



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00454**

(22) Data de depozit: **18.06.2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **29.06.2012** BOPI nr. **6/2012**

(41) Data publicării cererii:
30.12.2010 BOPI nr. **12/2010**

(73) Titular:

- **APOSTOLOIU MIHAI CRISTIAN,**
STR.PREVEDERII NR.2, BL.D 13, ET.5,
AP.29, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- **MOTOMANCEA ADRIAN,**
STR.POSTĂVARUL NR.5, BL.C 5, SC.1,
ET.2, AP.6, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

- **APOSTOLOIU MIHAI CRISTIAN,**
STR.PREVEDERII NR.2, BL.D 13, ET.5,
AP.29, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- **MOTOMANCEA ADRIAN,**
STR.POSTĂVARUL NR.5, BL.C 5, SC.1,
ET.2, AP.6, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:

RO 114351 B1; US 4008075; US 1804054;
EP 0153913 A1

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A PLUMBULUI SAU A
ALIAJELOR DE PLUMB PRIN RAFINARE TERMICĂ**

Examinator: **ing. PETRESCU ANTIGONA**



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de inventie, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârării de acordare a acesteia

RO 125906 B1

1 Invenția se referă la elaborarea aliajelor de plumb și a plumbului rafinat termic prin
2 metoda rafinării alcaline.

3 Metoda cea mai utilizată în lume este obținerea plumbului pe cale electrolitică și apoi
4 folosirea ca atare, în cazul plumbului electrolitic, sau prin corecția cu metalele primare
5 necesare, în cazul aliajelor de plumb.

6 Din documentul **RO 114351**, se cunoaște un procedeu combinat, hidropirometalurgic,
7 de reciclare a plumbului din masele active sulfatare și oxidate, rezultate la operația de
8 pastare a plăcilor noi, neformate, cât și din dezmembrarea plăcilor bateriilor cu plumb, uzate.
9 Procedeul cuprinde o fază premergătoare, de desulfatare hidrometalurgică, prin tratare, în
10 reactor chimic, cu soluție apoasă concentrată, de NaOH, în circuit închis, la temperatura
11 ambientă, în care, pe lângă PbO, se obține și $\text{Na}_2\text{SO}_4 \times 10\text{H}_2\text{O}$ sau/și BaSO_4 , valorificabile,
12 o fază de reducere a $\text{Pb}(\text{OH})_2$ rezultat la PbO, prin deshidratare și încălzire finală la 150°C,
13 și o fază de reducere carbotermică a PbO în cuptor rotativ, la 800°C. Plumbul lichid obținut
este tratat într-o oală de rafinare, la 550°C, pentru eliminarea impurităților.

14 Din documentul **EP 153913**, se cunoaște un procedeu de obținere a plumbului
15 metalic din materiale de pornire conținând plumb, prin topirea materialelor de pornire în
16 condiții de oxidare și reducerea topiturii oxidice rezultate. Procedeul se referă la prelucrarea
17 tuturor tipurilor de materiale de pornire din care poate fi produs plumbul în această manieră.

18 Procedee de obținere a plumbului prin procese de topire a materialelor conținând
19 plumb, cuprinzând o etapă de topire oxidantă și reducerea ulterioară a băii oxidice de
20 topitură de plumb, pot fi găsite în documentele **DE-C-1179004**, **US-A-3847595**,
21 **US-A-3326671** sau **US-A-3941587**. Aceste procedee au ca rezultat formarea unei băi de
22 topitură de plumb cu un conținut redus de sulf și o zgură cu un conținut ridicat de plumb.

23 Documentul **RO 121649 B1** dezvăluie preambulul revendicării 1.

24 Obiectivul prezentei invenții constă în elaborarea unui procedeu adecvat, ce permite
25 obținerea de plumb și aliaje de plumb în condiții economice și de protecție a mediului
26 superioare tehnologiilor actuale.

