

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **035043**(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2020.04.21

(21) Номер заявки
201800553

(22) Дата подачи заявки
2018.10.09

(51) Int. Cl. **C22B 3/20** (2006.01)
C22B 19/00 (2006.01)
C22B 19/02 (2006.01)
C22B 19/20 (2006.01)
C22B 15/00 (2006.01)
C22B 3/28 (2006.01)
C22B 3/38 (2006.01)

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ СУЛЬФАТНЫХ ЦИНКОВЫХ РАСТВОРОВ ОТ ЖЕЛЕЗА

(43) **2020.04.20**

(96) **KZ2018/056 (KZ) 2018.10.09**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
РГП НА ПХВ "ВОСТОЧНО-КАЗАХСТАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Д. СЕРИКБАЕВА" МИНИСТЕРСТВА ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН (KZ)

(56) RU-C1-2068007
CN-B-105668746
US-A-4666528

(72) Изобретатель:
**Оналбаева Жанар Сагидолдиновна,
Куленова Наталья Анатольевна (KZ),
Мамяченков Сергей Владимирович,
Анисимова Ольга Сергеевна (RU),
Шушкевич Людмила Владимировна,
Кадыров Жаннат Нургалиевич (KZ)**

(57) Изобретение относится к цветной металлургии и может быть использовано в гидрометаллургическом производстве цинка. Технический результат от использования предлагаемого изобретения заключается в упрощении технологического процесса очистки сульфатных цинковых растворов от железа с устранением потерь цинка с железистыми осадками. Восстановление ионов трёхвалентного железа до двухвалентного проводят электрохимическим способом в двухкамерной электрохимической ячейке при плотности тока на катоде из нержавеющей стали 0,8 А/м² и плотности тока на аноде из сплава свинца с серебром 7,5 А/м², температуре 70-80°C, скорости подачи раствора в катодное пространство до 18-20 дм³/ч в течение 8 ч, фильтруют полученный железистый осадок в виде соли FeSO₄, нейтрализуют раствор до pH 1,6-2,0, после чего при интенсивном перемешивании в течение 2-3 ч окисляют в присутствии окислителя, например пероксида водорода, оставшееся количество двухвалентного железа до трёхвалентного.

B1**035043****035043****B1**

Изобретение относится к цветной металлургии и может быть использовано в гидрометаллургическом производстве цинка.

Известен способ очистки сульфатных цинковых растворов от железа, включающий осаждение железа аммиаксодержащим реагентом при $t=95-100^{\circ}\text{C}$ (Патент Норвегии №108047, кл. 40а 19/00, опубл. в 1966 г.).

Длительность процесса (3-5 ч), потери аммиаксодержащего реагента из-за высокой температуры процесса ($t=95-100^{\circ}\text{C}$) приводят к недопустимым выделениям газообразного аммиака в атмосферу цеха.

Известен способ очистки сульфатных цинковых растворов от железа по авт.св. СССР №696062, МПК C22В 19/26, опубл. в БИ №41, 1979 г., в соответствии с которым железо осаждают смесью аммиаксодержащего реагента с нейтральным цинксодержащим раствором, имеющим pH 6-9, при этом смесь вводят в стехиометрически необходимом количестве для связывания железа.

На осаждение железа расходуется большое количество аммиака и серной кислоты, что экономически невыгодно.

Известен способ очистки сульфатных цинковых растворов от железа по авт.св. СССР №1118705, МПК C22В 19/26, опубл. в БИ №38, 1984 г. Использование огарка в качестве нейтрализатора усложняет процесс, так как требуется жесткий и сложный контроль за скоростью растворения огарка и pH, что приводит к снижению производительности процесса.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому является способ очистки сульфатных цинковых растворов от железа по патенту Бельгии №724214, кл. C22В, опубл. в 1972 г. Данное техническое решение принято за прототип к предлагаемому.

В соответствии с известным способом осуществляют восстановление ионов Fe^{3+} до Fe^{2+} , предварительную нейтрализацию свободной серной кислоты и окисление ионов в присутствии затравки.

К недостаткам известного технического решения относятся следующие.

Процесс нейтрализации из-за высокого значения pH (до 3,0) идёт медленно, что снижает производительность процесса очистки раствора от железа. Сам процесс технически сложно реализуем, а переработка железистых осадков связана с большими затратами и потерями цинка. Так, железистые осадки содержат до 8-9% цинка и мало железа (до 50%).

Технический результат от использования предлагаемого изобретения заключается в упрощении технологического процесса очистки сульфатных цинковых растворов от железа с устранением потерь цинка с железистыми осадками.

