



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202856

(11) (B1)

/22/ Přihlášeno 08 12 78
/21/ /PV 8153-78/

(51) Int. Cl.³
C 01 B 30/00
C 01 G 29/00

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 09 82

(75)
Autor vynálezu

DRAŠAR JAROSLAV ing. a KOLÁŘ JIŘÍ ing., PRAHA

(54) Způsob dělení antimonu od vizmutu při zpracování komplexních Sb-Bi surovin

Vynález se týká způsobu dělení antimonu od vizmutu při zpracování komplexních Sb-Bi surovin, např. tetraedritových koncentrátů a výpražků a úletů vzniklých při zpracování tetraedritových surovin.

Antimon a vizmut mají ve sloučeninách podobné fyzikální a chemické vlastnosti a je velmi svízelné je od sebe oddělit tak, aby jednotlivé složky byly vysoce čisté. Přitom jsou požadavky na obsah vizmutu v antimonu velmi přísné, např. v antimonu 99,5 je dovolen obsah maximálně 0,005 % hmot. vizmutu. Protože v ČSSR jsou k dispozici značné zásoby tetraedritových rud, je problém dělení antimonu od vizmutu při zpracování těchto surovin velmi aktuální a je řešen různými způsoby. Jedním z nich je způsob výroby velmi čistého antimonu ze surového kovu oxidací při teplotě 650 až 700 °C za omezeného přístupu vzduchu. Dále je znám způsob oddělování antimonu od vizmutu v kyslíčnickovém antimonovém prachu redukčním pražením při teplotě 600 až 900 °C. Jiným způsobem je chlorační pražení Sb-Bi-Cu surovin, při kterém přechází antimon a vizmut do prachů, které se louží kyselinou solnou a z výluhu se získá odděleně antimon a vizmut kapalinovou extrakcí roztokem tributylfosfátu v lakovém benzínu. Po odpovídající reextrakci a hydrolýze se získá čistý antimonový a vizmutový produkt. Všechny uvedené způsoby vykazují výrazné nevýhody, ježto buď nedávají produkty dostatečně čisté, nebo jsou příliš složité a investičně i provozně nákladné pro zavedení v běžné průmyslové výrobě. Při použití známého způsobu loužení roztokem sirníku sodného u suroviny, která obsahuje antimon a vizmut v sulfidické nebo oxidační formě, přechází antimon do roztoku ve formě tioantimonitanu a tioantimoničnanu sodného, avšak přitom přechází do roztoku značnou měrou i vizmut a znehodnocuje antimon, který se z roztoku získá.

Tyto nedostatky jsou odstraněny způsobem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že surovina obsahující antimon a vizmut se podrobí jedno- nebo vícestupňovému loužení v roztoku sirníku sodného tak, aby obsah volného sirníku sodného v konečném výluhu byl snížen pod 30 g/l. Má-li se docílit toho, aby zároveň byl získán antimon s obsahem vizmutu pod 0,005 %

hmot., je nutno, aby obsah antimonu v konečném výluhu byl vyšší než 40 g/l. Toho se docílí tím, že komplexní surovina Sb-Bi se do roztoku sirníku sodného přidá v hmot. poměru pevné a kapalné fáze, při kterém dojde ke snížení obsahu volného sirníku sodného a ke zvýšení obsah antimonu v uvedených hodnotách a který se experimentálně stanoví podle koncentrace roztoku, podle snížení suroviny a podle podmínek loužení, tj. dle teploty, času a intenzity míchání. Pokud vzhledem ke složení suroviny nepostačí k tomu pouze přidání vlastní komplexní suroviny Sb-Bi, přidá se do roztoku ještě přísada, která váže volný sirník sodný, např. kysličník antimonu, a to v hmot. poměru pevné fáze, tedy směsi komplexní suroviny Sb-Bi a přísady ku kapalné fázi, při kterém dojde k požadovanému snížení sirníku sodného v konečném výluhu a ke zvýšení obsahu antimonu nad uvedenou základní množství. Toto množství přísady činí 1-300 g na jeden litr roztoku sodného, přičemž konkrétní množství v uvedeném rozmezí se rovněž stanoví experimentálně s přihlédnutím ke zmíněným veličinám. V tom případě se z roztoku získá antimon, který bude obsahovat pod 0,005 % hmot. vizmutu a bude vyhovovat požadované čistotě.

Výhodou způsobu dle vynálezu je to, že se jím získá antimon, obsahující méně než 0,005 % hmot. vizmutu bez nákladných investičních zařízení a při nízkých provozních nákladech.

Bylo zjištěno, že rozpustnost vizmutu závisí na množství volného sirníku sodného v konečném výluhu. Při poklesu množství volného sirníku sodného dochází ke snížení rozpustnosti vizmutu, a proto je nutno množství volného sirníku sodného v konečném výluhu regulovat tak, aby se rozpustnost vizmutu snížila na hodnotu pod 5 mg/l, což se docílí, sníží-li se obsah volného sirníku sodného v konečném výluhu pod 30 g/l. Jakmile obsah volného sirníku sodného v konečném výluhu klesne pod uvedenou hodnotu, proběhne dělení antimonu od vizmutu. Má-li však být získán antimon čistoty 99,5, ve kterém je dovolen obsah maximálně 0,005 % hmot. vizmutu, je nutno, aby obsah antimonu v konečném výluhu dostoupil výše na 40 g/l.

