



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

260148

(11) B₁

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 25.06.87
(21) PV 4728-87.B

(51) Int. Cl.⁷

C 01 G 41/00

(40) Zveřejněno 15.03.88

(45) Vydáno 12.05.89

(75)
Autor vynálezu

KODÝTEK VILÉM ing.,
GRUNT MILOSLAV ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob čištění vyluhu z wolframové rudy

Vysokého čistícího účinku při srážení výše uvedených nečistot z vyluhu a vzniku dobře filtrovatelné sraženiny se dosáhne přidávkou manganistanu draselného a potom redukčního činidla jako hydroxylaminu k vyluhu při pH 9,5 až 12,5.

Vynález se týká způsobu čištění výluhu z wolframové rudy od křemíku, arsenu a fosforu.

Při čištění výluhu z wolframové rudy se zpravidla postupuje tak, že se po odstranění převážné části křemíku k výluhu přidávají sloučeniny tvořící s křemičitany, arzeničnany a fosforečnany nerozpustné soli. Je znám postup (K.C. Li. C.Y. Wang, Tungsten, In ed., Reinhold, New York, 1947, str. 184), při němž se k výluhu přidá oxidační činidlo jako chlorečnan sodný, potom se přidá chlorid nebo síran hořečnatý, roztok se asi 3 h vaří, pak se ochladí na 60 °C a přidá se amoniak a popřípadě chlorid amonný. Po několika hodinách usazování se výluh zfiltruje. Podle jiného postupu (S.W. H. Yih, C.T. Wang, Tungsten, Plenum, New York, 1979, str. 103) se k výluhu přidá síran hlinitý a síran hořečnatý při pH 9 až 9,5. Další postupy (např. US 4 311 679, US 4 115 513) zahrnují přidávek hořečnaté soli při pH asi 9 až 11,5. Všechny uvedené postupy mají dobrý čistící účinek, přičemž ztráty wolframu stržením do sraženiny činí asi 1 až 2 %, v závislosti na znečištění výluhu. Nevýhodou všech těchto postupů je vznik jemné sraženiny, která sedimentuje velmi pomalu. Je proto třeba filtrovat celý objem výluhu, filtrace je obtížná, časo-

vě náročná a neobejde se bez použití pomocných filtračních prostředků. Je znám postup čištění výluhu spočívající v přidavku železité soli k výluhu při pH asi 10,5 (J.P. 60 09804). Tímto postupem vzniká dobře filtrovatelná sraženina, avšak čistící účinek je podstatně nižší než při použití hořečnatých solí a stráty wolframu dosahují až asi 5 %. Na snížení ztrát wolframu, spojených s výše uvedenými postupy, je zaměřen další postup (US 4 349 515). Je založen v podstatě na sražení umělého scheelitu (wolframianu vápenatého) z výluhu a rozkladu připraveného scheelitu roztokem uhličitanu sodného za tlaku 15 až 25 bar. Jde o postup velmi pracný a použitelný pouze pro odstranění fosforu z velmi znečištěných rud.

Výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob čištění výluhu z wolframové rudy od křemíku, arsenu a fosforu podle tohoto vynálezu. Tento způsob spočívá v tom, že se při pH 9,5 až 12,5 k výluhu přidá manganistan a/nebo manganan alkalického kovu a redukční činidlo jako hydroxylamin v množství dostatečném k redukci převážné části mangananu a/nebo manganistanu na hydroxid manganatý a oddělí se vzniklá sraženina. Výhodou postupu podle vynálezu je mohutný čistící účinek. Další výhodou postupu podle vynálezu je vznik dobře sedimentující sraženiny. Převážná část sraženiny se usadí během několika desítek minut. Při postupu podle vynálezu dochází jen k malým ztrátám wolframu.

Postupem podle vynálezu lze čistit přímo surový výluh po rozkladu rudy, je však výhodnější jej použít až po odstranění převážné části křemíku. Pokud výluh po předchozím zpracování nemá pH 9,5 až 12,5, upraví se podle vynálezu nejprve do tohoto rozmezí a potom se přidá manganistan a/nebo manganan draselný, popřípadě sodný, v množství asi 0,1 až 5 g na 100 g wolframu ve výluhu. Po promíchání výluhu se přidává, s výhodou po malých dávkách, redukční činidlo schopné redukovat sloučeninu manganu až na hydroxid manganatý, například sulfid sodný, hydroxylamin, hydrazin, jejich hydrochloridy apod. Přitom se postupně změní barva výluhu z temně hnědé na špinavě na-

žloutlou až bílou. V průběhu přidávání redukčního činidla se v případě potřeby upravuje pH přidavkem hydroxidu alkalického kovu. Výluh se pak ještě aspoň 0,5 h, s výhodou 1 až 2 h, míchá. Potom je možné jej zfiltrovat. Je však výhodnější nechat jej usadit, převážnou část dekantovat, popřípadě ji přečistit od zbytků sraženiny prolitím vrstvou aktivního uhlí, a pouze malou část, přibližně 10 až 15 % objemu výluhu, přefiltrovat. Pořadí přidávání manganistanu a redukčního činidla lze zaměnit nebo oba přidávat současně.

Postup podle vynálezu se podstatně liší od všech dosud známých postupů čištění výluhu. Je založen na zjištění, že při redukci sloučeniny manganu na hydroxid manganatý dochází k podstatnému snížení obsahu křemíku, arsenu a fosforu ve výluhu.

Příklad

250 ml výluhu z wolframové rudy (216 g/l wolframnanu sodného (jako oxid wolframový WO_3), 0,386 g/l oxidu křemičitého SiO_2 , 70 mg/l arsenu As, 29 mg/l P) se zahřeje na 80 °C, přidá se 1 g manganistanu draselného a po 15 minutách míchání se přidává do odbarvení hydroxylaminhydrochlorid (2g). Výluh se ještě 2 h míchá při 80 °C a pak se nechá usadit. Po 2 h stání se asi 80 % objemu výluhu dekantuje a zbytek se zfiltruje. Čirá směs filtrátu a dekantátu obsahuje 35 mg/l SiO_2 , 13,8 mg/l As a 7,4 mg/l P. Promytá sraženina obsahuje pouze 0,22 g WO_3 , tj. 0,41 % celkového množství WO_3 .

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob čištění výluhu z wolframové rudy od křemíku, arsenu a fosforu, vyznačený tím, že se při pH 9,5 až 12,5 k výluhu přidá manganistan a/nebo manganan alkalického kovu a redukční činidlo jako hydroxylamin nebo sulfid sodný v množství dostatečném k redukci převážné části mangananu a/nebo manganistanu alkalického kovu na hydroxid manganatý a oddělí se vzniklá sraženina.

260148