27 Acest obiectiv este atins prin intermediul procedeului de obținere a plumbului sau a
28 aliajelor de plumb prin rafinare termică, cuprinzând etapele de:

29 - încărcare cu plumb brut lichid sau solid provenit de la un cuptor rotativ sau cu
30 deșeuri metalice de plumb a căldării de rafinare;
31 - curățare de zgură și cenușă;
32 - decuprare grosieră pentru înlăturarea cuprului până la limita de 0,2%, cu ajutorul
rumegușului de lemn, la temperaturi de 360°-380°C;

33 - decuprare fină ce îndepărtează cuprul sub limita prevăzută pentru plumbul rafinat
termic sau aliajul de plumb care se dorește să se obțină;
34 - dezincare ce urmărește eliminarea zincului sub limita prevăzută în specificația
tehnică a plumbului rafinat termic sau a aliajului de plumb ce se dorește să se obțină;
35 - turnarea, prin introducerea, în baia metalică, a unei pompe de transvazare-turnare
și turnarea plumbului pe un dispozitiv de turnare;

36 - între etapele de decuprare fină și dezincare, fiind prevăzută o etapă de rafinare
alcalină, constând într-o operație de eliminare a elementelor ușor oxidabile: As, Sn, Sb etc.,
37 având drept reactiv necesar $[\text{Kg}] = \text{Kg Pb(cazan)} \times E\% \times 1,1:100$, unde E este conținutul de
As, Sn, Sb, cu introducerea reactivului în porții de circa 6 kg, la intervale de timp de circa 5
38 min și agitarea continuă până când cenușa rezultată are un aspect prăfos și oprirea
agitatorului și curățarea băii metalice și repetarea operației până când cele trei elemente
39 scad la limita prevăzută în specificațiile tehnice, în care reactivul utilizat în etapa de rafinare
alcalină este un amestec de NaOH și NaNO_3 în proporție de 1 la 3, operațiunea
40 realizându-se la temperatura de 550-620°C.

RO 125906 B1

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:	1
- costul mult mai mic de energie termică și electrică;	3
- obținerea unui plumb rafinat termic cu un conținut de minimum 99,975, care poate fi folosit în diverse ramuri ale economiei;	5
- în cazul elaborării de aliaje de plumb, permite îndepărarea sau păstrarea selectivă a elementelor de aliere, ceea ce duce la costuri reduse de producție;	7
- gradul foarte redus de poluare în comparație cu metoda de obținere a plumbului prin electroliză.	9
Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției, și în legătură cu figura care reprezintă o secțiune verticală schematizată a utilajului în care se obțin atât plumbul rafinat, cât și aliajele de plumb.	11
Procedeul de obținere, conform invenției, urmează următoarele etape:	13
<i>Încărcarea</i>	13
Căldarea de rafinare 1 este încărcată cu plumb brut lichid sau solid provenit de la un cupitor rotativ sau cu deșeuri metalice de plumb. După ce căldarea este plină, se curăță baia metalică de zgură și cenuși, și se montează agitatorul mecanic 2.	15
<i>Decuprarea grobă</i>	17
Se urmărește înlăturarea cuprului până la limita de 0,2% (dacă este cazul). Operația se efectuează cu ajutorul rumegușului de lemn, la temperaturi de 360-380°C, astfel: în timp ce agitatorul 2 omogenizează topitura, se introduce rumeguș câte puțin în "ochiul" format de agitator, la interval de 5-10 min. Când scoarța cuproasă s-a adunat în cantitate mare, se colectează, cu ajutorul unui dispozitiv și se depozitează într-un container metalic.	19
<i>Decuprarea fină</i>	21
Se urmărește îndepărarea cuprului sub limita prevăzută pentru plumbul rafinat termic sau aliajul de plumb care se dorește să se obțină. Operația se realizează prin introducerea de sulf sau unui amestec de sulf plus pirita la temperatura băii metalice de 330-340°C, obligatoriu în prezența unui procent de staniu în aliaj, aproximativ egal cu procentul de cupru ce trebuie eliminat.	23
Sn necesar [Kg] = Kg Pb în cazan X%Cu X 1,3:100. Reactivul se introduce în cazan în porții de circa 3 kg în ochiul format de agitator în baia metalică, după care urmează curățarea cenușilor.	25
<i>Rafinarea alcalină</i>	27
Este operația de eliminare a elementelor ușor oxidabile: As, Sn, Sb și altele. Operația se bazează pe afinitatea mai mare față de oxigen a celor trei elemente în comparație cu plumbul, în ordinea menționată.	29
Impuritățile sunt eliminate succesiv în această ordine. Ca reactiv, se folosește NaNO ₃ sau un amestec de Na OH și NaNO ₃ în proporție de 1 la 3.	31
Reactiv necesar [Kg] = Kg Pb cazan X E% 1,1:100, unde E este conținutul de As, Sn, Sb etc.	33
Operațiunea se realizează la temperatura de 550-620°C. Se introduce reactivul în porții de circa 6 kg, la intervale de timp de circa 5 min. Se continuă agitarea până când cenușa rezultată are un aspect prăfos. Se oprește agitatorul și se curăță baia metalică, procedând ca la punctele de mai sus. Se repetă operația până când cele trei elemente scad la limita prevăzută în specificațiile tehnice.	35
<i>Dezincarea</i>	41
Urmărește eliminarea zincului sub limita prevăzută în specificația tehnică a plumbului rafinat termic sau a aliajului de plumb ce se dorește să se obțină.	43
	45
	47

