

Wydano 21 lipca 1941

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

0226 51/00

Nr 29880

Kl. 40a 51/00

Société Générale Métallurgique de Hoboken
Société Anonyme, Hoboken-lez-Anvers

Sposób otrzymywania tlenków tantalu i (lub) niobu z materiałów zawierających tantal i (albo) niob

Zgłoszono 26 kwietnia 1937

Udzielono 30 czerwca 1941

Pierwszeństwo: 28 kwietnia 1936 dla zastrz. 1, 2 i 6; 4 maja 1936 dla zastrz. 8—12; 5 maja 1936 dla zastrz. 7;
19 marca 1937 dla zastrz. 3—5 i 13 (Wielka Brytania)

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu otrzymywania tlenków tantalu i (lub) niobu z rud, półproduktów hutniczych albo innych materiałów, zawierających tantal i (albo) niob w postaci utlenionej w obecności innych metali, takich jak cyna, mangan i żelazo, występujących bądź to z osobna, bądź też po dwa albo wszystkie trzy jednocześnie.

Wynalazek polega na wydzieleniu z przerabianego materiału całkowicie lub częściowo cyny, manganu i żelaza jeszcze przed odzyskiwaniem tantalu i niobu.

Materiał można poddawać zabiegowi częściowej redukcji w celu usunięcia cyny,

manganu i żelaza nie naruszając przy tym związków tantalu i niobu. W tym celu materiał wyjściowy, ewentualnie zmielony lub w postaci pastylek, miesza się w pożądanych i doświadczalnie określonych ilościach z odpowiednim środkiem redukcyjnym, np. z węglem drzewnym.

Mieszanie tę wprowadza się następnie do uszczelnionego zbiornika, np. do pieca albo jakiegokolwiek innego zbiornika ogrzewanego w znany sposób, którego atmosferę (redukującą, obojętną lub utleniającą) można dowolnie regulować zarówno pod względem składu, jak i ciśnienia.

Mieszanie w tym zbiorniku ogrzewa

się do pożądaney temperatury, określanej doświadczalnie w każdym poszczególnym przypadku zależnie od składu załadowywanej mieszaniny, unikając przy tym jakiegokolwiek topienia ładunku. Dobre wyniki otrzymuje się przy ogrzewaniu do temperatury 800 — 1200°C.

Produkt po zredukowaniu i ewentualnym roztarciu poddaje się następnie zabiegowi ługowania w celu przeprowadzenia cyny, manganu i żelaza, zredukowanych w poprzednim zabiegu, do roztworu. Powyższe metale mogą być w ten sposób oddzielone od pozostałości za pomocą jakiegokolwiek znanego środka.

Odzyskiwanie tantalu i (albo) niobu, zawartych w pozostałości, jest bardzo ułatwione dzięki nieobecności cyny, manganu, żelaza i innych zanieczyszczeń, które im towarzyszyły w materiale wyjściowym.

W odmianie sposobu według wynalazku można do redukcji materiału wyjściowego stosować gazy redukcyjne takie, jak wodór, tlenek węgla, gaz wodny itd.

W celu całkowitego lub częściowego usunięcia cyny, manganu i żelaza, zawartych w materiale, przed właściwym odzyskiwaniem tantalu i (albo) niobu można używać mieszaniny gazowej.

Jako mieszaninę gazową można stosować mieszaninę wodoru i chloru, przy czym gazy te (najlepiej) powinny być wzięte w takim stosunku, aby istniał stale nadmiar powyżej jednej cząsteczki wodoru na cząsteczkę chloru. Szczególnie korzystne wyniki osiągnano stosując mieszaninę, składającą się z 5 — 10 objętości wodoru na 1 objętość chloru.

