

Получение нитрата свинца из отработанных аккумуляторов.

Технологию использовал лично

1. Из отработанного аккумулятора путем грубой физической силы добываем пакеты пластин.

2. Разбираем пакеты на отдельные пластины и складываем в две кучки(аноды - коричневого цвета и катоды - серого цвета)

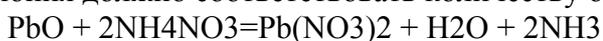
3. Аноды(коричневого цвета) кладем в таз и несколько раз промываем водой(можно водопроводной) до максимального удаления остатков серной кислоты. Параллельно, путем разминания руками отделяем активную массу от материала решеток.

Активная масса (коричневого цвета) состоит в основном из сульфата и диоксида свинца $PbSO_4$ и PbO_2 соответственно. Первый - серого цвета, второй коричневого. Чем более заряженный аккумулятор был до момента разлома тем больше в нем диоксида свинца.

4. Отделенную массу высушиваем и прокаливаем (сильно примерно до 400 градусов) при этом цвет с коричневого должен стать желтым. Можно эту процедуру делать на костре в жестяных банках. При этом диоксид разлагается до оксида свинца (II) желтого цвета



5. Прокаленную и остывшую массу смешиваем с некоторым количеством нитрата аммония(аммиачная селитра) - продается в магазинах удобрений. Количество нитрата аммония должно соответствовать количеству оксида свинца по уравнению реакции:



Но так как неизвестно, сколько оксида свинца в сырье то берем на глаз. При этом если нитрата аммония будет не хватать - то не весь оксид превратиться в нитрат, в обратном случае останется непрореагировавший нитрат аммония который, впрочем, очень легко удаляется из продукта. Я предпочитаю использовать небольшой избыток нитрата аммония.

6. Нагреваем смесь - вначале она плавиться и через некоторое время начинается выделение аммиака - смесь вспенивается и начинает так вонять, что рядом с посудиной в прямом смысле нечем дышать. Судорогами сводит горло ☐. Вывод: либо делать эту процедуру в лесу на костре(ударим нашими щелочными дождями по их кислотным ☐)?, либо проводить эту процедуру в герметичном аппарате с улавливанием выделяющегося аммиака водой(схему, фотографию и описание пришлю позже) - в этом случае получается еще халявный раствор аммиака.

7. Конец реакции - смесь перестает вспучиваться и твердеет. Если был избыток нитрата аммония она остается мокрой на вид, но все-равно больше не вспучивается.

8. Выщелачивание нитрата свинца. На этом этапе и далее всегда речь будет идти о дистиллированной или дождевой воде, так как содержащиеся в водопроводной воде ионы хлора отправят весь наш свинец в осадок(что нежелательно). Плав, пока он теплый заливаем минимальным количеством воды и активно разламываем под водой твердым предметом. Необходимо как можно сильнее измельчить плав. Раствор все время подогреваем, чтобы температура была не менее 60-70 град. После растворения(не весь плав раствориться!!!) раствор декантируем(сливаем с осадка) и фильтруем горячим в чистую емкость. Даем остыть желательнее охладить до 0 град. При этом выпадает белые кристаллы нитрата свинца. После отделения последних раствор возвращаем на

выщелачивание до прекращения выделения свинца. Внимание! Раствор содержит очень большое количество растворенного нитрата свинца, поэтому выливать его нельзя - лучше использовать его циклически для выщелачивания сплава, периодически добавляя воду.

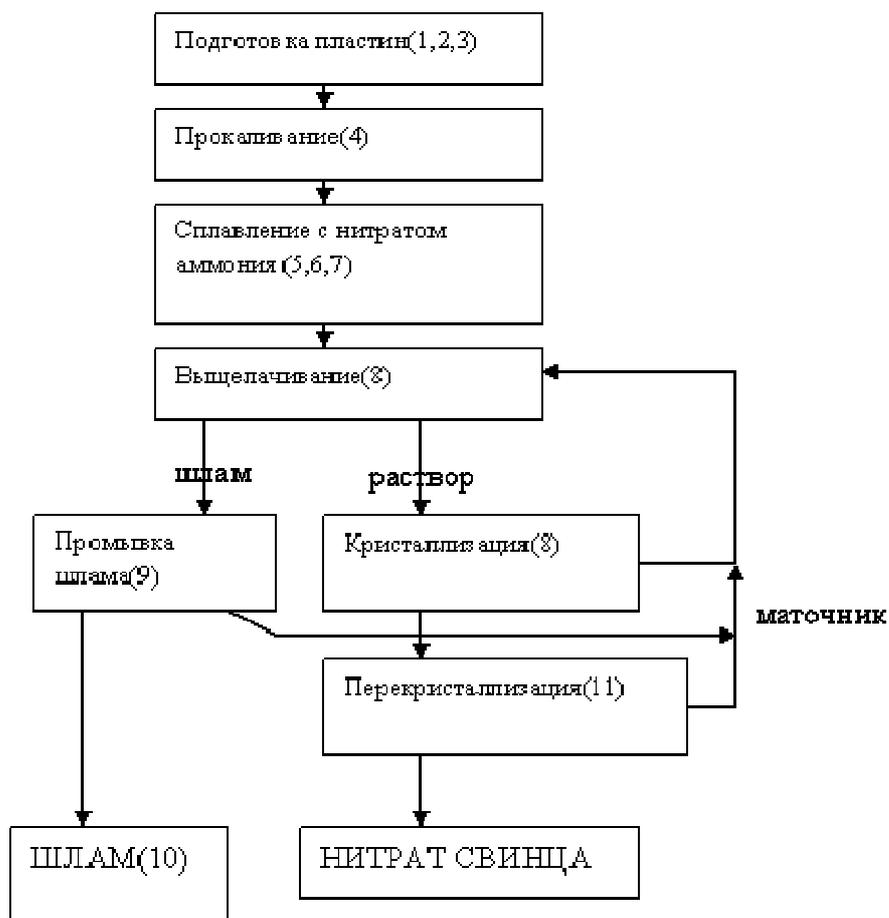
9. Выщелоченный шлам промывается два раза небольшими количествами воды, которую потом объединяют с циркулирующим раствором для выщелачивания.

