



(11) RO 131641 A2

(51) Int.Cl.

C22B 13/00 (2006.01),

C22C 1/06 (2006.01),

C22C 11/00 (2006.01)

(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00526**

(22) Data de depozit: **22/07/2015**

(41) Data publicării cererii:
30/01/2017 BOPI nr. **1/2017**

(71) Solicitant:
• **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

(54) PROCEDEU DE ELABORARE A PLUMBULUI ȘI A ALIAJELOR DE PLUMB PRIN RAFINARE ALCALINĂ

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de elaborare a plumbului rafinat și a aliajelor de plumb, utilizând rafinarea alcalină, în condiții economice și de protecție a mediului, superioare procedeelor actuale. Procedeul conform invenției are următoarele etape:

a. dezincarea se realizează la temperaturi de 380...400°C, prin introducerea de NaOH pe suprafața băii metalice din căldarea de rafinare, cu agitatorul opriți, acesta pornindu-se după topirea NaOH, după care se curăță cenușa formată la suprafața băii metalice, operația repetându-se până la eliminarea Zn sub limita admisă;

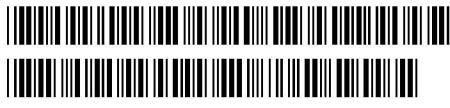
b. decuprarea se realizează prin introducerea unui amestec de sulf și pirită în baia metalică adusă la o temperatură de 330...340°C, astfel: când Cu < 0,06%, amestecul va conține 30% pirită și 70% sulf, când Cu = 0,06...0,1%, amestecul va conține 35% pirită și 65% sulf, când Cu > 0,1%, amestecul va conține 40% pirită și 60% sulf, iar condiția esențială și obligatorie pentru o decuprare optimă este aceea de a avea în

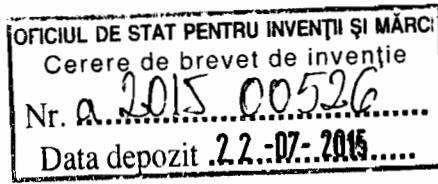
baie un conținut de Sn de două ori mai mare decât cel de Cu, la o temperatură situată la limita de jos a intervalului 330...340°C;

c. eliminarea As, Sn și a Sb se realizează la o temperatură de 550...620°C, iar ca reactiv se folosește NaNO₃ și un amestec format din NaOH și NaNO₃ în proporție de 1/3, după cum urmează: pentru eliminarea As se aduce temperatura băii metalice la 580°C, și se introduce numai NaNO₃; pentru eliminarea Sn se folosește un amestec de NaOH și NaNO₃ în proporție de 1/3, la o temperatură de 600...620°C; pentru eliminarea Sb se coboară temperatura băii metalice până la limita de jos a intervalului 550...580°C, folosindu-se ca reactiv fie un amestec de NaOH și NaNO₃ în proporție de 1/3, fie numai NaNO₃, iar condiția esențială pentru această operație este aceea că nu se poate elimina Sn până nu se elimină As, și nu se poate elimina Sb până nu se elimină Sn.

Revendicări: 5

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).





PROCEDEU DE ELABORARE A PLUMBULUI ȘI A ALIAJELOR DE PLUMB PRIN RAFINARE ALCALINĂ

Descrierea inventiei

Inventia se refera la un procedeu de elaborare a plumbului rafinat si a aliajelor de plumb utilizand rafinarea alcalina, in conditii economice si de protectie a mediului, superioare procedeelor actuale.

Acest procedeu se adreseaza unei game largi de utilizatori industriali din metalurgia secundara, mai mari sau mai mici, fie ca acestia au la dispozitie o instalatie de prelucrare a acumulatorilor auto uzati, fie au la dispozitie cuproare rotative sau alte utilaje specifice de obtinere a plumbului brut, sau sunt posesorii unor utilaje de rafinare de diverse tipuri, care se pot incarca cu deseuri metalice de plumb.

Aplicarea acestui procedeu permite obtinerea unui plumb rafinat termic cu un continut de minimum 99,975% care poate fi folosit in diverse ramuri ale economiei iar in cazul elaborarii aliajelor de plumb, permite indepartarea sau pastrarea selectivă a elementelor de aliere , ceea ce duce la costuri reduse de productie.

Din cercetarile efectuate precum si din activitatea de productie desfasurată s-a evideniat urmatoarea ordine a etapelor si urmatoarele conditii tehnice obligatorii care trebuie respectate in procesul de elaborare a plumbului si a aliajelor de plumb, care nu au fost detaliate explicit in stadiul cunoscut al tehnicii, dupa cum urmează:

Operatiunea de dezincare trebuie efectuata inaintea operatiunii de decuprare.