Materiał wyjściowy można uprzednio potłuc, rozetrzeć, przerobić na pastylki lub poddać go wszelkiej innej obróbce fizycznej, odpowiedniej i korzystnej do zastosowania w procesie. Następnie materiał wprowadza się w dokładne zetknięcie z mieszaniną wodoru i chloru w dowolnym

odpowiednim urządzeniu i ogrzewa do temperatury odpowiedniej do reakcji.

Temperaturę roboczą należy ustalić doświadczalnie; na ogół jest ona zmienna w zależności od rodzaju i składu chemicznego obrabianego materiału. Należy ją ograniczyć koniecznością unikania topnienia ładunku. W pewnych przypadkach okazała się odpowiednią temperatura 750 — 1000°C.

Jako aparaturę można stosować wszelkie znane urządzenia, np. piece nieruchome, przechylne, wahliwe, piece elektryczne lub inne, przystosowane do pracy ciągłej lub przerywanej, w których materiał można poddawać działaniu gazowego wodoru i chloru bez bezpośredniego stykania materiału z płomieniem lub spalinami. Jako przykład można podać ogrzewanie materiału w oporowych piecach elektrycznych, w piecach tyglowych, muflowych lub retortowych.

Piec może być zaopatrzony we wszelkie znane urządzenia do wprowadzania gazu z jednej strony oraz do usuwania gazowych produktów reakcji z drugiej strony. Gazy, wywiązujące się w różnych okresach procesu, można również zbierać osobno albo razem za pomocą jakiegokolwiek odpowiedniego urządzenia.

Zgodnie z inną charakterystyczną cechą wynalazku niniejszego materiału, zawierający tantal i (albo) niob, po usunięciu z niego cyny i (lub) manganu i (lub) żelaza poddaje się redukującemu stapianiu w wysokiej temperaturze tak, aby zredukować tantal i (lub) niob. Następnie oddziela się wytworzony żużel, praktycznie biorąc, nie zawierający tantalu i (lub) niobu i otrzymany stop, zawierający tantal i (albo) niob, jak również krzem, żelazo lub inne pierwiastki poddaje się obróbce chemicznej w celu odzyskania tantalu i (albo) niobu, najlepiej w postaci utlenionej.

Tantal i (albo) niob, odzyskane np. w postaci koncentratu tlenków tantalu i (al-

bo) niobu przez obróbkę chemiczną, mogą służyć jako materiał wyjściowy do otrzymywania tantalu i (lub) niobu w postaci metalicznej albo też w postaci ich stopów z żelazem.

Proces według wynalazku można przeprowadzać w sposób następujący.

Materiał wyjściowy, doprowadzony do stanu fizycznego, najodpowiedniejszego do wykonywania procesu, poddaje się topieniu redukującemu, np. w łukowym piecu elektrycznym, w obecności środka redukcyjnego i topników, użytych w stosunkach określonych doświadczalnie w zależności od składu i rodzaju obrabianego materiału wyjściowego.

Zabieg ten przeprowadza się w taki sposób, żeby przeprowadzić do żużla większą część takich składników, jak krzemionka lub wapno, ewentualnie zawartych w obrabianych produktach.

Wytworzony stop, zawierający tantal, niob, krzem, żelazo lub inne pierwiastki, znajdujące się ewentualnie w obrabianym materiale, poddaje się obróbce chemicznej, polegającej na działaniu na stop kwasem siarkowym w celu usunięcia znacznej części żelaza oraz na działaniu na otrzymaną pozostałość mieszaniną kwasu siarkowego i fluorowodorowego w celu usunięcia z pozostałości krzemu.

Następnie ostateczne wyprażenie pozostałości pozwala na otrzymywanie tantalu i (albo) niobu w postaci koncentratu tlenków tych metali, który można przerobić ostatecznie bądź to na stop tantalu i (albo) niobu z żelazem, bądź też na tantal i niob metaliczny.

