

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 29433.

Kl. 40a, 13/04

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.
i Duisburger Kupferhütte, Duisburg.

Sposób otrzymywania ołowiu z wypalek pirytowych.

Zgłoszono 19 lutego 1937 r.

Udzielono 4 grudnia 1940 r.

Pierwszeństwo: 22 lutego 1936 r. (Niemcy).

C22b, 13/04

Wiadomo, że wypalki pirytowe, wyprażone w warunkach procesu chlorowania i ługowania w celu odciągnięcia miedzi, zawierają przeciętnie 0,9% ołowiu. Pomimo, że w Niemczech wypraża się rocznie około miliona tonn wypalek pirytowych, które zawierają ogółem około 10,000 tonn ołowiu, metal ten prawie całkowicie, z wyjątkiem najdrobniejszych ilości, które odzyskiwano podczas hutniczej przeróbki wypalek — pirytowych, był stracony dla gospodarki państwowej. Wypalki pirytowe o wyższej zawartości ołowiu niż 0,9% nie nadają się do przeróbki w hutnictwie żelaza, wskutek czego miliony

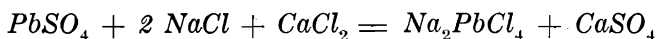
tonn takich wypalek pirytowych, bardzo cennych również i ze względu na zawartość w nich metali szlachetnych, wyrzucono na hałdy. W tym przypadku tracono nie tylko ołów, lecz także zawarte w wypalkach pirytowych żelazo i metale szlachetne.

W literaturze technicznej opisane są próby otrzymywania ołowiu, według których rudy, zawierające ołów, po zmieleniu i wyprażeniu ługuje się odpowiednimi rozpuszczalnikami, ołów zaś z otrzymanych przy tym ługów wydziela się przez wytrącanie za pomocą żelaza i ług odprowadza z powrotem do procesu kołowego.

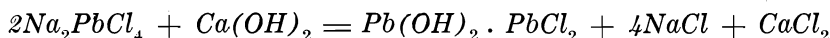
Jednakże stosowanie tego sposobu do otrzymywania ołowiu z wypalek pirytowych jest technicznie niewykonalne z następujących powodów: w temperaturach ługowania, wynoszących około 60°C, przy użyciu ługów zawierających sól kuchenną można otrzymać ług, zawierający zaledwie 6 — 9 g *Pb*/litr. Na 1 tonnę wypalek pirytowych trzeba by zużyć do ługowania co najmniej 1 m³ ługu. Przy przeróbce zaś 1000 i więcej tonn wypalek pirytowych dziennie trzeba byłoby zużyć 1000 m³ lub nawet większą ilość ługu. Ponieważ proces wytrącania z tych ługów zachodzi bardzo powoli, przeto wytrącanie ołowiu wymagałoby olbrzymiej aparatury. I to właśnie stanowi przeszkodę w przeprowadzaniu takiego procesu w skali przemysłowej.

Obecnie stwierdzono, że ołów można również odzyskiwać w skali przemysłowej z wypalek pirytowych, jeżeli wypalki pirytowe, wyprażone w warunkach procesu chlorowania i ługowania, będzie się traktowało środkami rozpuszczającymi sole ołowiu podczas ługowania z jednoczesnym mieszaniem. Z otrzymanych ługów, zawierających ołów, strąca się ten metal jako tleno-chlorek za pomocą wapna, a z niego uzyskuje się ołów wytrącony za pomocą śrutu stalowego. Dzięki temu procesowi osiąga się następujące korzyści:

Ług zostaje zregenerowany podczas procesu strącania. Zabieg ten przeprowadza się w następujący sposób. Podstawą procesu ługowania ołowiu jest następujące równanie:



Proces strącania przebiega według poniższego równania:



Otrzymuje się więc ług, złożony z roztworu soli kuchennej i chlorku wapniowego, nadający się ponownie do użycia w procesie. Ołów w postaci tleno-chlorku, zawierającego około 50% ołowiu w przeliczeniu na substancję suchą, zostaje znacznie wzbogacony. Wzbogacenie takie umożliwia techniczne dokonanie wytrącenia ołowiu za pomocą śrutu stalowego. A więc wypalki pirytowe najpierw praży się w znany sposób w warunkach procesu chlorowania, a następnie ługuje. Przy tym miedź i cynk zostają rozpuszczone praktycznie biorąc całkowicie, srebro — w przeważnej części, a kobalt, mangan i inne składniki — w znacznym stopniu. Natomiast praktycznie biorąc nierozpuszczony pozostaje ołów i ewentualnie obecne złoto.

