



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2008 00711**

(22) Data de depozit: **15.09.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.10.2013** BOPI nr. **10/2013**

(41) Data publicării cererii:
30.03.2010 BOPI nr. **3/2010**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE- DEZVOLTARE PENTRU
METALE NEFEROASE ȘI RARE - IMNR,
BD.BIRUIȚEI NR.102, PANTELIMON, IF,
RO**

(72) Inventatori:
• **VELEA TEODOR, STR.ZAMBILELOR
NR.6, BL.60, SC.1, ET.2, AP.5, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **PREDICA VASILE, CALEA PLEVNEI
NR.15, SC.A, ET.6, AP.71, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 123342 B1; RO 81242

(54) **PROCEDEU DE PRELUCRARE A CONCENTRATELOR
SULFUROASE CU CONȚINUT DE PLUMB**



RO 125314 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de prelucrare a concentratelor sulfuroase cu conținut
de plumb, cu obținerea plumbului pur și este destinată metalurgiei extractive a plumbului.

3 Este cunoscut procedeul actual pirometalurgic clasic, de topire reducătoare [**Metalurgia
Plumbului, Cuprului și Zincului, Prof. Oprea Florea și ing. Olaru Florin, București 1965;
5 Manualul inginerului metalurg. Vol.I.. prof. emerit dr.ing. Suzana Gâdea. Editura Tehnică,
București 1978; Bazele teoretice ale metalurgiei extractive. Prof.dr.ing. Iosif Tripșa,
7 prof.dr.ing. Florea Oprea, Editura Tehnică, București 1967; Plumbul și Zincul. Dr.doc.ing.
Aron Popa, ing. Petre Olaru, Editura Tehnică, București 1975]** care constă în prăjirea
9 aglomerantă a concentratelor plumboase sau plumbo zincoase sulfuroase și reducerea aglome-
ratului în furnale cu cuvă tip Water-Jacket sau I.S.P. (Imperial Smelting Processes) și care
11 prezintă următoarele dezavantaje principale:

- 13 - necesită concentrații ale plumbului în concentratele sulfuroase mai mari de 50%;
- 15 - poluarea intensă a mediului înconjurător cu prafuri volatile și pulberi în suspensie cu
conținut de plumb și compuși de plumb și gaze toxice cu conținut de SO₂, CO și CO₂;
- 17 - generarea unor cantități însemnate de alte deșeuri, cum ar fi, zgurile, prafurile volatile,
pulberea albastră etc. care creează probleme mari la depozitare, procesare sau inertizare.

17 De asemenea, se cunosc anumite procedee hidrometalurgice în care plumbul din con-
centratul sulfuros este solubilizat prin tratare cu anumiți agenți chimici, cum ar fi, clorura de
19 sodiu, clorura ferică, clorura cuprică, acidul hexafluosilicic, hexafluosilicatul feric, etc, urmat de
purificarea soluțiilor bogate în plumb și separarea și recuperarea plumbului din soluții sub formă
21 metalică [**James E. Reynolds, Alan R. Williams - Hydrometallurgical process for the
recovery of lead. Brevet US nr. 4276084; E Peters - Hydrometallurgical process inovation;
23 Agnes y Lee, Arm N Wethington - Pressure Leaching of Galena Concentrates to recover
lead metal and elementar sulfur - Report of Investigations RI 9814/1990; Alan A. Chen și
25 David B. Dreisinger - The feric fluosilicate of lead concentrates - Metallurgical and
Materials Transaction B Vol.25 B 1994; Forward FA Veltman H - Production of hight purity
27 lead by amine leaching - International Process Congres 1960; Ernest Peters - Direct
leaching of sulfides chemistry and aplications - Metallurgical Transactions B Vol. 7B
29 1976.**]

31 Tehnologiile hidrometalurgice studiate până în prezent prezintă unele inconveniente
privind aplicarea lor industrială, cum ar fi:

- 33 - utilizează utilaje și echipamente construite din materiale speciale, care să reziste la
acțiunea puternic corozivă a unor agenți chimici, cum ar fi, clorura ferică, clorura cuprică, clorura
de sodiu,

- 35 - soluțiile cu conținut de plumb necesită o purificare avansată.

37 Obiectul invenției este acela de a promova o tehnologie de prelucrare a concentratelor
sulfuroase cu conținut de plumb, care să asigure următoarele deziderate:

- 39 - permite prelucrarea și a unor concentrate mai sărace în plumb și care conțin zinc și
cupru;

- utilizează reactivi uzuali, necorosivi și regenerabili;

- 41 - este curată din punct de vedere ecologic, fără a genera deșeuri de fabricație toxice;

- 43 - nu generează gaze toxice, deoarece procesele au loc numai în soluții, iar agentul
energetic utilizat este numai energia electrică;

- utilaje simple confecționate din materiale uzuale și ieftine.

45 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în elaborarea unui procedeu care
să permită valorificarea plumbului din concentratele sulfuroase fără a genera deșeuri toxice și
47 care necesită investiții mici.

RO 125314 B1

Procedeul conform invenției înlătură dezavantajele tehnologiilor menționate mai sus prin aceea că se amestecă concentratul sulfuros cu conținut de plumb cu o soluție alcalină cu $pH > 8$ prin insuflare cu aer la o presiune de 2...40 atm și o temperatură de 100...225°C, minimum 30 min, tratarea concentratului oxidat cu o soluție de hidroxid de sodiu de minimum 4M timp de 10 min la o temperatură de minimum 25°C, urmată de recuperarea plumbului, sub forma unui burete, din soluția concentrată prin electroliză cu anodi insolubili la o densitate de curent de 400A/m², buretele de plumb astfel obținut fiind topit în amestec cu minimum 1% reducători și minimum 1% fondanți pentru a se obține plumb metalic cu o puritate de 99,99%.

