

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49043

C22b 17/06

Patent dodatkowy
do patentu

nr 41351

Zgłoszono:

08.IV.1964 (P 104 249)

Pierwszeństwo:

Opublikowano:

25.II.1965

Kl. ~~40 a 33/80~~

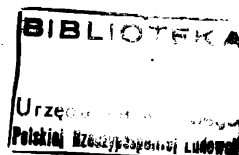
40 a 17/06

MKP C 22 b

UKD

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

Właściciel patentu: Zakłady Cynkowe „Silesia” Przedsiębiorstwo Państwowe, Katowice (Polska)



Sposób rafinacji stopów kadmowych i urządzenie do stosowania tego sposobu

1

Przedmiotem patentu głównego nr 41 351 jest sposób ciągłego oczyszczania stopów kadmowych w urządzeniu hermeticznie zamkniętym, złożonym z zaopatrzonej w filtr z materiałów ognioodpornych kolumny rektyfikacyjnej, karborundowego skraplacza wyposażonego w amortyzator ciśnień oraz pieca topielnego zaopatrzonego w skrzynkę nadawczą połączoną syfonowo rurką ceramiczną z kolumną rektyfikacyjną.

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest sposób ciągłej rafinacji skroplonych par kadmu przede wszystkim zanieczyszczonych Zn oraz Tl i skraplacza do stosowania tego sposobu oraz urządzenie do równomiernej nadawy płynnego stopu cynkowo-kadmowego do znanej kolumny rektyfikacyjnej służącej do oczyszczania stopów kadmowych.

Dotychczas z gąbki kadmowej stanowiącej produkt cementacji w procesie elektrolizy cynku i tlenków kadmowych przez rozpuszczanie w kwasie siarkowym, a następnie wytrącanie cynkiem otrzymywano bogatą gąbkę kadmową o zawartości 75—90% Cd. Z bogatej gąbki po rozpuszczeniu jej w kwasie siarkowym i pod działaniem energii elektrycznej otrzymywano kadm na katodach, który po przetopieniu odlewano w gąski. Bogatą gąbkę przerabiano także na drodze pirometalurgicznej z dodatkiem reduktora w piecach destylacyjnych o leżących muflach żeliwnych. Otrzymany kadm surowy następnie rafinowano ogniowo solami.

2

Wyżej podane sposoby były stosunkowo bardzo skomplikowane, ponieważ proces produkcji kadmu wymagał wielu operacji i z tego powodu uzysk kadmu był niski a straty metalu bardzo znaczne. Poza tym czystość uzyskiwanego produktu była niezadawalająca (w najkorzystniejszym przypadku ok. 99,95% Cd).

Sposób oczyszczania stopów kadmowych przez rektyfikację według patentu polskiego nr 41 351 usunął wiele wad w dotychczas stosowanych metodach produkcji kadmu. Polegał on na tym, że część stopu kadmowego odparowuje się w wyniku czego pary wzbogacają się w Cd, natomiast do nieodparowanej części metalu przechodził praktycznie biorąc cały Pb, Fe, Cu, Sn, Al i inne wysoko wrzące zanieczyszczenia. Pomimo tego, z powodu zastosowania znanego pieca topielnego dopływ płynnego metalu do kolumny rektyfikacyjnej był nierównomierny, co powodowało w konsekwencji znaczne skoki zanieczyszczeń w skroplonym kadmie w skraplaczu. W celu uzyskania czystości ok. 99,95% Cd skroplony kadm musiał być dodatkowo zawracany do obiegu co obniżało uzysk Cd i moc agregatu produkcyjnego oraz powodowało nadmierne zużycie paliwa na jednostkę produkcji.

Poza tym kadm pomimo bardzo precyzyjnego prowadzenia procesu rektyfikacji zwykle będzie zanieczyszczony metalami o zbliżonym punkcie wrzenia do kadmu a mianowicie Zn i Tl, chociaż większość tych metali koncentrowała się w metalu

nieodparowanym. O ile więc zawartość Zn lub Tl w czystym kadmie otrzymywanym w skraplaczu była wyższa aniżeli dopuszczają wymagania wówczas metal musiał być poddany rafinacji w kotle żeliwnym przy pomocy NaOH lub Na_2CO_3 oraz NH_4Cl z tym, że najlepiej Tl jest usunąć NH_4Cl . Operacja ta powodowała pewne straty metalicznego kadmu w żużlach.

