



PATENTNI SPIS ŠT. 4240.

Henry Harris, metalurg, London.

Postopek za obdelavo nečistega svinca in podobnih zlitin.

Prijava z dne 1. avgusta 1925.

Velja od 1. aprila 1926.

Zahtevana prvenstvena pravica z dne 11. decembra 1924. (S. D. A.)

Iz svinca ali svinčenih zlitin z vsebnostmi arzena, cina, antimona, cinka in pod. se te onečistine ali zlitinske sestavine na ta način odstranijo, da se prinese staljeni svinec v fino porazdeljenem stanju v tesno dotiko z alkalijevim hidroksidom. Postopek se vodi tako, da pridejo med to obdelavo do učinkovanja na staljeni svinec oksidacijska sredstva v odmerjenih množinah. Temperatura se drži pri tem svrhi primerno tako nizko, da ne gre noben svinčni oksid v raztalino. Tesna dotika svinca z reagencijami se more n. pr. doseči s tem, da se vnaša tekoči svinec v fino porazdeljeni obliki v raztalino reagencij. Vsled svoje višje specifične teže se v raztalini pogrezne, se nabere pod raztalino in se potem prinese vedno zopet na isti način v dotiko z reagensom, dokler niso onečistine ali zlitinske sestavine, ki se imajo odstraniti, prešle iz svinca v raztalino. Kot oksidacijsko sredstvo, ki se pridodava med rafinacijo raztalno tekočega reagensa svrhi primerno polagoma v določenih množinah, se lahko n. pr. uporablja natrijev nitrat. Ako stopi tekoča kovina ob vodbi v krogotoku skozi reagens v dotiko z zrakom, učinkuje naravno tudi kisik zraka do gotove mere kot oksidacijsko sredstvo.

Alkalijevemu hidroksidu se morejo v svrhu regulacije njegovega tališča, njegove viskoznosti i t. d. kakor tudi za olajšanje ločitve in zopetnega pridobivanja v potrošenem reagensu vsebovanih snovi primešati soli kakor kuhinjska sol.

Ako vsebuje svinec istočasno več imeno-

vanih onečistin ali zlitinskih sestavin, se dajo le-te tudi ločeno druga od druge pridobivati s tem, da se izvede postopek, postopno. Kajti pri rafinaciji oksidira najprej arzen. Šele ke-dar svinec ne vsebuje več omenjanja vredne množine arzena, se prične oksidacija cina, in potem ko je cin bistveno iz svinca izločen, nastavi oksidacija antimona. Po tem se pri postopni rafinaciji obdeluje svinec najprej z gotovim delom množine reagencij, ki se ima celotno potrošiti, tako dolgo, dokler n. pr. ni v glavnem odstranjen arzen. Nato se arzen vsebujoča raztalina odstavi in se z novim delom reagensa odločiva iz svinca cin in nato na enaki način z ostankom reagensa antimon. S postopnim odločivanjem se dajo v svincu vsebovane onečistine ali zlitinske sestavine pridobivati ločeno druga od druge, ter se more provajati arzen bistveno prost cina, antimon prost arzena in cina v dotične dele reagensa. Naravno se da postopna obdelava staljenega svinca z reagensom tudi na ta način izvesti, da se na pr. odločiva arzen in cin skupaj v eni stopnji, antimon pa za se v nadaljni stopnji.

Arzen, cin in antimon, ki se je vseboval v svincu, se nahaja v potrošenih reagencijah v obliki alkalijevih soli kisikovih spojin teh kovin, to se pravi, kot arzenokisli alkali, cinokisli alkali in antimonokisli alkali. Pri tem postopku proizvajani produkti se dajo v svrhu provedbe v njih vsebovanih arzenovih, cinovih in antimonovih spojin nadelati v lahko ukoristljivo obliko in

v svrhu zopetnega pridobivanja potrošenih reagensov, n. pr. po patentu br. 2764.

Opisani postopek v njegovih različnih izvedbenih oblikah je dobro sposoben za odstranitev imenovanih onečistin ali zlitinskih sestavin iz svinca. Zlasti je bolj ekonomičen in vodi do pridobivanja čistejše kovine kot vsi drugi poznani postopki. Gotov nedostatek pa je še v tem, da se mora potrošiti znatna množina oksidacijskega sredstva. To se naravno izgubi, ker se njegov za oksidacijo razpoložljiv kisik spoji med rafinacijskim postopkom z arzenom, cinom, antimonom in pod. Tudi se morajo potrošene reagensije, ki lahko vsebujejo jedki alkali in arzenokisli, antimonokisli in cinokisli alkali in pod., obdelavati v svrhu zopetnega pridobivanja alkalija in v svrhu ločitve pri rafiniranju vzprejetih snovi druge od druge. Ta nadelava, zlasti podelava antimonokisla soli v kovinski antimon je spojena z znatnimi stroški in delno ali popolno izgubo alkalija, s katerim je bil spojen antimon v antimonokisli soli.

