



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 260150

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 25 06 87
(21) PV 4730-87.0

(11) B₁

(51) Int. Cl.⁴
G 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 výluhu z wolframové rudy

Dostatečného čistícího účinku přidavkem srážecího činidla a vzniku dobře filtrovatelné sraženiny, ztrhávající jen velmi malou část wolframu se dosáhne použitím roztoku obsahujícího železitou a současně hořečnatou sůl v poměru hmotností železa a hořčíku 20 : 80 až 70 : 30.

Vynález se týká způsobu čištění výluhu z wolframové rudy, obsahujícího wolfram ve formě wolframanu sodného, přidáním solí železa a hořčíku k tomuto výluhu při pH 9 až 11 a oddělením vzniklé sraženiny od kapalné fáze výluhu.

K čištění výluhu z wolframové rudy od arsenu a fosforu se používá solí železa nebo hořčíku. Zpravidla se z výluhu odstraní většina křemíku úpravou pH na asi 3 až 9 a odfiltrováním vyloučené kyseliny křemičité. Potom se k výluhu při pH 9 až 11 a zpravidla teplotě nad 60 °C přidá hořečnatá sůl, jako je síran nebo chlorid hořečnatý, nebo železitá sůl, jako je chlorid železitý, a popřípadě se znovu upraví pH přidávkem hydroxidu nebo uhličitanu sodného do výše uvedeného rozmezí. Působení solí hořčíku je velmi účinné a ztráty wolframu při něm zpravidla nepřesáhnou 1 %. Sraženina je však velmi jemná a téměř neseďimentuje, takže je nezbytné přefiltrovat celý objem výluhu. Filtrace je obtížná a pomalá a neobejde se bez použití pomocných filtračních prostředků. Srážení železitými solemi není tak účinné jako srážení solemi hořečnatými, vznikají však poměrně dobře filtrovatelné sraženiny. Nevýhodou použití železitých solí jsou velké ztráty wolframu.

Výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob čištění výluhu z wolframové rudy, obsahujícího wolfram ve formě wolframanu sodného, přidáním solí železa a hořčíku k tomuto vý-

luhu při pH 9 až 11 a oddělením vzniklé sraženiny od kapalné fáze výluhu podle tohoto vynálezu. Tento způsob spočívá v tom, že se k výluhu přidá vodný roztok obsahující chlorid, síran nebo dusičnan hořečnatý a současně chlorid, síran nebo dusičnan železitý v poměru hmotností železa a hořčíku 20 : 80 až 70 : 30. S výhodou se postup podle vynálezu provádí tak, že se roztok železité a hořečnaté soli před přidáním k výluhu smísí s vodným roztokem amoniaku. Výhodou postupu podle vynálezu je dobrý čistící účinek, stejně jako dobrá filtrovatelnost sraženiny a malé ztráty wolframu. Tohoto efektu se nedosáhne žádným z dosud známých postupů a ani tehdy, dávkuje-li se železitá a hořečnatá sůl nebo jejich roztoky do výluhu odděleně.

Příklady 1 až 3

50 ml výluhu z wolframové rudy (154 g/l oxidu wolframového WO_3 , 0,050 g/l oxidu křemičitého SiO_2 , 0,160 g/l arsenu As, 0,060 g/l fosforu P) se zahřeje na 80 °C, pH se upraví na 10,5, přidá se 1 ml roztoku obsahujícího 250 g/l hexahydrátu chloridu hořečnatého $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ a/nebo hexahydrátu chloridu železitého $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ a po 2 h míchání se filtrací přes filtrační tkaninu oddělí vzniklá sraženina. V níže uvedené tabulce 1 jsou shrnuty výsledky. Příklady a), b) a c) slouží k porovnání. V příkladu c) bylo nejprve přidáno 0,5 ml roztoku chloridu železitého a hned na to totéž množství roztoku chloridu hořečnatého.

Pozn.: Po filtraci vzorku z pokusu a) přes papírový filtr modrou pásku bez použití tlaku byl obsah SiO_2 ve filtrátu 0,01 g/l, As 0,045 g/l. Ve všech ostatních případech bylo při filtraci použito vakua, avšak sraženina z pokusu a) při vakuové filtraci procházela i papírovým filtrem modrou páskou.

Tabulka 1

č.	poměr		vzhled filtrátu	obsah nečistot (g/l)			ztráty W (%)
	Fe	Mg		SiO ₂	As	P	
a.	0	100	kalný	0,03	0,11	0,05	0,9
1	20	80	slabě zakalený	0,02	0,07	0,04	1,1
2	50	50	širý	0,02	0,05	0,02	0,95
3	70	30	širý	0,02	0,06	0,02	1,3
b.	100	0	širý	0,05	0,09	0,05	2,8
c	50	50	kalný	0,04	0,12	0,06	1,8

Příklad 4

Ke 100 ml výluhu (stejného jako v příkladech 1 až 3) se při 80 °C a pH 10,3 přidají 3 ml roztoku, obsahujícího 37,5 g/l FeCl₃.6H₂O a 212 g/l MgCl₂.6H₂O. Po 2 h míchání se výluh nechá usazovat do vyčerení více než 60 % objemu. Pak se 60 % objemu dekantuje a zbytek se zfiltruje přes filtrační tkaninu (filtrát I) a část potom přes papírový filtr modrou pásku (filtrát II). V dekantátu bylo nalezeno 0,035 g/l As, ve filtrátu I 0,049 g/l As a ve filtrátu II 0,032 g/l As. Průměrný obsah As v roztoku po spojení dekantátu a filtrátu I je 0,041 g/l.

Příklad 5

Ke 150 ml výluhu (137 g/l WO₃, 0,50 g/l SiO₂, 0,26 g/l As, pH 8,9) se při 60 °C přidá směs připravená smícháním 5 ml roztoku obsahujícího 62 g/l FeCl₃.6H₂O a 188 g/l MgCl₂.6H₂O s 2 ml koncentrovaného vodného roztoku amoniaku. Po 2 h míchání se výluh zfiltruje přes filtrační tkaninu. Filtrát obsahuje 0,024 g/l SiO₂ a 0,061 g/l As. Ztráty WO₃ činí 0,7 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob čištění výluhu z wolframové rudy, obsahujícího wolframan sodný, přidáním solí železa a hořčíku k tomuto výluhu při pH 9 až 11 a oddělením vzniklé sraženiny, vyznačený tím, že se k výluhu přidá vodný roztok obsahující chlorid, síran nebo dusičnan hořečnatý a současně chlorid, síran nebo dusičnan železitý v poměru hmotností železa a hořčíku 20 : 80 až 70 : 30.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se roztok železité a hořečnaté soli před přidáním k výluhu smísí s vodným roztokem amoniaku.