

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **201800553** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2020.04.20

(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**

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

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

(72) Изобретатель:
**Оналбаева Жанар Сагидолдиновна,
Куленова Наталья Анатольевна (KZ),
Мамяченков Сергей Владимирович,
Анисимова Ольга Сергеевна (RU),
Шушкевич Людмила Владимировна,
Кадыров Жаннат Нурғалиевич (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 $0,8 \text{ A/м}^2$ и плотности тока на аноде из сплава свинца с серебром $7,5 \text{ A/м}^2$, температуре $70-80^\circ\text{C}$, скорости подачи раствора в катодное пространство до $18-20 \text{ см}^3/\text{ч}$ в течение 8 ч, фильтруют, отстаивают и отделяют 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. В качестве реагента используют вводимую порционно при перемешивании образующейся пульпы нитрилтриметиленфосфоновую кислоту, которую вводят со скоростью 0,15-2,5 г/л·мин.

A1

201800553

201800553

A1

СПОСОБ ОЧИСТКИ СУЛЬФАТНЫХ ЦИНКОВЫХ РАСТВОРОВ ОТ ЖЕЛЕЗА

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 $t=95-100^{\circ}\text{C}$ / Пат. Норвегии №108047, кл. 40а 19/00, опубл. в 1966 г.

Длительность процесса (3-5 часов), 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 А.с. СССР №696062, МПК С22В 19/26, опубл. в БИ №41, 1979 г., в соответствии с которым железо осаждают смесью аммиаксодержащего реагента с нейтральным цинксодержащим раствором, имеющим рН 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 не выгодно.

Известен способ очистки сульфатных цинковых растворов от железа по А.с. СССР №1118705, МПК С22В 19/26, опубл. в БИ №38, 1984 г. Использование огарка в качестве нейтрализатора усложняет процесс, т.к. требуется жесткий и сложный контроль за скоростью растворения огарка и рН, что приводит к снижению производительности процесса.

Наиболее близким по технической сущности и предлагаемому является способ очистки сульфатных цинковых растворов от железа по Пат. Бельгии №724214, кл. С22В, 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 рН (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.

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 $18-20 \text{ см}^3/\text{ч}$ в течение восьми часов, фильтруют, отстаивают и отделяют 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 часов окисляют в присутствии окислителя оставшееся количество двухвалентного железа до трёхвалентного.

Пример реализации способа

Исходный сульфатный цинковый раствор, содержащий, г/дм^3 : Fe^{3+} - 15, Fe^{2+} - 10, Cu -6 и $\text{H}_2\text{SO}_4=30$ 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 $18-20 \text{ см}^3/\text{ч}$, температура в камерах ячейки $70-80^\circ\text{C}$. Восстановление ионов Fe^{3+} до Fe^{2+} проводили в течение восьми часов.

Выпавшее в осадок основное количество двухвалентного железа в виде соли FeSO_4 фильтровали, отстаивали и отделяли от раствора. 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 часов окисляли оставшееся количество Fe^{2+} до Fe^{3+} .

Остаточное содержание ионов Fe^{2+} составило 2,5 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^{2+} 10-15	Fe^{3+} 15-20 Fe^{2+} 10-15
Состав железосодержащего осадка, %	45-60 Fe; 7,5-10,7 Zn	75-90 Fe; 1,5-3,0 Zn
Температура процесса, °C	90-100	70-80

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ очистки содержащих тяжёлые цветные металлы сульфатных растворов от железа, включающий введение в раствор реагента для осаждения железа, ОТЛИЧАЮЩИЙСЯ тем, что в качестве реагента используют вводимую порционно при перемешивании образующейся пульпы нитрилтриметиленфосфоновую кислоту.

2. Способ по п.1, ОТЛИЧАЮЩИЙСЯ тем, что нитрилтриметиленфосфоновую кислоту вводят со скоростью 0,15 – 2,5 г/л·мин.

ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ
ПОИСКЕ(статья 15(3) ЕАПК и правило 42
Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

201800553

Дата подачи: 09/10/2018

Дата испрашиваемого приоритета:

Название изобретения: СПОСОБ ОЧИСТКИ СУЛЬФАТНЫХ ЦИНКОВЫХ РАСТВОРОВ ОТ ЖЕЛЕЗА

Заявитель: РГП НА ПХВ "ВОСТОЧНО-КАЗАХСТАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Д. СЕРИКБАЕВА" МИНИСТЕРСТВА ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

 Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа). Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ: см. дополнительный лист

Согласно Международной патентной классификации (МПК)

Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК) PCT

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:

В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
У	RU2068007C1 (Сибирская государственная горно-металлургическая академия (RU)), 20.10.1996, весь документ	1, 2
У	CN105668746B (Univ Shandong (CN)), 15.06.2016, реферат	1, 2
У	US4666528A (Halliburton Co (US)), 19.05.1987, весь документ	1, 2

 последующие документы указаны в продолжении графы В данные о патентах-аналогах указаны в приложении

* Особые категории ссылочных документов:

"А" документ, определяющий общий уровень техники

"Е" более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

"О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"Р" документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета

"D" документ, приведенный в евразийской заявке

"Т" более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

"Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

"У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

"&" документ, являющийся патентом-аналогом

"L" документ, приведенный в других целях

Дата действительного завершения патентного поиска: 11/03/2019

Уполномоченное лицо:

Главный эксперт
Отдела химии и медицины

С.Б. Алябьев

Телефон: +7(495)411-61-61*351

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ

Номер евразийской заявки:

201800553

КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

C22B 3/20 (01/01/2006)

C22B 19/00 (01/01/2006)

C22B 19/02 (01/01/2006)

C22B 19/20 (01/01/2006)

C22B 15/00 (01/01/2006)

C22B 3/28 (01/01/2006)

C22B 3/38 (01/01/2006)