RO 125906 B1

1 Dezincarea se realizează la temperaturi de 380-400°C prin introducerea de Na OH
2 pe suprafața băii metalice cu agitatorul oprit. După topirea Na OH, se pornește agitatorul
3 mecanic. După terminarea operației, se curăță cenușa formată, cu un dispozitiv specific.
4 Operația se repetă până la eliminarea zincului sub limita prevăzută în specificația tehnică.

5 *Corecția*

6 În cazul plumbului rafinat termic, când toate elementele au fost eliminate sub limitele
7 prevăzute în specificația tehnică, acesta este gata pentru operațiunile de turnare, lingotare,
8 stivuire, ambalare.

9 În cazul elaborării aliajelor de plumb după operațiunile de rafinare totale sau parțiale,
10 se corectează aliajul cu metale primare sau prealiaje specifice, până când rezultatul analizei
11 se încadrează în specificația tehnică.

12 *Turnarea*

13 Când plumbul rafinat termic sau aliajul de plumb este bun de turnat, se introduce în
14 baia metalică pompa de transvazare-turnare 3 și se toarnă plumbul pe dispozitivul de turnare
15 4. Toate ridicările și corecțiile de temperatură se realizează cu ajutorul arzătorului cu gaz
metan sau combustibil lichid ușor CLU 5.

RO 125906 B1

Revendicare	1
Procedeu de obținere a plumbului sau a aliajelor de plumb prin rafinare termică, cuprinzând etapele de:	3
- încărcare cu plumb brut lichid sau solid provenit de la un cuptor rotativ sau cu deșeuri metalice de plumb a căldării de rafinare;	5
- curățare de zgură și cenuși;	7
- decuprare grosieră pentru înlăturarea cuprului până la limita de 0,2%, cu ajutorul rumegușului de lemn, la temperaturi de 360-380°C;	9
- decuprare fină ce îndepărtează cuprul sub limita prevăzută pentru plumbul rafinat termic sau aliajul de plumb care se dorește să se obțină;	11
- dezincare ce urmărește eliminarea zincului sub limita prevăzută în specificația tehnică a plumbului rafinat termic sau a aliajului de plumb ce se dorește să se obțină;	13
- turnarea prin introducerea în baia metalică a unei pompe de transvazare-turnare (3) și turnarea plumbului pe un dispozitiv de turnare;	15
- între etapele de decuprare fină și dezincare, fiind prevăzută o etapă de rafinare alcalină, constând într-o operație de eliminare a elementelor ușor oxidabile: As, Sn, Sb etc., având drept reactiv necesar $[Kg] = Kg\ Pb(cazan) \times E\% \times 1,1:100$, unde E este conținutul de As, Sn, Sb, cu introducerea reactivului în porții de circa 6 kg, la intervale de timp de circa 5 min și agitarea continuă, până când cenușa rezultată are un aspect prăfos, și oprirea agitatorului și curățarea băii metalice, și repetarea operației până când cele trei elemente scad la limita prevăzută în specificațiile tehnice, caracterizat prin aceea că reactivul utilizat în etapa de rafinare alcalină este un amestec de NaOH și NaNO ₃ în proporție de 1 la 3, operațiunea realizându-se la temperatura de 550- 620°C.	23