Sposób opisany powyżej, według którego działanie chemiczne na materiał jest poprzedzane przez redukcję na drodze suchej, wykazuje między innymi tę wyższość nad sposobami znanymi, że pozwala na usunięcie z materiału wyjściowego znacznej ilości krzemionki i wapna jeszcze przed rozpoczęciem obróbki chemicznej. Obec-

ność zaś tych związków znacznie utrudniałaby tę obróbkę.

Według wynalazku z materiału wyjściowego można usuwać całkowicie lub częściowo cynę, mangan i żelazo przed odzyskiwaniem tantalu i (albo) niobu przez poddawanie materiału częściowej redukcji w obecności odpowiedniego metalicznego środka redukcyjnego. Do tego zabiegu odpowiednie są krzem, wapń lub magnez, stosowane z osobna, bądź też razem po dwa lub kilka.

Ilość czynnika redukcyjnego dobiera się w taki sposób, żeby żądana redukcja ograniczyła się jedynie do zanieczyszczeń pozostawiając nienaruszonymi tlenki tantalu i (lub) niobu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania tlenków tantalu i (lub) niobu z materiałów, zawierających tantal i (albo) niob w obecności jednego lub kilku metali takich, jak cyna, mangan i żelazo, znamienny tym, że przed odzyskiwaniem tantalu i (albo) niobu oddziela się od materiału wyjściowego całkowicie lub częściowo cynę, mangan i żelazo, po czym otrzymany produkt poddaje się stapianiu redukującemu w wysokiej temperaturze, następnie oddziela się wytworzony żużel, praktycznie biorąc, pozbawiony tantalu i (lub) niobu, stop zaś, zawierający tantal, niob, krzem, żelazo i inne pierwiastki, poddaje się obróbce chemicznej w celu odzyskania tantalu i (lub) niobu, korzystnie w postaci utlenionej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że materiał wyjściowy poddaje się redukcji za pomocą stałego środka redukcyjnego, np. węgla drzewnego.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że cynę, mangan i żelazo, zawarte w obrabianym materiale, usuwa się przez częściową redukcję w obecności metalicznych środków redukcyjnych.

4. Sposób według zastrz. 3, znamien-
ny tym, że jako metaliczne środki redukcyjne
stosuje się wapń i (lub) magnez i (lub)
krzem.

5. Sposób według zastrz. 3 — 4, zna-
mienny tym, że środki redukcyjne stosuje
się w takiej ilości, aby żądana redukcja o-
graniczyła się jedynie do zanieczyszczeń
pozostawiając nienaruszone tlenki tantalu
i (lub) niobu.

6. Sposób według zastrz. 1, znamien-
ny tym, że materiał wyjściowy poddaje się
redukcji gazem redukcyjnym.

7. Sposób według zastrz. 1, znamien-
ny tym, że cynę, mangan i żelazo oddziela
się od pozostałości, zawierającej tantal i
niob, przez ługowanie.

8. Sposób według zastrz. 1, znamien-
ny tym, że w celu usunięcia cyny, manga-
nu i żelaza stosuje się mieszaninę ga-
zową.

9. Sposób według zastrz. 8, znamien-

ny tym, że jako mieszaninę gazów stosu-
je się mieszaninę wodoru i chloru.

10. Sposób według zastrz. 9, znamien-
ny tym, że stosuje się mieszaninę gazową,
zawierającą więcej niż jedną cząsteczkę
wodoru na cząsteczkę chloru.

11. Sposób według zastrz. 9 — 10,
znamienny tym, że stosuje się mieszaninę
gazową, zawierającą 5 — 10 objętości wo-
doru na 1 objętość chloru.

12. Sposób według zastrz. 8—11, zna-
mienny tym, że pracuje się w temperaturze
750 — 1000°C.

13. Sposób według zastrz. 1, znamien-
ny tym, że proces redukcji przeprowadza
się w piecu elektrycznym.

Société Générale
Métallurgique de Hoboken
Société Anonyme
Zastępca: M. Skrzyppowski
rzecznik patentowy