



Patent dodatkowy
do patentu nr 114275

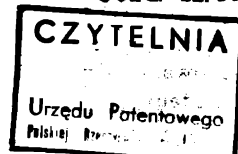
Zgłoszono: 29.09.78 (P. 209966)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 19.05.80

Opis patentowy opublikowano: 28.02.1983

Int. Cl.³ C22B 34/36
C01G 41/00



Twórcy wynalazku: Tadeusz Wolski, Włodzimierz Kiszczak

Uprawniony z patentu: Akademia Medyczna, Lublin (Polska)

Sposób odzysku wolframu metalicznego, zwłaszcza z odpadowych stopów, z jednoczesnym otrzymywaniem użytecznych jego związków i związków metali towarzyszących

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzysku wolframu w postaci metalu i/lub jego związków z odpadów, którymi mogą być stopy lub pseudostopy tego metalu, na przykład z kobaltem, miedzią, srebrem, żelazem, niklem i innymi metalami, pozwalający jednocześnie na przeróbkę tych metali na użyteczne gospodarczo związki chemiczne.

Sposób będący przedmiotem wynalazku jest udoskonaleniem sposobu według patentu głównego nr X 114 275 mającego szczególne zastosowanie przy przeróbce stopów odpadowych.

Według patentu głównego, surowiec poddawany przeróbce rozтворя się w kwasach mineralnych takich jak na przykład kwas solny, siarkowy, azotowy, fluorowodorowy, lub ich mieszaninach, korzystnie w kwasie azotowym z dodatkiem mocznika, azotanu mocznika, szczawianu mocznika lub ich mieszanin. Uzyskany produkt, stanowiący proszek wolframu metalicznego z niewielką ilością kwasu wolframowego, przemywa się roztworem amoniaku lub ługu sodowego, ogrzewa i odsącza a następnie przemywa wodą zdemineralizowaną do zaniku reakcji na jony NH_4^+ lub Na^+ .

Ługi poreakcyjne będące mieszaniną soli pozostałych metali wchodzących w skład stopu oraz roztwory niewielkich ilości wolframianów, przerabia się znanymi metodami. Z przesącza wytrąca się kwasem mineralnym kwas wolframowy. Ługi pore-

2

akcyjne powstałe po oddzieleniu proszku wolframowego przerabia się na użyteczne związki.

Obecnie w trakcie przeróbki odpadów wolframu zwłaszcza w skali technicznej stwierdzono, że bardzo istotne dla jakości gotowego produktu jest odpowiednie przygotowanie surowca jakim jest odpad w postaci złomu i wiórów zawierających wolfram.

Zanieczyszczeniami towarzyszącymi odpadom jak wiadomo są najczęściej chłodziwa i oleje mineralne z obrabiarek, a ponadto zanieczyszczenia mechaniczne w postaci kurzu, piasku oraz opiłki żelaza i glinu.

Istota sposobu według wynalazku polega na tym, że surowiec wolframowy przed poddaniem go przeróbce oczyszcza się przez zemulgowanie chłodziw i olejów mineralnych, polegające na myciu surowca roztworami alkaliów lub wody amoniakalnej o stężeniu minimum 5% z dodatkiem detergentów w temperaturze nie niższej niż 40°C, a następnie myciu roztworem kwasu solnego o stężeniu minimum 5% i temperaturze do 70°C. Mycie kwasem solnym ma na celu rozтворzenie i usunięcie zanieczyszczeń mechanicznych w postaci opiłków metali, a szczególnie żelaza i glinu.

Uzyskane w trakcie oczyszczania roztwory alkaliczne miesza się z roztworem kwaśnym, w takich proporcjach, aby uzyskać pH minimum 10, przy którym to pH uzyskuje się całkowite wytrącenie wodorotlenków rozpuszczonych metali. Wytrącony osad

odfiltrowuje się, natomiast przesącz zubożnioną się kwasem do pH około 7 i odprowadza do kanalizacji.

Zastosowanie procesu oczyszczania surowca według wynalazku pozwala na uzyskanie wysokiej czystości produktu w postaci metalicznego proszku wolframowego oraz soli metali towarzyszących o czystości odczynnikowej. Oczyszczony metodą według wynalazku surowiec jest znacznie łatwiejszy w dalszej obróbce technicznej.

Przykład. Próbkę wiórów stopu wolframowo-miedziowego WM-20 o wadze 1 kg wsypano do zlewki o pojemności 6 dcm³, a następnie dodano 3,5 dcm³ 25% ługu sodowego z dodatkiem 20 g alfenolu i ogrzewano do temperatury 80°C, mieszając, w czasie 3 godzin. Po tym czasie badany roztwór zdekantowano, a wióry przemyto 2-krotnie wodą przez dekantację. Następnie do wiórów dodano 3 dcm³ kwasu solnego o stężeniu 15% i ogrzewano, mieszając do temperatury 50°C w czasie 4 godzin. Roztwór oddzielono przez dekantację od części stałych, które przemyto 3-krotnie wodą przez dekantację. Roztwory po myciu alkalicznym i kwaśnym połączono uzyskując pH mieszaniny około 11,5. Wytrącone wodorotlenki metali odfiltrowano, zaś roztwór zubożniono kwasem solnym do pH —7 i odprowadzono do kanalizacji. Oczyszczone wióry podano roztwarzaniu jak opisano w patencie głównym nr 114275.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób odzysku wolframu metalicznego, zwłaszcza odpadowych stopów z jednoczesnym otrzymywaniem użytecznych jego związków i związków metali towarzyszących przez roztwarzanie surowca wolframowego w kwasach mineralnych lub ich mieszaninach, z dodatkiem mocznika, azotanu mocznika, szczawianu mocznika lub ich mieszanin, oddzielaniu i oczyszczaniu metalicznego wolframu, wytrąconego w postaci proszku oraz odzyskaniu związków wolframu z ługów poreakcyjnych według patentu głównego nr 114275, znamieny tym, że surowiec wolframowy przed poddaniem go procesowi roztwarzania oczyszcza się przez mycie roztworem alkaliów lub wody amoniakalnej o stężeniu minimum 5% z dodatkiem detergentów w temperaturze nie niższej niż 40°C, a następnie roztworem kwasu solnego o stężeniu minimum 5% i w temperaturze do 70°C, a uzyskane w trakcie mycia roztwory alkaliczny i kwaśny korzystnie łączy się w proporcjach do uzyskania odczynu alkalicznego, minimum pH=10, po czym uzyskany osad wodorotlenków metali alkalicznych odfiltrowuje się, a przesącz po zubożnieniu odprowadza się do kanalizacji.