Invenția este prezentată cu referire la figura 1 care reprezintă fluxul tehnologic al procedurii.

Procedeul de valorificare a plumbului din concentrate sulfuroase cu conținut de plumb conform invenției cuprinde următoarele faze:

1. Oxidarea sulfurilor de metale din concentratul de plumb. Concentratul de plumb împreună cu o soluție alcalină de carbonat de sodiu, hidroxid de sodiu, hidroxid de amoniu, carbonat de calciu, oxid de calciu sunt introduse într-o autoclavă sub presiune și temperatură ridicată, sub agitare și insuflare de aer.

2. Solubilizarea plumbului din concentratul de plumb oxidat. Concentratul oxidat de la operația 1 este tratat cu soluție de hidroxid de sodiu concentrată (electrolit epuizat) în două trepte rezultând o soluție bogată în plumb și un reziduu feros (sulfuri) care se recirculă la flotație

3. Regenerarea soluției alcaline reziduale. Soluția rezultată din operația 1 este tratată prin amestec cu var, rezultând în acest caz gips (sulfat de calciu hidratat) și o soluție alcalină care se recirculă la operația 1, sau este supusă unui proces de evaporare cu obținerea de sulfat de sodiu anhidru și a unei soluții care se recirculă în proces.

4. Electroliza plumbului. Soluția alcalină bogată în plumb provenită de la solubilizare este supusă operației de electroliză cu anodi insolubili rezultând un burete de plumb pur și o soluție alcalină (electrolit epuizat) care se recirculă integral la operația 2 de solubilizare plumb.

5. Topirea buretelui de plumb. Buretele de plumb se topește în amestec cu reducători și fondanți rezultând un plumb metalic de puritate 99,99%.

Se dau în continuare două exemple de realizare a invenției, conform fluxului tehnologic prezentat în figură.

Exemplul 1. 200 g concentrat de plumb care conține 53,17% Pb, 3,10% Cu, 2,80% Zn, 11,51% Fe, și 22,8% S se amestecă cu 3000 ml soluție de carbonat de sodiu cu concentrația de 120 g/l Na₂CO₃ în autoclavă la temperatura de 125°C, presiune 7 atm, cu insuflare de aer. După 3 h, amestecul se filtrează, rezultând 198 g concentrat oxidat care conține 4,8% S și o soluție alcalină care se prelucrează în vederea recirculării. Concentratul oxidat de plumb care conține circa 54,37% Pb se tratează, în continuare, cu 2000 ml soluție de NaOH 6M (electrolit epuizat) la temperatura de 60°C, timp de 2 h. Din proces rezultă circa 70 g reziduu feros cu 17,5% Pb care se recirculă la flotație și 1900 ml soluție cu circa 43,5 g/l Pb. Din soluție (electrolit bogat), în prezență de gelatină, 1 g/l, se separă plumbul prin electroliză cu anodi și catodi din oțel inox la o densitate de curent de 600 A/m² când se obține burete de plumb și un electrolit epuizat care se recirculă în proces. În continuare, buretele de plumb se topește, în amestec cu 3% cocs și 3% hidroxid de sodiu, la temperatura de 650°C, timp de 1,5 h rezultând plumb metalic de puritate 99,99%

Exemplul 2. 200 g concentrat de plumb (cu compoziția prezentată în exemplul 1) se amestecă cu 3000 ml soluție de carbonat de sodiu și hidroxid de sodiu (22 g/l Na₂CO₃ și 25 g/l NaOH) în autoclavă la temperatura de 125°C, presiune 7 atm, cu insuflare de aer. După 2 ½ h amestecul se filtrează, rezultând circa 202 g concentrat oxidat care conține 2,49% S și o soluție alcalină reziduală care se prelucrează în vederea recirculării. Concentratul de plumb oxidat se prelucrează în continuare conform exemplului 1.

RO 125314 B1

Revendicări

1

3

1. Procedeu de prelucrare a concentratelor sulfuroase cu conținut de plumb prin oxidare în soluție apoasă, urmată de solubilizarea plumbului din concentratul oxidat, electroliză și topirea plumbului, **caracterizat prin aceea că** se amestecă concentratul sulfuros cu conținut de plumb cu o soluție alcalină cu $pH > 8$ prin insuflare cu aer la o presiune de 2...40 atm și o temperatură de 100...225°C, minimum 30 min, tratarea concentratului oxidat cu o soluție de hidroxid de sodiu de minimum 4 M, timp de 10 min, la o temperatură de minimum 25°C, urmată de recuperarea plumbului, sub forma unui burete, din soluția concentrată prin electroliză cu anodi insolubili la o densitate de curent de 400 A/m², buretele de plumb astfel obținut fiind topit în amestec cu minimum 1% reducători și minimum 1% fondanți, pentru a se obține plumb metallic cu o puritate de 99,99%.

13

2. Procedeu de prelucrare a concentratelor sulfuroase cu conținut de plumb, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** soluția alcalină reziduală, rezultată din etapa de oxidare a concentratelor sulfuroase, este tratată cu var, pentru a se obține gips și o soluție alcalină care este recirculată în proces în etapa de oxidare sau este supusă unui proces de evaporare, pentru obținerea sulfatului de sodiu anhidru și a unei soluții alcaline care se recirculă în proces.

15

17