10. Остаток представляет собой почти чистый сульфат свинца, который тоже может быть переработан, но уже гораздо сложнее.

В циркулирующем растворе накапливаются также нитраты сурьмы и висмута, которые добавляют в пластины аккумулятора, поэтому он как правило окрашен в желтый цвет.

11. Выделенный нитрат свинца нужно перекристаллизовать из воды, а маточник вернуть в цикл выщелачивания.

Общая схема процесса приведена ниже:



Напоминаю - что все соли свинца очень ядовиты. Мойте руки перед едой дистиллированной водой!

Вадим Т.

Свойства. Бесцветные или белые кристаллы кубической системы, плотность 4,53 г/см³. Реактив хорошо растворим в воде (35,7% при 20°C), мало растворим в метиловом спирте (1,35% при 20°C), нерастворим в этиловом спирте. При нагревании выше 200°C распадается на PbO, NO₂ и O₂.

Приготовление.

1. Препарат можно получить, растворяя металлический свинец в азотной кислоте:



Растворяют (под тягой) 100 г гранулированного Pb в 125 мл HNO₃ (плотность 1,40); смесь вначале подогревают. После охлаждения выпавший мелкокристаллический порошок Pb(NO₃)₂ промывают декантацией 2-3 раза HNO₃, отсасывают на стеклянном фильтре и перекристаллизовывают следующим образом. Растворяют при нагревании 150 г Pb(NO₃)₂ в 110 мл воды, приливают NH₄OH (плотность 0,91) до появления исчезающей мути, вносят в раствор свинцовую пластинку и, уменьшив нагревание, выдерживают 10-15 мин. Затем раствор быстро фильтруют и охлаждают. Выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают 10-20 мл воды и сушат при 80°C. Выход 140-145 г (около 90%). Полученный препарат обычно соответствует реактиву квалификации ч. д. а. Перекристаллизацией с очисткой можно получить препарат ч. д. а. из технической соли.

Copyright © Химия и пиротехника

Нитрат свинца используется, как окислитель в ТОС и для приготовления электродов из диоксида свинца (PbO₂), также из него можно сделать азотный тетраоксид и азотную кислоту.

В в горячем аккумуляторном электролите растворяется до прекращения выпадения осадка кальциевая селитра. Получившаяся азотная кислота фильтруется от гипса и в ней растворяется свинец или окись свинца до прекращения растворения. Если использовать свинец из аккумуляторов, то после его растворения надо профильтровать раствор от сурьмяной кислоты. Получится раствор нитрата свинца, правда не очень чистый.

Или другой метод

Надо: аммиачная селитра, оксид свинца* или свинец.

В ходе реакции выделяется аммиак, если он не нужен, то можно использовать открытую консервную банку, но лучше сделать газоотвод за окно (неохота дышать аммиаком). Если нужно его собрать, для реакции используется колба или баллончик из-под аэрозоля с газоотводной трубкой, ведущей в узкогорлую бутылочку с холодной водой (горлышко можно сильно уплотнить ватой, а аммиак подавать через холодильник, по крайней мере длинную трубку).

В случае с консервной банкой: в банку сыплется аммиачная селитра, нагревается до расплавления (не более, а то разложится!), после расплавления массы туда всыпается оксид свинца малыми порциями и очень (!) хорошо перемешивается, пока газ не перестанет образовываться (будет образовываться газ - аммиак и смесь очень вспенится). Смесь вспенится, из неё будут выделяться пузыри бесцветного газа (внимание, если газ будет не бесцветным, прекратить нагревание!). После прекращения образования газа выключается нагревание, растворяется в воде серое, тяжелое вещество из банки, фильтруется, серый нерастворимый порошок - это непрореагировавший оксид свинца (и иногда вместе с ним другой шлак), можно использовать по второму кругу. Раствор представляет из себя раствор нитрата свинца, для электродов его уже можно использовать, а для ТОС его надобно выпарить.

В случае использования баллончика или колбы, и если надо собрать аммиак, селитра мелко размалывается и очень хорошо перемешивается с (также размолотым) оксидом свинца*. Смесь насыпается в баллончик, туда кидается несколько обрезков арматуры (типа мешалки), и он закрывается. Нагревается, пока в приёмнике аммиака булькают пузыри колбу надо очень сильно встряхивать время от времени. После окончания выделения газа, греется ещё минут 5 (повторяю, если пары не прозрачные, останови нагрев).

Замечка: лучше готовить с избытком диоксида свинца, т.к. его легче отделить от готового продукта, чем непрореагировавшую АС

Есть данные, что можно также использовать свинец

* Диоксид свинца - перегородки между свинцовыми пластинами аккумулятора.

Можно также нагреть его до 220С-280С и получить сурик (Pb_2O_3 или Pb_3O_4)

Сурик можно разложить при 550С на PbO .

Пропорции для каждого из окислов свинца на 100г АС: PbO_2 - 149г, Pb_3O_4 - 142г, Pb_2O_3 - 144, PbO - 139.

Правда имея эти пропорции я всегда делаю избыток оксида свинца и разделяю реагенты водой, ведь отделить нитрат свинца от лишнего оксида свинца гораздо легче, чем от непрореагировавшего нитрата аммония.