



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

195 017

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 24 01 77
(21) PV 435 - 77

(51) Int. Cl.³

C 22 B 30/02

(40) Zverejnené 28 04 79
(45) Vydané 01 2 82

(75)

Autor vynálezu

KALAFUT ŠTEFAN ing., RUDŇANY
BAJKAY ŠTEFAN ing., SPIŠSKÁ NOVÁ VES
FAIX ALEXEJ ing., SPIŠSKÁ NOVÁ VES
HODOŠI FRANTIŠEK ing., SPIŠSKÁ NOVÁ VES
WACHTER RUDOLF ing., SPIŠSKÁ NOVÁ VES

(54)

Spôsob výroby čistého antimónového koncentrátu z úletov

1

Vynález sa týka výroby čistého antimónového koncentrátu z úletov, získaných pri chloridačnom alebo prchavom pražení tetraedritov, tetraedritových výpražkov a podobných antimónových surovín.

Antimónové úlety z chloridačného alebo prchavého praženia polymetalických koncentrátov sú znečistené obyčajne aj inými kovovými zlúčeninami, ktoré sú na prekážku pri výrobe čistého hutného antimónu. Je to predovšetkým bizmut, arzén, meď, olovo a niekedy aj kovová ortuť, ktorá sa do úletov dostáva z predchádzajúceho nedostatočného odpraženia ortute. Požiadavka hutného priemyslu na obsah bizmutu v antimónovom koncentráte je pod 0,01 %.

Známe hydrometalurgické postupy na spracovanie antimónových úletov z chloridačného alebo prchavého praženia polymetalických koncentrátov sú založené na ich rozpúšťaní v minerálnych kyselinách a v izolácii antimónového koncentrátu z roztoku na princípe hydrolýzy alebo metódou kvapalinovej extrakcie. Hydrolitické postupy za použitia minerálnych kyselín nezabezpečujú čistotu antimónového koncentrátu najmä na obsah bizmutu. Podobne nevyhovuje ani alkalický postup rozpúšťania úletov v sírniku sodnom. Všetky tieto metódy sú nevýhodné pre odpadné vody, ktoré sú znečistené toxickými kovovými zlúčeninami, prípadne ťažko odstraniteľnými organickými látkami.

Nevýhody uvedených postupov rieši spôsob výroby čistého antimónového koncentrátu z úletov, získaných pri chloridačnom alebo prchavom pražení tetraedritov, tetra-

edritových výpražkov a podobných antimónových surovín podľa vynálezu, ktorého podstatou je rozpustenie úletov v kyseline chlorovodíkovej a destilácia roztoku chloridov pri teplote 100 až 400 °C, výhodne 240 až 250 °C pričom oddestilované pary sa rektifikujú v kolone, z ktorej sa odvádzajú z hornej časti kolony pri teplote 100 až 110 °C na kondenzáciu a z dolnej časti kolony sa odvádza reflux ako antimónový produkt.

Zbytok po destilácii sa luhuje vodou, z výluhu sa vyzráža bizmut a zbytok po luhovaní vodou sa vracia do úletov pre rozpúšťanie v kyseline chlorovodíkovej alebo ak obsahuje ortuť, upravuje sa vápnom na pelety, ktoré sa odpražuju na ortuť a výpalok sa vracia do úletov pre rozpúšťanie v kyseline chlorovodíkovej.

Pary z hornej časti kolony po ochladení kondenzujú ako zriedená kyselina chlorovodíková, obsahujúca prevažnú časť arzénu. Jej koncentrácia sa pohybuje podľa podmienok rozpúšťania úletov od 12 až 25 %. Množstvo oddestilovaného arzénu z násady činí 70 až 90%.

Reflux z dolnej časti kolony obsahuje hlavne chlorid antimónový, ktorý ku koncu destilácie je koncentrovaný a po ochladení kryštaluje. Delenie arzénu a antimónu v kolone sa deje na základe rozdielného bodu varu chloridu arzenitého -130 °C a chloridu antimonitého - 223 °C.

V destilačnej banke ako zbytok po prerušovanej destilácii zostávajú chloridy bizmutu, medi, železa, striebra, ako i kovovej ortute, pretože ich bod varu je nad 400 °C.

Ďalšie spracovanie produktov destilácie je bežné. Kondenzát z hornej časti kolony sa odarzuje zavádzaním sírovodíka alebo prídáním stechiometrického množstva kusového sírnika železnateho a po odfiltrovaní sírnika arzenitého filtrát sa vracia na rozpúšťanie úletov.