Ługowanie środkami, rozpuszczającymi sole ołowiu, wykonywa się korzystnie w bębnach obrotowych, szczególnie w takich, które pozwalają na jednoczesną obróbkę wypalek pirytowych środkami ługującymi oraz na wymywanie ich. Do ługowania stosuje się roztwór chlorku sodowego i chlorku wapniowego, zawierający celowo przeszło 150 g *NaCl* i 10 — 20 g *CaCl*₂ w litrze roztworu. Temperatura wynosi korzystnie powyżej 50°C. Jako ług można również stosować ług, złożony z roztworu chlorku sodowego i chlorku wapniowego, otrzymywany jako produkt uboczny podczas przeróbki wypalek pirytowych po strąceniu cynku. Strącanie tleno-chlorku ołowiu przeprowadza się celowo bez ochładzania ługu, tak iż w procesie należy uzupełniać jedynie stratę ciepła. Stosowanie

takich ługów jest szczególnie korzystne wtedy, gdy chodzi o łączne ługowanie złota i ołowiu z wypalek pirytowych podczas jednego zabiegu ługowania. W takich przypadkach stosuje się ługi, złożone z roztworu chlorku sodowego i chlorku wapnia, zawierające chlor. Jako środki strącające stosuje się zasady, które z jonami siarczanowymi dają trudno rozpuszczalne sole. Strącanie tleno-chlorku przeprowadza się celowo w sposób ciągły i w aparatach Dorra oddziela od zregenerowanego ługu. W celu wytrącania ołowiu za pomocą śrutu stalowego tleno-chlorek rozmula się w wodzie. Zawieszinę obraca się ze śrutem stalowym w ciągu kilku godzin w zwykłych bębnach do wytrącania, korzystnie po zakwaszeniu zawiesziny kwasem solnym. Wydzielony i przemyty ołów przetapia się w znany sposób na ołów surowy, a następnie poddaje się go rafinacji.

Przykład I. 100 tonn wypalek pirytowych, wyprażonych w warunkach procesu chlorowania i ługowania, zawierających 0,9% *Pb*, wprowadza się powoli do bębna obrotowego, w którym bez przerwy w przeciwnym kierunku do wypalek pirytowych przepływa ług ogrzany do temperatury 70°C, zawierający 200 g soli kuchennej i 20 g chlorku wapnia w litrze. Ług i wypalki pirytowe po obróbce, trwającej 5 minut, spuszcza się na płaski filtr, na którym wypalki pirytowe uwalnia się od przylegającego ługu ołowiowego przez odessanie i przemycie. Z ługu, zawierającego ołów, strąca się tleno-chlorek ołowiu wapnem w ciągłym zabiegu roboczym i następnie w aparacie Dorra oddziela ług od strąconego produktu. Strącony produkt, zawierający 700 kg ołowiu, rozmula się w 1 m³ wody i pompuje do bębna, w którym znajduje się śrut stalowy. Aby zapobiec powstawaniu soli zasadowych dodaje się 500 litrów 20%-owego odpadowego kwasu solnego i wytrąca się ołów w ciągu około 20 godzin. Wytrącony ołów przemywa się roz-

cieńczonym kwasem solnym i wodą, suszy i w znany sposób przerabia na ołów surowy.

Przykład II. Wypalki pirytowe, zawierające ołów, prażone w warunkach procesu chlorowania i ługowania, wprowadza się sposobem ciągłym do bębna do ługowania; w przeciwnym kierunku do wypalek pirytowych, przenoszonych za pomocą ślimaka, wprowadza się do bębna roztwór chlorku wapniowego i chlorku sodowego, jak również gazowy chlor, a jednocześnie ciepłą wodę do przemywania wypalek pirytowych. Doprowadzanie ługu chlorkowego do bębna odbywa się w pewnej odległości od wylotowego końca, równej w przybliżeniu $\frac{1}{4}$ jego długości, doprowadzanie zaś ciepłej wody skutecznia się bezpośrednio przy wypustowym końcu bębna. Z wypalek pirytowych, opuszczających bęben po 10 — 15 minutowym ługowaniu, zostało usunięte przeszło 70% złota i około 90% ołowiu. Ług zawierający sole ołowiu i złota, przerabia się podobnie jak w przykładzie I. Jako produkt końcowy otrzymuje się ołów surowy, zawierający złoto, które odzyskuje się w znany sposób.

Sposób według wynalazku niniejszego może być zastosowany również do otrzymywania ołowiu z innych materiałów, zawierających ten metal.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania ołowiu z wypalek pirytowych, wyprażonych w warunkach jednoczesnego procesu chlorowania i wylugowywania, znamienny tym, że wypalki pirytowe traktuje się roztworami, zawierającymi chlorek sodu i chlorek wapniowy, w procesie ługowania, połączonego z mieszaniem, następnie z otrzymanych ługów ołów strąca się wapnem jako tleno-chlorek ołowiu, zregenerowany ług stosuje się w obiegu kołowym, a tleno-chlorek ołowiu, otrzymany podczas strąca-

nia wapnem, przerabia się za pomocą śrutu stalowego na ołów metaliczny, który następnie przetapia się w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 1, w zastosowaniu do ługowania wypalek pirytowych, zawierających ołów i metale szlachetne, znamienny tym, że do ługowania stosuje się roztwory chlorku sodowego

i chlorku wapniowego, zawierające chlor gazowy.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Duisburger Kupferhütte.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.