Pokud nelze zároveň dosíci snížení volného sirníku sodného pod 30 g/l a obsah antimonu nad 40 g/l v konečném výluhu v jednom stupni, lze použít více stupňového protiproudého loužení, při němž vizmut, který se během loužení v roztoku rozpustí, v dalším loužení z něj vypadává a zvyšuje se obsah antimonu nad uvedenou základní hodnotu. Je možné, že při daném složení suroviny nepostačí k požadovanému snížení obsahu volného sirníku sodného v konečném výluhu a zvýšení obsahu antimonu pouze přidání komplexní suroviny Sb-Bi. V tom případě lze do roztoku přidat ještě přísadu, která váže volný sirník sodný, např. některý z kysličníků antimonu, a to v hmot. poměru směsi komplexní suroviny Sb-Bi a přísady ku kapalné fázi, tedy roztoku, při kterém dojde k tomuto snížení sirníku sodného v konečném výluhu pod 30 g/l a zvýšení obsahu antimonu nad 40 g/l. Tento hmotnostní poměr je nutno rovněž experimentálně stanovit s přihlédnutím ke složení suroviny, ke koncentraci roztoku a k podmínkám loužení, tj. k teplotě, čase a intenzitě míchání a činí 1-300 g přísady na 1 litr roztoku sirníku sodného. V tom případě se z konečného výluhu např. elektrolýzou získá kovový antimon, který bude obsahovat méně než 0,005 % hmot. antimonu, takže se získá antimon čistoty 99,5.

P ř í k l a d 1

Úlet vzniklý při zpracování směsi tetraedritových koncentrátů a výpražků na cyklónové peci obsahoval 29 % hmot. antimonu a 1,4 % hmot. vizmutu. Pro zlepšení loužitelnosti antimonu byl úlet redukčně pražen při 550 °C za přísady 10 % černého uhlí a 10 % elementární síry. Praženec byl loužen na teplotu 90 °C ochuzeným elektrolytem, který obsahoval cca 20 g/l antimonu a cca 80 g/l volného sirníku sodného. Poměr kapalné a pevné fáze byl zvolen tak, aby výluh obsahoval pod 30 g/l volného sirníku sodného a nejméně 40 g/l antimonu. Z konečného výluhu byl elektrolýzou získán katodový kov, který stabilně obsahoval méně než 0,005 % hmot. vizmutu.

P ř í k l a d 2

Úlet stejného složení jako v příkladě č. 1 byl podroben redukčnímu pražení. Praženec byl loužen ochuzeným elektrolytem s obsahem cca 20 g/l antimonu a cca 80 g/l volného sirníku sodného. Loužení bylo prováděno při poměru kapalné a pevné fáze 10:1 nejdříve s výluhem, získaným z druhého stupně loužení a který obsahoval 25 g/l antimonu a 60 mg/l vizmutu. V prvním stupni loužení se vyloužila větší část antimonu a v důsledku poklesu koncentrace volného sirníku sodného se v roztoku snížil obsah vizmutu pod 5 mg/l. Louženec z prvního stupně byl

podroben druhému stupni loužení, kde se loužil stejným objemem ochuzeného elektrolytu, jako v prvním stupni při koncentraci volného sirníku sodného cca 80 g/l. Výluh získaný při poklesu obsahu volného sirníku sodného pod 30 g/l byl podroben elektrolýze a získán antimon s obsahem vizmutu pod 0,005 % hmot. Zbytkový louženec měl nízký obsah antimonu a mohl být využit na získání vizmutu a ostatních cenných složek.

Způsobem podle vynálezu lze získávat čistý antimon z ložisek tetraedritových rud na základě jednoduchého experimentálního ověření vhodného hmotnostního poměru kapalné a pevné fáze, které lze provést jednorázově a podle jehož výsledků lze zpracovávat bez dalšího celý obsah ložiska, z něž má být antimon i vizmut získáván.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob dělení antimonu od vizmutu při zpracování komplexních Sb-Bi surovin, vyznačený tím, že komplexní Sb-Bi surovina se přidá do roztoku sirníku sodného a dělení proběhne, jakmile obsah volného sirníku sodného v konečném výluhu klesne pod 30 g/l, přičemž obsah vizmutu v antimonu klesne pod 0,005 % hmot., jakmile obsah antimonu v konečném výluhu stoupne nad 40 g/l.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že s komplexní surovinou Sb-Bi se do roztoku sirníku sodného přidá přísada, která váže volný sirník sodný, např. kyslíčník antimonu, v množství 1 až 300 g na 1 litr roztoku sirníku sodného.