Wady powyższe usuwa sposób według wynalazku pozwalający na oczyszczenie kadmu z Zn i Tl bezpośrednio w skraplaczu przy pomocy znanych środków rafinacyjnych oraz w urządzeniu złożonym z dwukomorowego pieca topielnego wyposażonego w urządzenie nadawcze, które umożliwia równomierny dopływ płynnego metalu do znanej kolumny rektyfikacyjnej. Istota sposobu rafinacji polega na tym, że środki rafinacyjne dodaje się wprost do skraplacza, przy czym pożądanym jest możliwie jak najlepszy kontakt między rafinowanym metalem a środkiem rafinacyjnym.

Kadm czysty z metalu wsadowego posiadającego znacznie większe zawartości Zn lub Tl otrzymuje się korzystniejszym sposobem według wynalazku przez koncentrację w skraplaczu kadmu zawierającego maksymalnie ok. 2% Zn lub mniej i taki metal poddaje się procesowi rafinacji bezpośrednio w skraplaczu przy pomocy NaOH, Na_2CO_3 oraz NH_4Cl lub skroplony metal w skraplaczu poddaje się rafinacji w odrębnym piecu rafinacyjnym przy pomocy znanych środków rafinacyjnych.

Urządzenie do stosowania sposobu według wynalazku jest przedstawione w przykładach wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat ogólny dwukomorowego pieca topielnego z mechanizmem nadawczym, fig. 2 schematyczny widok skraplacza zaopatrzonego w mieszało, fig. 3 schematyczny widok skraplacza bez mieszała, fig. 4 schematyczny widok skraplacza wyposażonego w półki posiadające w ściankach otwory, a fig. 5 schematyczny widok skraplacza wyposażonego w półki z syfonowym zamknięciem.

Dwukomorowy piec topielny (fig. 1) wyposażony jest w palnik 1, komin 2 do odprowadzenia spalin oraz w mechanizm nadawczy złożony z ramy 3 na której ustawia się płytę metalu i śruby pociągowej 4 zaopatrzonej w pokrętkę 5, umożliwiającą regulację stopnia zanurzenia płyty w kąpeli metalowej. Skraplacz (fig. 2 i 3) wykonany jest z kształtek karborundowych i posiada przewód 6 doprowadzający pary kadmu, kotłnię 7 na płynny metal 8 zamkniętą syfonem 9. Skraplacz dodatkowo może być wyposażony w mieszało 10, jak to pokazano na fig. 2. Odmiana konstrukcji skraplacza fig. 4; wyposażona jest w półki 11 zaopatrzone w otwory 12 — lub w półki 13 z syfonowym zamknięciem 14 (fig. 5).

Gąbkę kadmową o minimalnej zawartości 30% Cd przetapia się pod warstwą soli ochronnych w wyniku czego otrzymuje się stop kadmowy w kształcie płyt. Można także poddawać rafinacji dowolny stop kadmowy odlany w kształcie płyt np. stop uzyskiwany w procesie rektyfikacji cynku.

Płyty stopu kadmowego topi się w piecu topielnym wyposażonym w urządzenie nadawcze jak również w system zamknięć syfonowych 15 oraz

przelewów 16, dzięki którym zostaje równomiernie nadany płynny metal do ogólnie znanego urządzenia rektyfikacyjnego. Równomierna nadawa metalu wsadowego ma poważny wpływ na jakość metalu i na uzysk Cd w procesie. Gdy nadawa wsadu nie jest równomierna, wówczas w okresie zwiększonej nadawy zbyt dużo Cd spływa do kotłiny obniżając odzysk Cd w kadmie czystym, natomiast w momentach niedostatecznej nadawy metalu wsadowego następuje przegrzanie metalu i wówczas zbyt dużo zanieczyszczeń przechodzi do skraplacza obniżając jakość produktu. Jak z powyższego stwierdzenia widać, przez zapewnienie równomiernego dopływu wsadu podwyższa się uzysk kadmu czystego i otrzymuje się lepszą jakość gotowego produktu.

