РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

(19) **KZ** (13) **B** (11) **12098**
(51)[7] C22B 9/04

**ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ

(21) 2000/1091.1
(22) 06.10.2000
(45) 17.01.2005, бюл. 1
(64) KZ (A) 12098, 15.10.2002, бюл.10
(72) Храпунов Владимир Евгеньевич; Кенжалиев Багдаулет Кенжалиевич; Исакова Руфина Афанасьевна; Володин Валерий Николаевич; Челохсаев Леонид Сахамович; Требухов Сергей Анатольевич; Садвакасов Динмухамед Абдадилевич
(73) Республиканское государственное казенное предприятие "Институт металлургии и обогащения" Министерства образования и науки Республики Казахстан
(56) Исакова Р.А., Резняков А.А., Спивак М.М. Рафинирование селена. Алма-Ата: Наука, 1975, с. 60
US 4010937, кл. C22B 9/04, оп. 1977; GB 1441736, кл.[2] C22B 17/06, оп. 1976; SU 545687, кл.[2] C22B 9/04, оп. 1977

(54) **СПОСОБ РАФИНИРОВАНИЯ ЛЕГКОЛЕТУЧИХ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ ВАКУУМНОЙ ДИСТИЛЛЯЦИЕЙ И АППАРАТ ДЛЯ ЕГО ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ**

(57) Изобретение относится к области цветной металлургии, к способам и аппаратам для вакуумной дистилляции химических элементов в малотоннажном производстве, для переработки сплавов и может быть использовано в химической промышленности.

Способ рафинирования легколетучих элементов вакуумной дистилляцией включает периодическую загрузку исходного элемента, дистилляцию при нагревании с переводом его в паровую фазу, очистку паровой фазы с последующей конденсацией, осуществляемые раздельно, эвакуацию газов и периодический выпуск продуктов переработки, при этом легколетучий элемент переводят в паровую фазу в количестве 70-90 % от загруженного, жидкие продукты очистки паровой фазы возвращают на дистилляцию, при этом дистилляцию элемента, очистку паровой фазы и возврат продуктов очистки проводят одновременно, осуществляют инерционную и фильтрационную очистку эвакуируемой газовой фазы, которую совмещают с конденсацией, а остаток от дистилляции перерабатывают отдельно дистилляцией с получением конденсата, который объединяют с исходным элементом.

Аппарат для рафинирования легколетучих элементов вакуумной дистилляцией включает обогреваемые дистиллятор и конденсатор, соединенные паропроводом, в котором со стороны дистиллятора размещено устройство для фильтрации паровой фазы, и содержащий устройства для загрузки исходного элемента, выгрузки конденсата и эвакуации газов, при этом паропровод выполнен наклонным в сторону дистиллятора, отношение площади поперечного сечения паропровода и площади поперечного сечения дистиллятора к площади отверстий устройства для фильтрации не превышает 3 и 30 соответственно, а площадь поверхности конденсатора не менее чем в 2 раза больше площади поперечного сечения дистиллятора, при этом входное отверстие устройства для эвакуации газов размещено ниже входного отверстия паропровода в конденсатор и снабжено фильтром, а дистиллятор снабжен обогреваемым устройством для периодического выпуска остатка от дистилляции.

Технический результат изобретения заключается в повышении качества рафинированного элемента и повышении производительности аппарата.

(19) KZ (13) B (11) 12098

Изобретение относится к области цветной металлургии, к способам и аппаратам для рафинирования легколетучих химических элементов вакуумной дистилляцией в малотоннажном производстве, для переработки сплавов, и может быть использовано в химической промышленности.

Известен существующий в промышленности способ рафинирования легколетучего элемента - селена, включающий периодическую загрузку технического селена, нагрев до 400-450 °С с переводом его в паровую фазу при давлении 150-650 Па, вывод пара на конденсацию, получение конденсата, последующее его плавление и вывод дистиллированного селена через выпускное устройство, осуществляемый в аппаратах периодического действия, представляющих собой обогреваемые цилиндрические сдвоенные камеры: одна для дистилляции селена, другая для конденсации паров, и содержащих устройства загрузки, слива конденсата и эвакуации газов. Причем дистилляция селена ведется до получения сыпучего остатка от дистилляции, который удаляют пневмотранспортом. К недостаткам способа следует отнести возможность получения бракованной продукции из-за увлечения паровым потоком в конденсатор капель и брызг исходного расплава, что снижает качество дистиллята и производительность аппарата.

