



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

242 812

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 28 12 84
(21) PV 10453-84

(51) Int. Cl.⁴

C 01 G 41/00

(40) Zveřejněno 31 08 85

(45) Vydáno 01 04 88

(75)

Autor vynálezu

KLOUBEK JIŘÍ RNDr. CSc., JABLONEC NAD NISOU;
GRUNT MILOSLAV ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob odstraňování nežádoucích složek, zejména křemíku,
z roztoku získaného alkalickým rozkladem wolframové rudy

Účelem vynálezu je způsob, umožňující snížení obsahu křemíku na nižší hodnoty, než které umožňují dosud známé metody.

Účelu bylo dosaženo tím, že z roztoku získaného alkalickým rozkladem wolframové rudy, oddělením pevných podílů a částečnou neutralizací vzniklého roztoku přidavkem kyseliny chlorovodíkové se přidavkem kyseliny chlorovodíkové upraví pH roztoku do rozmezí 7,7 až 9,7, s výhodou 7,7 až 8,7, a potom se přidá vodný roztok chloridu hlinitého v hmotnostním poměru chloridu hlinitého k wolframu nejméně 1 : 400 a pH roztoku se znovu upraví přidavkem hydroxidu sodného do výše uvedeného rozmezí.

242 812

Vynález se týká způsobu odstraňování nežádoucích složek, zejména křemíku, z roztoku získaného alkalickým rozkladem wolframové rudy, odfiltrováním pevných podílů a částečnou neutralizací vzniklého roztoku přidavkem kyseliny chlorovodíkové při teplotách 20 až 100 °C.

Při výrobě kyseliny wolframové probíhá v první fázi procesu alkalický rozklad wolframové rudy. Po odfiltrování pevných nečistot, zejména hydroxidů železa a manganu, je nezbytné odstranit ze získaného roztoku wolframanu sodného rozpuštěné nežádoucí příměsi, zejména sloučeniny křemíku, přítomné v roztoku v koncentraci asi 2 až 3 g.dm⁻³ vyjádřeno jako křemík. K tomuto účelu se dosud používá částečná neutralizace roztoku kyselinou chlorovodíkovou na pH 8,5 až 9,5 při zvýšené teplotě, asi 80 až 90 °C. Při tom se vysráží převážná část křemíku ve formě hydratovaného oxidu a jeho obsah v roztoku poklesne na asi 0,1 až 0,3 g.dm⁻³, což však je pro některé aplikace nedostatečné. Při jiném popsaném postupu se obsah křemíku snižuje ve dvou stupních. V každém z nich se pH roztoku wolframanu sodného upraví do rozmezí 9 až 9,5, přidá se síran hlinitý a síran hořečnatý, roztok se míchá 1 hodinu při teplotě 70 až 80 °C, načež se vyloučený křemík odfiltruje. Takto lze dosáhnout snížení koncentrace křemíku až na 0,03 až 0,06 g.dm⁻³ (S.W.H.Yih a

C.T.Wang, Tungsten, Plenum Press, New York 1979, str. 103.). Nicméně uvedený pochod je dost pracný a obsah křemíku pro některé účely ještě vysoký.

Výše uvedené nevýhody do značné míry snižuje podle tohoto vynálezu způsob odstraňování nežádoucích složek, zejména křemíku, z roztoku získaného alkalickým rozkladem wolframové rudy, oddělením pevných podílů po rozkladu a částečnou neutralizací vzniklého roztoku přidavkem kyseliny chlorovodíkové při teplotách 20 až 100 °C, s výhodou 70 až 90 °C. Tento způsob spočívá v tom, že se přidavkem kyseliny chlorovodíkové upraví pH roztoku do rozmezí 7,7 až 9,7, s výhodou 7,7 až 8,7, a potom se přidá vodný roztok chloridu hlinitého v hmotnostním poměru chloridu hlinitého k wolframanu nejméně 1 : 400 a pH roztoku se znovu upraví přidavkem hydroxidu alkalického kovu do výše uvedeného rozmezí. Způsobem podle vynálezu se dosáhne snížení koncentrace křemíku až asi na 0,01 g.dm⁻³ a rovněž snížená koncentrace fosforu a arsenu. Další výhodou způsobu podle vynálezu je jednoduché provedení.

Příklad

Výchozí, silně zásaditý roztok wolframanu sodného, obsahující 10 % wolframu a 2,3 % křemíku, se částečně zneutralizuje kyselinou chlorovodíkovou za stálého míchání (teplota a pH jsou uvedeny níže v tabulce). Po 15 min se za míchání přidá vodný roztok chloridu hlinitého (množství je uvedeno v tabulce) a pH se upraví na původní hodnotu malým přidavkem vodného roztoku hydroxidu sodného. V níže uvedené tabulce je udána koncentrace křemíku v roztoku po přidání kyseliny chlorovodíkové (označena jako A) a po přidání vodného roztoku chloridu hlinitého (označena jako B). V tabulce dále t je teplota a m je hmotnost přidaného chloridu hlinitého (sušiny) na 1 dm³ roztoku:

- 3 -

č.	m(g.dm ⁻³)	t(°C)	pH	Obsah křemíku(g.dm ⁻³)	
				A	B
1	0,25	80	8,0	0,12	0,07
2	0,5	80	8,0	0,14	0,01
3	1,0	80	8,0	0,12	0,01
4	0,5	20	9,0	0,14	0,02

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob odstraňování nežádoucích složek, zejména křemíku, z roztoku získaného alkalickým rozkladem wolframové rudy, oddělením pevných podílů a částečnou neutralizací vzniklého roztoku přidavkem kyseliny chlorovodíkové, vyznačený tím, že se přidavkem kyseliny chlorovodíkové upraví pH roztoku do rozmezí 7,7 až 9,7, s výhodou 7,7 až 8,7, a potom se přidá vodný roztok chloridu hlinitého v hmotnostním poměru chloridu hlinitého k wolframu nejméně 1 : 400 a pH roztoku se znovu upraví přidavkem hydroxidu sodného do výše uvedeného rozmezí.