Reflux, pokiaľ je roztok, sa zráža s amoniakom alebo vápnom. Vypadáva dobre filtrujúca zrazenina hydroxidu antimonitého, ktorá po premytí a vysušení predstavuje antimónový koncentrát, vhodný na výrobu čistého hutného antimónu. Ak reflux po schladnutí kryštaluje, kryštaly sú chlorid antimonitý, technickej čistoty. Filtrát po vyzrážaní antimónu sa zahusťuje pre vykrištalizovanie chloridu amonného, potažne vápenateho, ktoré sa vracajú do chloridačného procesu. Zbytok po destilácii sa luhuje vodou. Do roztoku prechádza prevažná časť bizmutu, ktorý sa vyzrážava cementáciou pomocou železného šrotu alebo amoniakom. Nerozpustná časť obsahujúca zbytok antimónu, striebro a ortuť sa peletizuje s vápnom a bežným spôsobom odpraží na ortuť. Výpalok je antimónový koncentrát, vhodný pre hutné spracovanie alebo pri nevyhovujúcom obsahu bizmutu sa pridáva do úletov pri rozpúšťaní v kyseline chlorovodíkovej. Filtrát po vyzrážaní bizmutu sa odparuje, aby sa získali chloridy pre chloridačné odpražovanie antimónu. Odparením filtrátu sa vracia späť do procesu meď, ktorá sa rozpustila z úletov.

Príklad

Antimónové úlety z chloridačného praženia tetraedritových výpražkov v množstve 10 kg sa rozpustili v 10 dm³ kyseliny chlorovodíkovej, 30 %. Rozpúšťanie prebehlo pri izbovej teplote za miešania v dobe 4 hodín. Po odfiltrovaní nerozpustného zbytku sa získalo 9,4 dm³ filtrátu, ktorý sa podrobil destilácii pri teplote 250 °C. Teplota pár z hornej časti

195 017

kolony bola 108 °C. Množstvo kondenzu činilo 3 dm³. Arzén z kondenzu sa vyzrážal s kuse-
vým sirníkom železnatým. Objem refluxu z dolnej časti kolony činil 5 dm³, z ktorého
antimón sa vyzrážal amoniakom. Zbytok z destilácie v destilačnej baňke sa rozpustil vo
vode a z výluhu sa bizmut vyzrážal s amoniakom. Nerozpustná časť obsahovala kovovú ortuť.
Filtráty zo zrážania antimónu a bizmutu sa odparili ku kryštalizácii. Získala sa zmes
chloridu amónneho a meďnatého.

Analýza produktov /hmotnostní % / :

Produkt	kg	Cu %	Sb %	Bi %	Ag %	As %	Hg %
Antimónový úlet	10	6,20	13,46	0,38	0,03	0,7	0,11
Nerozpustný zbytok	0,35	14,43	7,43	0,086	0,01	0,43	0,068
Arzénový koncentrát	0,08	-	0,375	-	-	31,25	-
Antimónový koncentrát	1,06	0,018	79,49	0,008	0,009	0,188	0,01
Bizmutový koncentrát	1,15	0,374	0,435	2,78	0,052	0,087	0,02
Zbytok po destilácii	0,5	0,1	45,20	0,40	0,15	0,10	0,60
Regenerované chloridy	4,34	2,534	0,023	-	0,014	0,03	0,005
Kryštalický chlorid antimonitý	-	0,0005	49,6	0,008	0,008	0,01	0,005

PREDMET VYNÁLEZU

- 1.Sposob výroby čistého antimónového koncentrátu z úletov, získaných pri chloridačnom
alebo prchavom pražení tetraedritov, tetraedritových výpražkov a podobných antimóno-
vých surovín vyznačujúca sa tým, že sa úlety rozpúšťajú v kyseline chlorovodíkovej a
získaný roztok sa destiluje pri teplote 100 až 400 °C a pary chloridov sa rektifiku-
jú v kolone, z ktorej sa odvádzajú z hornej časti kolony na konenzáciu pri teplote
100 až 110 °C a z dolnej časti kolony sa odvádzajú reflux na chladenie.
- 2.Sposob podľa bodu 1. vyznačujúci sa tým, že zbytok po destilácii sa ľuhyje vodou, z
výluhu sa vyzrážava bizmut a zbytok po ľuhovaní vodou sa vracia do úletov pre roz-
púšťanie v kyseline chlorovodíkovej alebo ak obsahuje ortuť, upravuje sa vápnom na
pelety, ktoré sa odpražujú na ortuť a výpalok sa vracia do úletov pre rozpúšťanie v
kyseline chlorovodíkovej.

Vytiskly Moravské tiskařské závody,
provoz 12, Leninova 15, Olomouc

Cena: 2,40 Kčs