Указанный технический результат достигнут за счёт того, что в способе очистки сульфатных цинковых растворов от железа, включающем восстановление ионов трёхвалентного железа до двухвалентного, нейтрализацию свободной серной кислоты и дальнейшее окисление в присутствии окислителя ионов двухвалентного железа до трёхвалентного, восстановление ионов трёхвалентного железа до двухвалентного проводят электрохимическим способом в двухкамерной электрохимической ячейке с катодом из нержавеющей стали и анодом из сплава свинца с серебром, при плотности тока на катоде из нержавеющей стали $0,8 \text{ А/м}^2$ и плотности тока на аноде из сплава свинца с серебром $7,5 \text{ А/м}^2$, температуре $70-80^{\circ}\text{C}$, скорости подачи раствора в катодное пространство до $18-20 \text{ дм}^3/\text{ч}$ в течение 8 ч, фильтруют полученный железистый осадок в виде соли FeSO_4 , нейтрализуют раствор до pH 1,6-2,0, после чего при интенсивном перемешивании в течение 2-3 ч окисляют в присутствии окислителя, например пероксида водорода, оставшееся количество двухвалентного железа до трёхвалентного.

Способ осуществляют следующим образом.

Раствор, содержащий одновременно ионы трёх- и двухвалентного железа, серную кислоту, цинк и медь направляют на восстановление ионов трёхвалентного железа до двухвалентного электрохимическим способом в двухкамерной электрохимической ячейке при плотности тока на катоде из нержавеющей стали $0,8 \text{ А/м}^2$ и плотности тока на аноде из сплава свинца с серебром $7,5 \text{ А/м}^2$, температуре $70-80^{\circ}\text{C}$, скорости подачи раствора в катодное пространство до $18-20 \text{ дм}^3/\text{ч}$ в течение 8 ч, фильтруют полученный железистый осадок в виде соли FeSO_4 , нейтрализуют раствор до pH 1,6-2,0, после чего при интенсивном перемешивании в течение 2-3 ч окисляют в присутствии окислителя оставшееся количество двухвалентного железа до трёхвалентного.

Пример реализации способа

Исходный сульфатный цинковый раствор, содержащий, г/дм³: Fe^{3+} - 15,0, Fe^{2+} - 10,0, Zn - 101,7, Cu - 6,0, и H_2SO_4 - 30,0, направляли в двухкамерную электрохимическую ячейку, в которой в качестве катода использовалась нержавеющая сталь, а в качестве анода - сплав свинца с 1% серебром. Катодная и анодная плотности тока составили соответственно $0,8 \text{ А/м}^2$ и $7,5 \text{ А/м}^2$, скорость подачи исходного раствора в катодное пространство $18-20 \text{ дм}^3/\text{ч}$, температура в камерах ячейки $70-80^{\circ}\text{C}$. Восстановление ионов Fe^{3+} до Fe^{2+} проводили в течение 8 ч.

Выпавшее в осадок основное количество двухвалентного железа в виде соли FeSO_4 фильтровали от раствора (на друк-фильтре 55 фт). После отделения осадка нейтрализовали раствор до pH 1,6-2,0. Вводили в процесс окислитель (пероксид водорода) и при интенсивном перемешивании раствора лопастной мешалкой в течение 2-3 ч окисляли оставшееся количество Fe^{2+} до Fe^{3+} .

Анализировали полученный фильтрат на содержание железа и цинка.

Остаточное содержание цинка 101,1 г/дм³.

Предложенный способ прост в реализации, практически исключены потери цинка с железистыми остатками.

Показатели	Способ	
	Известный	Предлагаемый
Содержание железа в растворе, г/дм ³	Fe ³⁺ 15-20	Fe ³⁺ 15-20
	Fe ²⁺ 10-15	Fe ²⁺ 10-15
Состав железосодержащего осадка, %	45-60 Fe;	75-90 Fe;
	7,5-10,7 Zn	1,5-3,0 Zn
Температура процесса, °С	90-100	70-80

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ очистки сульфатных цинковых растворов от железа, включающий восстановление ионов трёхвалентного железа до двухвалентного, нейтрализацию свободной серной кислоты и дальнейшее окисление в присутствии окислителя ионов двухвалентного железа до трёхвалентного, отличающийся тем, что восстановление ионов трёхвалентного железа до двухвалентного проводят электрохимическим способом в двухкамерной электрохимической ячейке при плотности тока на катоде из нержавеющей стали 0,8 А/м² и плотности тока на аноде из сплава свинца с серебром 7,5 А/м², температуре 70-80°С, скорости подачи раствора в катодное пространство до 18-20 дм³/ч в течение 8 ч, фильтруют полученный железистый осадок в виде соли FeSO₄, нейтрализуют раствор до pH 1,6-2,0, после чего при интенсивном перемешивании в течение 2-3 ч окисляют в присутствии окислителя оставшееся количество двухвалентного железа до трёхвалентного.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2