфата свинца проводят в результате суспендирования неочищенного материала в водном растворе ацетата натрия, имеющем концентрацию, находящуюся в диапазоне от 10 г до 120 г соли в 100 г воды, при температуре, находящейся в диапазоне от 20°C до температуры кипения, в течение времени перемешивания, находящегося в диапазоне от 5 до 180 мин.

5. Способ по п.1, где селективное растворение сульфата свинца проводят в результате суспендирования неочищенного материала в водном растворе ацетата аммония, имеющем концентрацию, находящуюся в диапазоне от 20 г до 120 г соли в 100 г воды, при температуре, находящейся в диапазоне от 20°C до температуры кипения, в течение времени перемешивания, находящегося в диапазоне от 5 до 180 мин.

6. Способ по п.1, где селективное растворение сульфата свинца проводят в результате суспендирования неочищенного материала в водном растворе ацетата калия, имеющем концентрацию, находящуюся в диапазоне от 20 г до 120 г соли в 100 г воды, при температуре, находящейся в диапазоне от 20°C до температуры кипения, в течение времени перемешивания, находящегося в диапазоне от 5 до 180 мин.

7. Способ по п.1, дополнительно включающий суспендирование упомянутого отделенного остатка твердой фазы, включающего все нерастворенные соединения и примеси, в горячем концентрированном гидроксиде того же самого катиона выбранной соли уксусной кислоты, для превращения и растворения соединений свинца или их твердой сросшейся массы, которые не смогли раствориться в растворе соли уксусной кислоты, в форме соли свинцовистой кислоты катиона гидроксида, отделение щелочного раствора, содержащего плюмбит свинца, от твердой фазы примесей, содержащихся в исходном материале, и добавление отделенного свинецсодержащего щелочного раствора к отделенному ацетатному раствору для осаждения всего регенерируемого свинца в виде высокочистых оксида или гидроксида свинца.

8. Установка для регенерации свинца из неочищенной электродной пасты или шлама от выброшенных свинцовых аккумуляторов и/или свинецсодержащих минералов в форме высокочистого соединения свинца, включающая:

а) первый реактор (RAC (1)), включающий средства перемешивания и нагревания, для суспендирования неочищенного материала в растворяющем сульфат свинца водном растворе соли, относящейся к группе, состоящей из ацетатов натрия, калия и аммония,

средства регулирования добавления серной кислоты и средства регулирования добавления реагента, относящегося к группе, состоящей из пероксида водорода, сульфита натрия и сернистого ангидрида;

б) первый сепаратор твердое вещество/жидкость (F1) для отделения твердой фазы, образованной из нерастворимых соединений свинца и/или нерастворенной твердой сросшейся массы соединений свинца и примесей, от полупрозрачного раствора соли уксусной кислоты и сульфата свинца;

с) второй реактор (RAC(2), RAC(3), RAC(4)), приспособленный для вмещения полупрозрачного водного раствора соли уксусной кислоты и раствора сульфата свинца, включающий средства перемешивания и нагревания и средства добавления к раствору либо карбоната, либо гидроксида того же самого катиона, что и у упомянутой соли уксусной кислоты, для осаждения нерастворимых карбоната/оксикарбоната свинца или оксида или гидроксида свинца, соответственно, и получения растворимого в водном растворе сульфата того же катиона, что и у соли уксусной кислоты;

д) второй сепаратор твердое вещество/жидкость (F(2), F(3), F(4)) для отделения твердой фазы, образованной из упомянутого осажденного соединения свинца, от водного раствора соли уксусной кислоты, теперь содержащего также и сульфат того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты;

е) средства отправления отделенного раствора на рецикл в упомянутый первый реактор (RAC(1));

ф) третий реактор (RAC(5)), включающий средства перемешивания и средства регулируемых охлаждения и/или нагревания подвергаемой непрерывной или периодической обработке части упомянутого отправляемого на рецикл раствора для селективной кристаллизации содержащегося в растворе сульфата того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты;

г) третий сепаратор твердое вещество/жидкость (F(5)) для отделения упомянутого закристаллизованного сульфата того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты, упомянутой подвергаемой обработке части отправляемого на рецикл раствора, которую после этого отправляют на рецикл в упомянутый первый реактор (RAC(1)).

9. Установка по п.8, дополнительно включающая колонку, заполненную хелатообразующую смолу, через которую для связывания в результате секвестирования остаточных ионов свинца из раствора перепускают упомянутую подвергаемую непрерывной или периодической обработке часть отправляемого на рецикл раствора до введения его в упомянутый четвертый реактор (RAC(5)) для селективной кристаллизации содержащегося в растворе сульфата того же самого катиона, что и у соли уксусной кислоты.

10. Установка по п.9, дополнительно включающая средства периодического удаления секвестированных ионов свинца из упомянутой хелатообразующей смолы в результате циркуляции уксусной кислоты через колонку, и средства введения циркулирующего количества уксусной кислоты в упомянутый первый реактор (RAC(1)).

11. Установка по п.8, дополнительно включающая четвертый реактор (RAC (2 бис)), включающий средства перемешивания и нагревания для суспендирования упомянутой отделенной твердой фазы, содержащей нерастворимые соединения свинца и/или нерастворенную твердую сросшуюся массу соединений свинца, в горячем концентрированном гидроксиде того же самого катиона, что и у выбранной соли уксусной кислоты, и превращения упомянутых соединений свинца и/или нерастворенной твердой сросшейся массы соединений свинца в растворимые плюмбиты; четвертый сепаратор твердое вещество/жидкость (F (2 бис)) для отделения свинецсодержащего щелочного раствора от твердой фазы примесей; и средства введения свинецсодержащего щелочного раствора в упомянутый второй реактор (RAC(2), RAC(3)) для осаждения

всего регенерируемого свинца в форме высокочистых оксида или гидроксида свинца.

12. Установка по п.8, дополнительно включающая печь, в которой отделенное соединение свинца в виде карбоната и/или оксикарбоната или гидроксида свинца разлагают до оксида свинца и диоксида углерода или воды соответственно.

RU 2012107523 A

RU 2012107523 A