Известен также способ отделения цинка от свинца, включающий испарение цинка, вывод паров на конденсацию с получением жидкой фазы и эвакуацию неконденсирующихся газов, осуществляемый в аппарате, выполненном в виде цилиндрического, футерованного изнутри сосуда, открытого снизу, установленного в сосуд большего диаметра, открытый сверху и сообщающийся с конденсатором обогреваемой вакуумной магистралью-паропроводом, имеющим горизонтальные участки (а. с. СССР № 192699, кл. С 22 В 9/04, 1967). Недостатком данного технического решения является возможность увлечения капель и брызг исходного расплава парогазовым потоком, что снижает качество конденсата, и необходимость очистки обогреваемого вакуумпровода от промпродуктов, выпадающих из парогазовой фазы, что приводит к непроизводительным затратам времени.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности является способ рафинирования селена вакуумной дистилляцией, включающий периодическую загрузку технического селена, нагрев с переводом его в паровую фазу, фильтрацию паров и вывод их на конденсацию, получение конденсата, последующее его плавление и вывод дистиллированного селена через выпускное устройство, осуществляемый в аппарате, состоящем из обогреваемых, соединенных паропроводом дистиллятора и конденсатора, снабженном фильтром, устройствами загрузки, слива конденсата и эвакуации газов (Исакова Р.А., Резняков А.А., Спивак М.М. Рафинирование селена. Алма-Ата: Наука, 1975, с. 60). Способу и устройству свойственны недостатки, обусловленные возможностью попадания в конденсат - очищенный элемент - продуктов очистки паровой фазы из паропровода, увлечение в конденсат примесей из обогащенного остатка, особенно на последнем этапе дистилляции, увлечение конденсата с газами в систему эвакуации. Все это, а также удаление сухого пылящего остатка от дистилляции снижает качество рафинированного элемента и производительность аппарата.

Технический результат от совокупности влияния признаков, предлагаемых в изобретении, заключается в повышении качества рафинированного элемента и повышении производительности аппарата.

Указанный технический результат изобретения обеспечивается в способе рафинирования легколетучих элементов вакуумной дистилляцией, включающем периодическую загрузку исходного элемента, дистилляцию при нагревании с переводом элемента в паровую фазу, очистку паровой фазы с последующей конденсацией, осуществляемые раздельно, эвакуацию газов и периодический выпуск продуктов переработки, в котором легколетучий элемент переводят в паровую фазу в количестве 70-90% от загруженного, жидкие продукты очистки паровой фазы возвращают на дистилляцию, при этом дистилляцию элемента, очистку паровой фазы и возврат продуктов очистки проводят одновременно, осуществляют инерционную и фильтрационную очистку эвакуируемой газовой фазы, которую совмещают с конденсацией, а остаток от дистилляции перерабатывают отдельно дистилляцией с получением конденсата, который объединяют с исходным элементом.

Технический результат изобретения достигается также в конструкции аппарата для рафинирования легколетучих элементов вакуумной дистилляцией, включающего обогреваемые дистиллятор и конденсатор, соединенные паропроводом, в котором со стороны дистиллятора размещено устройство для фильтрации паровой фазы, и содержащего устройства для загрузки исходного элемента, выгрузки конденсата и эвакуации газов, в котором паропровод выполнен наклонным в сторону дистиллятора, отношение площади поперечного сечения паропровода и площади поперечного сечения дистиллятора к площади отверстий устройства для фильтрации не превышает 3 и 30 соответственно, а площадь поверхности конденсатора не менее чем в 2 раза больше площади поперечного сечения дистиллятора, при этом входное отверстие устройства для эвакуации газов размещено ниже входного отверстия паропровода в конденсатор и снабжено фильтром, а дистиллятор снабжен обогреваемым устройством для периодического выпуска остатка от дистилляции.

Перевод легколетучего элемента на 70-90% в паровую фазу позволяет избежать увлечения малолетучих примесей в паровую фазу на завершающей стадии дистилляции и повысить качество получаемого дистиллята. Кроме того, остаток от дистилляции сохраняется в жидком виде, что упрощает и ускоряет процесс выгрузки жидкого остатка и повышает производительность аппарата.

Возврат жидких продуктов очистки паровой фазы - капель, брызг, труднолетучих соединений - на дистилляцию позволяет исключить их попадание в конденсатор и повысить качество рафинированного элемента, предотвратить операции очистки паропровода и фильтрующего устройства, что вместе с одновременным ведением дистилляции, очистки паровой фазы и возвратом продуктов очистки паровой фазы исключает вывод дополнительных промпродуктов из аппарата и повышает его производительность.