S postopkom po izumu se omogoči, da se bistveno zniža potrošek reagensov, ki se imajo porabiti za rafinacijo svinca, posebno oksidacijskega sredstva.

Izum sestoji v tem, da se kot oksidacijsko sredstvo pri obdelavi nečistega svinca ali svinčenih zlitin z jedkim alkalijem uporabljajo kisikove spojine takih kovin, ki se istotako legirajo s svinčcem, ki pa imajo manjšo afiniteto k kisiku kot onečistina, ki se imajo odstraniti iz svinca. Ako se uporabljajo te kisikove spojine pri opisanem rafinacijskem postopku kot oksidacijsko sredstvo, oksidirajo s svinčcem legirane snovi, ki lažje oksidirajo, potom kisika oksidacijskega sredstva ter preidejo v raztalino. Mesto njih se legira s svinčcem kovina kot oksidacijsko sredstvo uporabljenih kisikovih spojin, katera se je pri oksidaciji s svinčcem legiranih snovi reducirala. Reagensom, ki se uporabljajo po izumu za obdelavo svinca ali svinčenih zlitin, se lahko pridodajo tudi še druge soli, kakor n. pr. kuhinjska sol.

Tudi pri postopku po izumu se izločevanje s svinčcem legiranih snovi lahko vrši postopno. Ta postopna obdelava se lahko n. pr. izvede tudi tako, da se kot oksidacijsko sredstvo najprej uporablja kisikova spojina kake kovine, ki more iz svinca oksidirati le onečistino, ki najlažje oksidira. Pri tem se v svrhu odstranitve nadaljnjih onečistin oziroma zlitinskih sestavin svinca in pri prvi obdelavi od svinca vzprejete kovine uporabljajo pri nadaljnjem delovnem poteku kot oksidacijsko sredstvo kisikove spojine take kovine, ki se istotako legira s svinčcem, a ima manjšo afiniteto h kisiku kot sestavine

svinca, ki se imajo odstraniti v drugem delovnem poteku. Ako ima svinec, ki se ima rafinirati, že vnaprej vsebnost kovine, katere kisikova spojina se po izumu uporablja kot oksidacijsko sredstvo, se naravi primerno vrši odgovarjajoče nabogatenje te kovine v svinču, katero ima posebno prednost v slučajih, kjer vodi do proizvodnje svinčene zlitine z v trgovini običajno vsebnostjo zlitinskih sestavin.

Naravno je tudi mogoče uporabljati kot oksidacijsko sredstvo na pr. solno zmes, ki izhaja od rafinacije prejšnje šarže in ki vsebuje poleg potrebnega oksidacijskega sredstva še kisikove spojine takih snovi, ki se imajo odstraniti iz svinca. S tem se pride do nabogatenja potrošene solne raztaline teh snovi, s katero se nadelava te solne raztaline lahko naredi bolj plodonsna. S primerno izbero sestave raztaline iz svinca, ki se ima podelovati, je torej mogoče dospeti s postopkom po izumu do produktov zaželjene, svrhi primerne sestave.

S postopkom po izumu se seveda ne dobi čisti svinec, temveč svinčena zlitina. Vendar se vzame kovina kot oksidacijsko sredstvo uporabljane kisikove spojine lahko tako, da nastane svinčena zlitina, na pr. trdi svinec, za katero se na trgu lahko doseže dobre cene, tako da se prevajajo svinčene zlitine, ki se ne dajo prodajati, v take, ki se dajo dobro prodati. Naravno se da svinčena zlitina, ki rezultira iz postopka po izumu, podelati tudi po poznanih postopkih, n. pr. na mehki svinec. Ako se ta podelava izvrši n. pr. z obdelovanjem staljene kovine z natrijevim hidroksidom, v danem slučaju v zmesi s solmi kot kuhinjska sol, med postopnim dodajanjem primerne oksidacijskega sredstva pri tako nizki temperaturi, da ne preide noben svinčeni oksid v raztalino, pri čemur se dovede svinec v fini razdelitvi v tesno dotiko z raztalino, se more potrošeni reagens, ki vsebuje zlitinsko sestavino svinca v obliki kisikovih spojin, (n. pr. antimonokislega natrija), uporabiti kot oksidacijsko sredstvo pri podelavi nove šarže po postopku po izumu.