Practic daca baia metalica de plumb contine zinc, operatiunea de decuprare nu poate avea loc in bune conditii.

Cenusile de decuprare nu se "aleg" pana nu capata un aspect "prafos", altfel se colecteaza anevoios cu pierderi mari de plumb.

Dupa cum am mai mentionat, materia prima destinata operatiunilor de rafinare poate fi plumbul lichid sau solid, provenit de la un cupitor rotativ, deseuri metalice de plumb sau posibile combinatii intre acestea. Toate aceste deseuri pot fi impurificate cu un anumit continut de zinc, fie din continutul chimic, fie prin impurificare mecanica datorita unei proaste sortari a acestor deseuri, in special in cazul procesarii deseurilor metalice de plumb.

In cazul deseurilor metalice de plumb, cum sunt de exemplu: tevile de la instalatiile sanitare, mantaua cablurilor de telefonie, etc., acestea sunt insotite de elemente aditionale de cele mai multe ori formate din alama sau diverse aliaje de zinc, cum este zamak-ul, care pot duce la impurificarea baii metalice de plumb cu zinc.

Chiar dacă continutul de zinc este relativ mic $Zn < 0.01\%$, operatiunea de decuprare decurge extrem de anevoios sau chiar nu poate avea loc.

In continuare vom prezenta etapele procedeului in succesiunea lor fireasca:

1. INCARCAREA

Caldarea de rafinare este incarcata cu plumb lichid sau solid provenit de la un cupitor rotativ sau cu deseuri metalice de plumb.

Dupa ce caldarea este plina, se curata baia metalica de zgura si censi si se monteaza agitatorul mecanic.

Se analizeaza compozitia chimica a plumbului topit; daca acesta contine zinc, se trece la operatiunea de dezincare.

2. DEZINCAREA

Urmareste eliminarea zincului sub limita prevazuta in specificatia tehnica a plumbului rafinat termic sau a aliajului de plumb ce se doreste sa se obtina.

Dezincarea se realizeaza la temperaturi de $380 - 400^{\circ}\text{C}$ prin introducerea de NaOH pe suprafata baii metalice cu agitatorul oprit.

Dupa topirea NaOH se porneste agitatorul mecanic.

Dupa terminarea operatiei, se curata cenusă formată, cu un dispozitiv specific.

Operatia se repeta pana la eliminarea zincului sub limita prevazuta in specificatia tehnica.

3. DECUPRAREA

Urmărește îndepărțarea cuprului sub limita prevazută în specificația tehnica a plumbului rafinat termic sau a aliajului de plumb care se dorește să se obțina, și se realizează prin introducerea unui amestec de sulf plus pirita la temperatură baii metalice de 330 - 340°C.

Amestecul de sulf plus pirita folosit ca reactiv, se calculează după cum urmează:

- Dacă Cu < 0.06% se folosește un amestec de 30% pirita și 70% sulf
- Dacă Cu = 0.06% - 0.1 % se folosește un amestec de 35% pirita și 65% sulf
- Dacă Cu > 0.1% se folosește un amestec de 40% pirita și 60% sulf

Pentru ca operațiunea de decuprare să poată avea loc, condiția esențială și obligatorie este următoarea: continutul de staniu trebuie să fie de două ori mai mare decât continutul de cupru, $\%Cu = 2 \times \%Sn$

De exemplu dacă Cu = 0.05% continutul de staniu trebuie să fie Sn = min. 0.1%

Este foarte important, mai ales dacă se dorește să se obțina un procent mic de cupru, de exemplu Cu = max.0.001%.

Este deosebit de important ca temperatura baii metalice să fie pe cat posibil menținută la limita de jos a intervalului de 330 - 340°C.

Doar în aceste condiții randamentul este optim.

Restul operațiilor decurg conform celor cunoscute din stadiul tehnicii.

4. RAFINAREA ALCALINA

Rafinarea alcalină este operația de eliminare a elementelor ușor oxidabile: As, Sn, Sb și altele asemenea, care se bazează pe afinitatea mai mare față de oxigen a celor trei elemente în comparație cu Pb.