Изготовление паропровода наклонным в сторону дистиллятора исключает попадание жидких продуктов очистки паровой фазы в конденсатор и загрязнение конденсата.

Эвакуируемые неконденсирующиеся газы подвергают инерционной и фильтрационной очистке от пылевидной фракции конденсата, причем очистку совмещают с конденсацией паровой фазы. Это позволяет повысить производительность оборудования за счет уменьшения количества промпродуктов, образующихся в системе эвакуации газов при отсутствии фильтрации и возвращаемых на переработку. Инерционная очистка обеспечивается тем, что входное отверстие устройства для эвакуации газов размещено ниже входного отверстия паропровода в конденсатор. Кроме того, входное отверстие устройства для эвакуации газов снабжено фильтром. Наличие инерционной и фильтрационной очистки способствует высокой степени очистки эвакуируемых газов.

Отдельная переработка остатка от дистилляции позволяет наиболее полно отогнать легколетучий рафинируемый элемент с получением конденсата, содержание трудноудаляемых примесей в котором близко к содержанию примесей в исходном элементе и объединяемого с ним. Это повышает качество рафинированного элемента вследствие вывода основной массы примесей на данном этапе вне основного технологического процесса.

Заданное отношение площади поперечного сечения паропровода и площади поперечного сечения дистиллятора к площади отверстий устройства для фильтрации, не превышающее 3 и 30 соответственно, позволяет оптимизировать количество испарившегося элемента в дистилляторе и условия очистки паровой фазы. При больших значениях возникают затруднения с отводом паровой фазы, что влечет уменьшение скорости испарения. Кроме того, увеличивается скорость парогазовой смеси в паропроводе, что ухудшает очистку от примесей, прошедших через фильтрующее устройство и оседающих в паропроводе. Изложенное приводит к уменьшению производительности аппарата и ухудшению качества рафинированного элемента.

Площадь поверхности конденсатора не менее чем в 2 раза превышает площадь поперечного сечения дистиллятора, что обеспечивает необходимые условия и полноту конденсации паровой фазы и положительно влияет на производительность аппарата.

Наличие обогреваемого устройства для периодического выпуска остатка от дистилляции значительно упрощает, сокращает время выгрузки остатка и непроизводительные затраты времени.

На фигуре приведена схема предлагаемого аппарата, где дистиллятор 1 соединен с конденсатором 2 паропроводом 3, который выполнен наклонным в сторону дистиллятора. Внутри дистиллятора 1 на паропроводе 3 смонтировано устройство для фильтрации паров 4 с отверстиями 5 для прохода парогазовой смеси. Внизу конденсатор 2 снабжен устройством для выгрузки конденсата - рафинированного элемента 6, а дистиллятор 1 - устройством для выпуска остатка от дистилляции 7. В конденсаторе 2 установлено устройство для эвакуации газов 8, входное отверстие 9 которого размещено ниже уровня входного отверстия паропровода 3 в конденсатор 2 и снабжено фильтром 10. Дистиллятор 1 снабжен устройством для загрузки 11 исходного элемента и нагревателем 12. Конденсатор 2 снабжен нагревателем 13.

Аппарат работает следующим образом. Исходный рафинируемый легколетучий элемент через загрузочное устройство 11 загружают в дистиллятор 1. Через устройство 8 в аппарате создают разрежение. Включением нагревателя 12 осуществляют нагрев дистиллятора 1 и паропровода 3. При достижении температуры дистилляции легколетучий элемент переходит в паровую фазу, которую подвергают фильтрации в устройстве 4. В основном очищенная от капель и брызг парогазовая фаза через отверстия 5 и паропровод 3 поступает в конденсатор 2, где преимущественно на стенках происходит конденсация пара в твердую или частично в жидкую фазу. Некоторая часть легколетучего элемента конденсируется в объеме и увлекается неконденсируемыми газами в фильтр 10, где происходит очистка от пылевидной фракции конденсата и возврат последней в основную массу конденсата. Неконденсируемые очищенные от пылевидной фракции конденсата газы эвакуируют через устройство 8. Менее летучие, чем рафинируемый элемент примеси после фильтрации в устройстве 4 вследствие уменьшения скорости после прохождения отверстий фильтра и некоторого понижения температуры в паропроводе 3 от дистиллятора 1 к ненагреваемому конденсатору 2 конденсируются в наклонном паропроводе 3 и стекают в дистиллятор 1. Также по паропроводу 3 стекают частично увлеченные с паровой фазой брызги и капли

После перевода 70-90 % легколетучего элемента в паровую фазу процесс дистилляции прекращают, аппарат заполняют инертным по отношению к перерабатываемому исходному сырью газом и остаток от дистилляции через устройство 7 выводят из дистиллятора 1. При давлении в аппарате, равном атмосферному, подачей электрической мощности на нагреватель 13 нагревают конденсатор 2 до температуры плавления легколетучего элемента, переводят его в расплавленное состояние и через устройство 6 выводят из конденсатора 2. После завершения всех операций технологический цикл повторяют.