V naslednjem se izum pobližje pojasni na podlagi izvedbenih primerov.

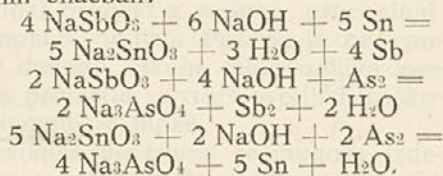
Ako se naj n. pr. iz svinčene zlitine, ki vsebuje arzen, cin in antimon, izločiva arzen in cin po postopku po izumu, se uporablja za to reagens, ki vsebuje poleg alkalijevega hidroksida antimonokisli alkali. Svrhi primerno se za to uporablja solna zmes, ki je bila dobljena po ravnokar navedenem postopku svinčene rafinacije s pomočjo alkalijevega hidroksida in oksidacijskega sredstva. Naravno vsebuje ta poleg antimonokislega alkalija tudi še cinokisli in arzenokisli alkali. Ako se prinese ta solna zmes pri primerni

temperaturi v tesno dotiko z raztaljenim svincem, se najprej oksidira v svincu se nahajajoči arzen po antimonokisli soli v arzenovo kislino, ki gre v raztalino, dočim se odgovarjajoča množina antimona antimonokislega alkalija reducira v kovino, ki se legira s svincem. Vsebnost svinca na antimonu se torej s tem obdelovanjem poveča. Čim je odstranjena glavna množina arzena, se vrši enaka presnova med cinom in antimonom, tako da stopi nadaljna množina antimona na mesto cina v svincu in cin kot cinokisli alkali na mesto antimona v raztalini. Množina antimonokisle soli, ki se ima potrošiti, se lahko najde s stehiometričnim izračunanjem iz vsebnosti svinca na arzenu in cinu. Pri tem se v račun naravno lahko stavi tudi oksidujoči vpliv zraka, s katerim stopi med postopkom v dotiko raztaljeni svinec.

Podelava imenovanih svinčenih zlitin se po izumu izvrši lahko tudi na ta način, da se najprvo odstrani arzen z raztalino, ki vsebuje poleg alkalijevega hidroksida cinokisli alkali, nakar se potem v nadaljnjem postopku odločiva cin iz svinca z uporabljanjem raztaline alkalijevega hidroksida in antimonokislega alkalija.

V obeh slučajih izhaja antimonosvinčena zlitina, ki se lahko uporablja ali kot taka, ali podeluje po znanem postopku v mehki svinec, na ta način, da se staljeno zlitino v fini razdelitvi pri nizkih temperaturah dovede v tesno dotiko z raztalino, ki obstoja iz alkalijevega hidroksida, v danem slučaju v zmesi s solmi kot kuhinjska sol, in kateri se v toku postopka polagoma pridajajo primerne množine oksidacijskega sredstva. Pri tem postopku napadajoča raztalina, ki vsebuje antimon kot antimonokisli alkali, se potem lahko zopet uporablja kot oksidacijsko sredstvo pri podelavi nove šarže nečistega svinca po postopku po izumu.

Kemične reakcije, ki nastopajo pri postopku po izumu, potekajo bržkone po sledečih kemičnih enačbah:



Naravno so mogoče še nadaljne izvedbene oblike postopka po izumu. Da se n. pr. s primernimi izpremembami uporabljati pri podelavi zlitin, ki sestojajo ali samo iz arzena in svinca ali cina in svinca ali arzena in cina ali arzena, cina in antimona.

Istočasno s kisikovo spojino kovine, ki se uporablja pri postopku po izumu kot oksidacijsko sredstvo, se po potrebi lahko uporabljajo tudi druga trdna, tekoča ali plinava

oksidacijska sredstva, kakor n. pr. natrijev nitrat.

Neglede na prihranek na oksidacijskem sredstvu in alkalijevim hidroksidu, ki se doseže s ponovno uporabo na obdelavo svinca in pod. potrebovane solne zmesi pri postopku po izumu, ima le-ta to prednost, da napadajo tudi primerno manjše množine potrošenega reagensa. Potemtakem se stroški izdelave potrošenega reagensa bistveno znižajo. Nadalje izhaja možnost, podelati nečisti svinec ali svinčeve zlitine, ki se tehnično ne ali komaj dajo vnovčiti, direktno v dragocene zlitine.