Rafinarea se realizează la o temperatură cuprinsă între 550 - 620°C iar ca reactiv se folosește NaNO₃ și un amestec de NaOH și NaNO₃ în proporție de 1/3, după cum urmează:

- pentru eliminarea As, dacă este cazul, se aduce temperatura băii metalice la 580°C și se introduce ca reactiv numai NaNO₃ în urama căruia are loc o reacție exotermă, temperatură urcând la 600 - 620°C, temperatură care se menține pe tot parcursul operațiunii până la eliminarea completă a conținutului de As.
- pentru eliminarea Sn se folosește un amestec de NaOH și NaNO₃ în proporție de 1/3 la o temperatură cuprinsă între 600 - 620°C.
- pentru eliminarea Sb, după ce s-a terminat operația de destanare se aduce temperatura băii metalice la limita de jos a intervalului de temperatură cuprins între 550 - 580°C și se folosește ca reactiv fie un amestec de NaOH și NaNO₃ în proporție de 1/3 fie numai NaNO₃.

Condiția esențială de care trebuie să se țină seama este aceea că până nu se elimină As nu se poate elimina Sn, la fel până nu se elimină Sn nu se poate elmina Sb.

De exemplu dacă se dorește obținerea unei compozitii chimice a plumbului cu Sb = min.0.0005% atunci As și Sn vor fi obligatoriu mai mici decât această valoare.

REVENDICARI

1. Procedeu de elaborare a Pb si a aliajelor de Pb prin rafinare alcalina, **caracterizat prin aceea ca**, dezincarea, eliminarea Zn sub limita prevazuta in specificatia tehnica a Pb sau a aliajului de Pb, se realizeaza la temperaturi cuprinse intre 380 - 400°C prin introducerea de NaOH pe suprafata baii metalice din caldarea de rafinare, cu agitatorul oprit, dupa topirea NaOH pornindu-se agitatorul, se curata cenusă formata cu un dispozitiv specific, iar operatia se repeta pâna la eliminarea Zn sub limita prevazuta in specificatia tehnica.

2. Procedeu de elaborare a Pb si a aliajelor de Pb prin rafinare alcalina, **caracterizat prin aceea ca**, decuprarea, eliminarea Cu sub limita prevazuta in specificatia tehnica a Pb sau a aliajului de Pb, se realizeaza prin introducerea unui amestec de S si pirita la o temperatura a baii metalice cuprinsa intre 330 - 340°C, amestecul de sulf si pirita calculându-se dupa cum urmeaza:

- daca Cu < 0,06% se foloseste un amestec de 30% pirita si 70% sulf
- daca Cu = 0,06 - 0,1% se foloseste un amestec de 35% pirita si 65% sulf
- daca Cu > 0,1% se foloseste un amestec de 40% pirita si 60% sulf

3. Procedeu de elaborare a Pb si a aliajelor de Pb prin rafinare alcalina, conform revendicarii 2, **caracterizat prin aceea ca**, pentru ca operatiunea de decuprare sa poata avea loc, conditia esentiala si obligatorie este aceea de a avea in baia metalica un continut de Sn de doua ori mai mare decât continutul de Cu, adica % Cu = 2 x % Sn, iar temperatura baii metalice trebuie sa fie mentinuta la limita de jos a intervalului de temperatura 330 - 340°C.

4. Procedeu de elaborare a Pb si a aliajelor de Pb prin rafinare alcalina, **caracterizat prin aceea ca**, pentru eliminarea As, Sn si a Sb, rafinarea se realizeaza la o temperatura cuprinsa intre 550 - 620°C iar ca reactiv se foloseste NaOH si un amestec format din NaOH si NaNO₃ in proportie de 1/3, dupa cum urmeaza:

- pentru eliminarea As, daca este cazul, se aduce temperatura baii metalice la 580°C si se introduce ca reactiv numai NaNO₃ in urma caruia are loc o reactie exoterma, temperatura urcând la 600 - 620°C, temperatura care se mentine pe tot parcursul operatiunii pâna la eliminarea completa a continutului de As.

- pentru eliminarea Sn se foloseste un amestec de NaOH si NaNO₃ in proportie de 1/3 la o temperatura cuprinsa intre 600 - 620°C.

- pentru eliminarea Sb, dupa ce s-a terminat operatia de destanare se aduce temperatura baii metalice la limita de jos a intervalului de temperatura cuprins intre 550 - 580°C si se foloseste ca reactiv fie un amestec de NaOH si NaNO₃ in proportie de 1/3 fie numai NaNO₃.

5. Procedeu de elaborare a Pb si a aliajelor de Pb prin rafinare alcalina, conform revendicarii 4, **caracterizat prin aceea ca**, conditia esentiala de care trebuie sa se tina seama este urmatoarea: pâna nu se elimina As nu se poate elmina Sn, la fel pâna nu se elmina Sn nu se poate elmina Sb.