Технологические показатели способа, работы аппарата предлагаемой конструкции и условия ведения процесса для некоторых элементов приведены ниже.

Пример 1. Рафинирование технического селена проводили в вакуумном аппарате, дистиллятор которого имел диаметр 30 см (площадь поперечного сечения дистиллятора составила 706,5 $см^2$, что соответствует площади испарения), диаметр паропровода - 9,5 см (площадь - 70,8 $см^2$), суммарная площадь отверстий устройства для фильтрации паровой фазы - 23,6 $см^2$ (отношение площади поперечного сечения паропровода и площади поперечного сечения дистиллятора к площади отверстий устройства для фильтрации составляет 3 и 29,9 соответственно), при температуре в дистилляторе 400 °С и давлении 133-150 Па. Площадь поверхности конденсатора составляла 6500 $см^2$, что в 9,2 раза превышает площадь испарения. Селен подвергали дистилляции на 70 % от загруженного. Остаток выпускали через обогреваемое устройство в донной части дистиллятора и после трех операций объединяли, затем отдельно подвергали заключительной дистилляции до получения "сухого" остатка, конденсат этой стадии объединяли с исходным техническим селеном последующей операции. Содержание примесей в исходном селене составляло в среднем, мас.%·10^4: алюминий, железо - 10,3-20,2; висмут, никель, свинец - 2,8-5,0; магний, марганец, медь, серебро, ртуть - 0,8-2,2; мышьяк - 6,1-8,1; олово - 1,6; теллур - 1000. При завершении дистилляционного процесса температуру в конденсаторе поднимали до 250-280 °С и выпускали рафинированный продукт из конденсатора. После дистилляции получали селен особой чистоты, содержащий не более, мас.%·10^4: алюминий - 2,0; висмут - 1,0; железо - 3,0; магний - 1,0; марганец - 0,5; медь - 0,5; мышьяк - 5,0; никель - 2,0; теллур - 10, соответствующий марке ОСЧ15-2, без получения бракованных партий по трудноудаляемым примесям, особенно по содержанию теллура. Во время эксплуатации исключена операция очистки фильтра и паропровода. За счет фильтрации эвакуируемых газов не наблюдалось осаждения пылевидного конденсата в системе эвакуации неконденсирующихся газов, что также позволило сократить непроизводительные затраты времени на ее очистку. Увеличение производительности аппарата за счет сокращения вспомогательных и обслуживающих операций составило 10-12 %.

Пример 2. Очистку чернового кадмия, полученного после переплавки губки под слоем щелочи, содержащего, мас.%: 0,020-0,026 свинца, 0,007-0,030 меди, 1,30-1,80 таллия и 0,14-0,35 никеля, производили в аппарате, дистиллятор которого имел диаметр 40 см (площадь поперечного сечения дистиллятора - площадь испарения - 1256 $см^2$), диаметр паропровода - 15 см (площадь поперечного сечения - 176,6 $см^2$), суммарная площадь отверстий устройства для фильтрации паровой фазы - 88 $см^2$ (отношение площади поперечного сечения паропровода и площади поперечного сечения дистиллятора к площади отверстий устройства для фильтрации составляет 2 и 14,3 соответственно). Температуру процесса дистилляции поддерживали равной 430-450 °С, давление - около 13 Па. Площадь поверхности конденсации составляла 2512 $см^2$, что в 2 раза больше площади испарения. Кадмий подвергали дистилляции на 90 % от загруженного. Остаток выпускали через обогреваемое устройство в донной части дистиллятора и после 10 операций объединяли, затем отдельно подвергали заключительной дистилляции до получения остатка, содержащего практически черновой таллий. Конденсат этой стадии, содержащий до 0,005-0,01 % таллия, объединяли с исходным кадмием. При завершении дистилляционного процесса температуру в конденсаторе поднимали до 350-370 °С, конденсат плавили и выпускали из конденсатора. В результате получали кадмий, содержащий, мас.%: 0,01-0,005 свинца, 0,02-0,002 меди, 0,003-0,002 таллия, 0,0003-0,0005 никеля, и соответствующий марке Кд-0, без получения бракованных партий по трудноудаляемым примесям, особенно по содержанию таллия. Во время эксплуатации не проводилась операция очистки фильтра и паропровода, не наблюдалось осаждения пылевидного конденсата в системе эвакуации неконденсирующихся газов, что позволило сократить непроизводительные затраты времени на ее очистку. Увеличение производительности аппарата за счет сокращения вспомогательных и обслуживающих операций составило 10-15 %.