W celu stosowania sposobu rafinacji według wynalazku, instaluje się w skraplaczu jedną lub więcej półek 11, w których wykonuje się na poziomie górnej krawędzi otwory 12, którymi metal spływa ku dołowi na niższą półkę 11 lub do kotłiny 7 skraplacza. Na półki 11 nakłada się środek rafinacyjny 17, tak że skondensowany metal opadając na półkę 11 musi się przecisnąć przez nałożony środek rafinacyjny 17, podlegając rafinacji. Po spłynięciu kadmu do kotłiny 7 skraplacza zawartość Zn względnie Tl w metalu obniża się do optymalnego poziomu.

Aby środek rafinacyjny 17 nie miał tendencji spływania wraz z płynnym metalem 8 można półki 13 wykonać z syfonowym zamknięciem 14, pod którym będzie tylko przepływał ciężki metal 8, podczas gdy środek rafinacyjny 17 jako lżejszy będzie się utrzymywał na półce 13.

Skraplacz do stosowania sposobu według wynalazku można również rozwiązać prościej, wrzucając środek rafinacyjny 17 do kotłiny 7 skraplacza. Rozwiązanie to jest godne polecenia, gdy spust metalu ze skraplacza jest okresowy. Proces rafinacji wtedy można zintensyfikować przez zabudowanie mieszała 10 w skraplaczu celem zwiększenia kontaktu środka rafinacyjnego z metalem.

W przypadku gdy spust metalu ze skraplacza odbywa się poprzez syfonowe zamknięcia 9, wówczas można środek rafinacyjny nałożyć nie tylko na płynny metal w kotlinie, ale również na powierzchnię metalu po zewnętrznej stronie syfonu.

Opisany sposób rafinacji stopów kadmowych umożliwia uzyskanie kadmu o czystości około 99,99% Cd przy uzysku czystego kadmu od 90—96% oraz z jednoczesnym obniżeniem zużycia energii cieplnej na jednostkę produkcji.

Sposobem według wynalazku można przerabiać także stop kadmowy o dużej koncentracji Tl. Wówczas metal taki poddaje się procesowi wstępnej rafinacji przy pomocy soli na przykład salmiaku, tak aby zawartość Tl spadła poniżej 0,8%. Tak przygotowany dopiero metal kieruje się do pieca topielnego i poddaje procesowi rafinacji w celu uzyskania kadmu o czystości około 99,99% Cd.

W przypadku gdy stop kadmu zawiera większe ilości składników wysokoprzających na przykład Pb względnie Cu, wówczas przed rafinacją sposobem według wynalazku taki stop miesza się ze stopem Cd—Zn w odpowiednim stosunku. Następnie z tak

przygotowanego stopu otrzymuje się kadm czysty (około 99,99% Cd).

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rafinacji stopów kadmowych według patentu nr 41351 przez rektyfikację w urządzeniu hermetycznie zamkniętym, w którym z doprowadzonego z pieca topielnego część stopu przeprowadza się w stan pary a następnie częściowo skrapla w deflegmatorze uwalniając w ten sposób od zanieczyszczeń o wyższej temperaturze wrzenia niż temperatura wrzenia kadmu, po czym tak oczyszczone pary skrapla się w hermetycznym skraplaczu, **znamienny tym**, że metal wsadowy przeprowadza się z dwukomorowego pieca topielnego zaopatrzonego w urządzenie nadawcze do kolumny rektyfikacyjnej równomiernym strumieniem a w skraplaczu uzyskuje się kadm o zawartości Zn około 2% lub mniej, przy czym skroplony albo płynny kadm opadając na półkę lub do kotliny skraplacza przepływa do kąpiel metalowej przez nałożony środek rafinacyjny lub poddaje się go procesowi rafinacji w odrębnym piecu rafinacyjnym przy pomocy znanych środków rafinacyjnych.
2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, **znamienna tym**, że stop kadmowy o dużej zawartości Tl poddaje się wstępnej rafinacji ogniowej gdzie obniża się koncentrację Tl do 0,8% lub poniżej