Za izvedbo postopka v smislu izuma se je izkazala kot posebno prikladna aparatura, pri kateri promika črpalka staljeno kovino iz zavtalnega kotla v posodo za raztaljeni reagens. Črpalka in posoda za raztaljeni reagens se svrhi primerno zvežeta v enotno celoto, ki je obešena na pripravi za spuščanje v spremo za kovino in za dviganje iz nje. Pri tem je lahko predvidena še priprava za kurjenje za reagensovo spremo. Reakcijske prostor pa more biti izobličen tudi kot stabilna sprema in postavljen ločeno od talilnega kotla. Staljena kovina se svrhi primerno vodi v krogotoku skozi talilni kotel in reakcijski prostor.

V kemiji se često prišteva arzen k nekovinam, v metalurgiji pa v splošnem ne. S predidóčega sledi brez nadaljnega, da je treba izraz kovina razumeti v poslednjem smislu, t. j. tudi arzen se v smislu izuma smatra za kovino.

Patentni zahtevi:

1. Postopek za obdelovanje staljenih kovin in zlitin, ki vsebujejo najmanj 2 različni kovini v svrhu odločenja ene ali več teh kovin potom uporabe oksidacijskih sredstev, označen s tem, da se kovinski kopeli dodajo kot oksidacijsko sredstvo soli takih kislin, v katerih nastopijo kovinski oksidi kot kislínotvorci, pri čemur se volijo te soli tako, da ima ena v njih vsebovana kovina manjšo afinirato h kisiku spojine, kot ena ali več kovin, ki se imajo odstraniti iz kovinske kopeli.

2. Postopek po zahtevu 1, označen s tem, da se uporabljajo kot oksidacijska sredstva soli takih kislin, v kateri nastopajo kovinski oksidi kod kislínotvorci, pri čemur se te kovine ob učinkovanju oksidacijskega sredstva na kovinsko kopel reduciraajo in gredo v kovino, ki se ima rafinirati.

3. Postopek po zahtevih 1. in 2. označen s tem, da se uporabi za odločitev arzena, antimona in cina iz staljenih kovin.

4. Postopek po zahtevu 3., posebno v uporabi za staljeni svinec in svinčeve zlitine, označen s tem, da se dovede staljena kovina

v tesen dotik z reagensom, ki vsebuje soli takih kislin, v katerih nastopijo kovinski oksidi kot kislinotvorci, pri čemur se te kovine pri obdelavi reducirajo in se s svin- cem legirajo.

5. Postopek po zahtevih 1. do 4., ozna- čen s tem, da vsebuje reagens še alkalijev oksid ali alkalijev hidroksid.

6. Postopek po zahtevih 1. do 5., ozna- čen s tem, da se oksidacijsko sredstvo do- daje kovinski kopeli po porcijah.

7. Postopek po zahtevih 1. do 6., ozna- čen s tem, da se podzame obdelava kovine ali kovinske zlitine stopnjevito.

8. Postopek po zahtevih 1. do 7., ozna- čen s tem, da se izloči v vsaki stopnji s prikladnim odmerjenjem dobe obdelovanja in množine reagencij, ki se imajo v tej stopnji porabiti, v glavnem samo ena izmed zlitinskih sestavin, ki se imajo odstraniti, tako da se istočasno izvrši razsebitev posa- meznih zlitinskih sestavin.

9. Postopek po zahtevih 1. do 8., ozna- čen s tem, da se uporabljajo v posameznih stopnjah obdelave kot oksidacijska sredstva soli različnih kislin.

10. Postopek po zahtevih 1. do 9., ozna- čen s tem, da se volijo v posameznih stop- njah obdelave uporabljana oksidacijska sredstva tako, da zamorejo odstraniti iz svinca vedno le zlitinsko sestavino ali zlitinske se- stavine, ki najlažje oksidirajo.

11. Postopek po zahtevih 1. do 10., ozna- čen s tem, da se uporabljajo za odločitev arzena in (ali) cina iz nečiste kovine ali iz kovinskih zlitin zmesi alkalijevega hidroksida z antimonokislino in (ali) cinokislino alkalijem in v danem slučaju s solmi kot kuhinjska sol.

12. Postopek po zahtevih 4. do 11., ozna- čen z uporabo solnih zmesi, ki se dobe pri rafinaciji staljenega svinca ali svinčevih zli- tin s pomočjo alkalijevega hidroksida in če se polagoma dodaja oksidacijsko sredstvo pri tako nizkih temperaturah, da ne gre nič svinca v raztalino, ki more v danem slučaju vsebovati še soli kot kuhinjsko sol.

13. Postopek po zahtevih 1. do 12., ozna- čen s tem, da se istočasno uporabljajo še druga oksidacijska sredstva kot natrijev ni- trat in pod.