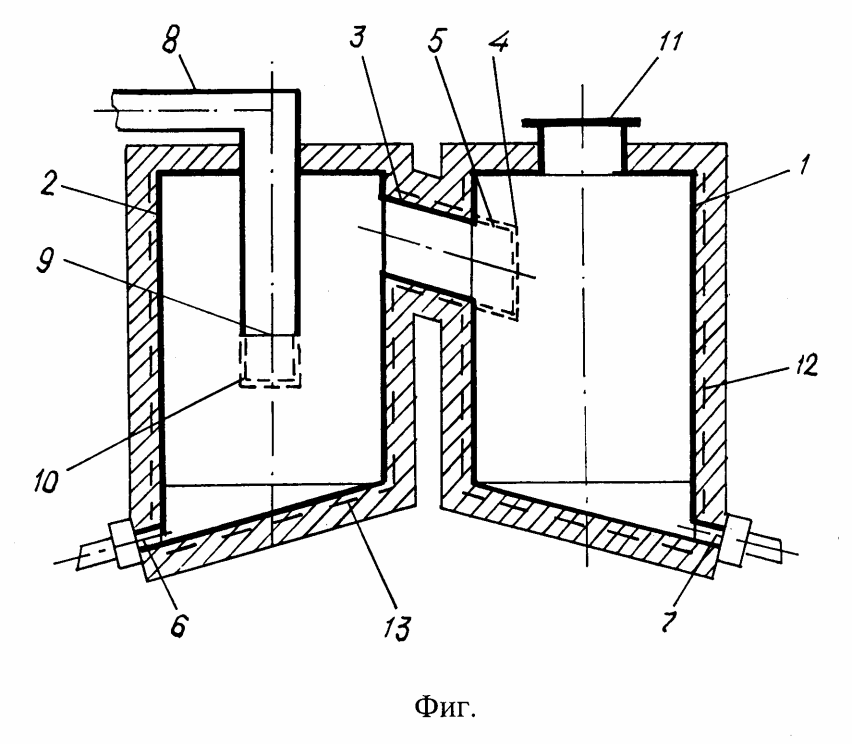
Проведенные таким образом испытания по рафинированию легколетучих элементов вакуумной дистилляцией предлагаемым способом в аппарате для его осуществления подтвердили повышение качества получаемых элементов и повышение производительности оборудования.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ рафинирования легколетучих элементов вакуумной дистилляцией, включающий периодическую загрузку исходного элемента, дистилляцию при нагревании с переводом элемента в паровую фазу, очистку паровой фазы с последующей конденсацией, осуществляемые раздельно, эвакуацию газов и периодический выпуск продуктов переработки, ***отличающийся*** тем, что легколетучий элемент переводят в паровую фазу в количестве 70-90 % от загруженного, жидкие продукты очистки паровой фазы возвращают на дистилляцию, при этом дистилляцию элемента, очистку паровой фазы и возврат продуктов очистки проводят одновременно, осуществляют инерционную и фильтрационную очистку эвакуируемой газовой фазы, которую совмещают с конденсацией, а остаток от дистилляции перерабатывают отдельно дистилляцией с получением конденсата, который объединяют с исходным элементом.

2. Аппарат для рафинирования легколетучих элементов вакуумной дистилляцией, включающий обогреваемые дистиллятор и конденсатор, соединенные паропроводом, в котором со стороны дистиллятора размещено устройство для фильтрации

паровой фазы, и содержащий устройства для загрузки исходного элемента, выгрузки конденсата и эвакуации газов, ***отличающийся*** тем, что паропровод выполнен наклонным в сторону дистиллятора, отношение площади поперечного сечения паропровода и площади поперечного сечения дистиллятора к площади отверстий устройства для фильтрации не превышает 3 и 30 соответственно, а площадь поверхности конденсатора не менее чем в 2 раза больше площади поперечного сечения дистиллятора, при этом входное отверстие устройства для эвакуации газов размещено ниже входного отверстия паропровода в конденсатор и снабжено фильтром, а дистиллятор снабжен обогреваемым устройством для периодического выпуска остатка от дистилляции.



Фиг.

Верстка Ким К.Т. Корректор Вышкварко А.Б.