tej granicy, przy czym tak przygotowany metal kieruje się do hermetycznego urządzenia rektyfikacyjnego.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1, **znamienna tym**, że stop kadmowy o dużej zawartości składników wysokowrzących (na przykład Pb lub Cu) miesza się ze stopem Cd—Zn i poddaje rafinacji w hermetycznym urządzeniu rektyfikacyjnym.
4. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1, złożone z kolumny rektyfikacyjnej wyposażonej w piec topielny i skraplacz, **znamienny tym**, że dwukomorowy piec topielny zaopatrzony w syfonowe zamknięcie (15) i przelew (16) wyposażony jest w mechanizm nadawczy złożony z ramy (3) oraz śruby pociągowej (4) zaopatrzonej w pokrętło (5) a karborundowy skraplacz jest zaopatrzony w syfonowe zamknięcie (9) posiadający w kotlinie płynny metal (8) pokryty środkiem rafinacyjnym (17) wyposażony jest w mieszkadło (10).
5. Odmiana urządzenia według zastrz. 4, **znamienna tym**, że karborundowy skraplacz wyposażony jest w półki (11) zaopatrzone na poziomie górnej krawędzi w otwory (12) na których płynny metal (8) pokryty jest środkiem rafinacyjnym (17) lub w półki (13) z syfonowym zamknięciem (14), przy czym płynny metal (8) pokryty jest środkiem rafinującym (17) przed syfonowym zamknięciem (14).

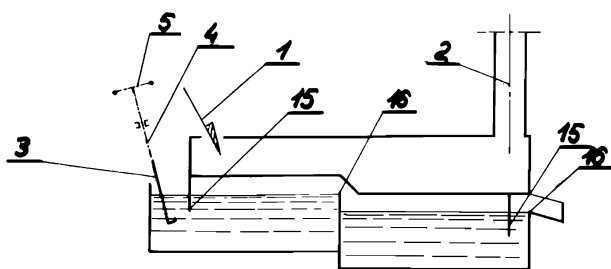


Fig. 1

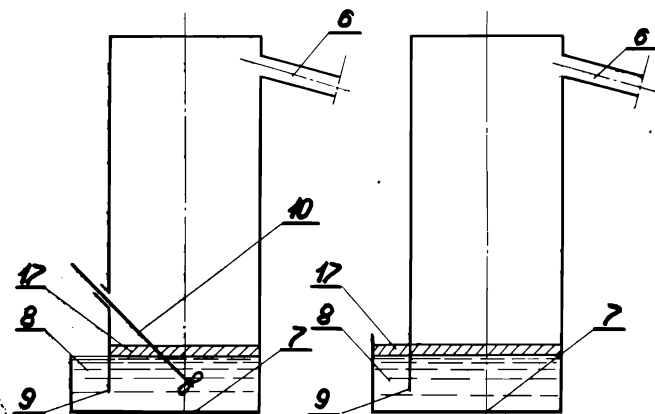


Fig. 2

Fig. 3

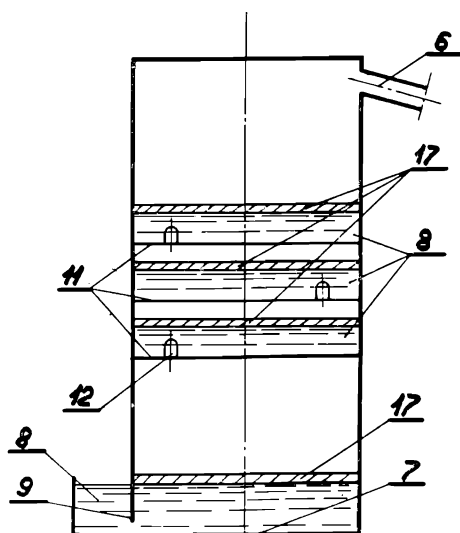


Fig. 4

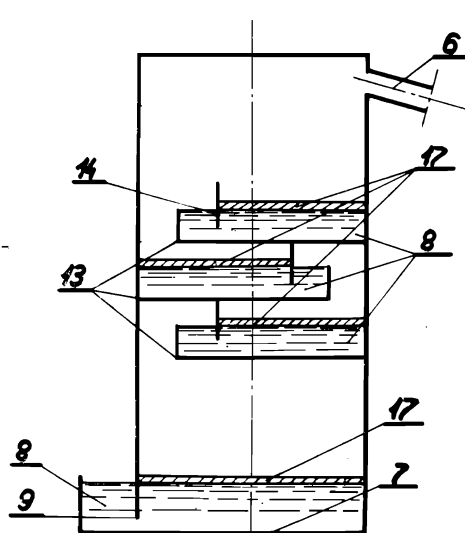


Fig. 5

BIBLIOTEKA
Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej