



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

218072

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 25 D 17/02

(22) Prihlášené 02 10 80

(21) (PV 6648-80)

(40) Zverejnené 28 05 82

(45) Vydané 15 06 84

(75)

Autor vynálezu

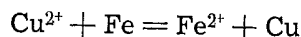
CEMPA ŠTEFAN ing. CSc., WAGNEROVÁ EMÍLIA ing., KOŠICE

(54) Spôsob rafinácie roztokov solí od elektropozitívnejších kovových nečistôt a zariadenie na jeho uskutočňovanie

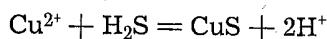
Vynález spadá do odboru hutníckej technológie. Jeho podstatou je rafinácia roztokov solí od elektropozitívnejších kovových nečistôt, a je kombináciou elektrolytickej a cementačnej rafinácie v elektrickom poli. Znečistený roztok soli sa elektrolyticky rafinuje pri nízkych hustotách prúdu od 0,01 až do 0,8 A . dm⁻² za prídavku cementačného činidla, tvoreného kovovým práškom z menej ušľachtilého kovu ako sú kovové nečistoty, ktoré sa udržiavajú vo vznose medzi elektródami. Spôsob sa uskutočňuje v rafinačnej vani, rozdelennej prepážkami na 4 až 10 častí a prechod roztoku solí cez prepážky je zabezpečený striedavo na dne a na hladine rafinačnej vane. Zariadenie pracuje kontinuálne, za miešania a je zobrazené na obrázku 1.

Vynález sa týka spôsobu rafinácie roztokov solí od elektropozitívnejších kovových nečistôt a zariadenia na jeho uskutočňovanie.

V súčasnej dobe sa rafinácia roztokov solí od elektropozitívnejších nečistôt uskutočňuje niekoľkými spôsobmi. Pri cementácii sa využíva rôzny elektrochemický potenciál jednotlivých kovov a podľa elektrochemickej rady napätí sa ušľachtilé kovy odstraňujú menej ušľachtilými, napríklad podľa rovnice:



Spôsob cementácie sa realizuje na zariadeniach pozostávajúcich z mlynov a triedičov pre prípravu cementačného prášku, z miešacích nádrží pre ich zamiešavanie do roztoku a filtrov, na ktorých sa oddelí cementačný prášok s vyzrážanou nečistotou od roztoku. Nevýhody cementačného spôsobu sú v tom, že sú účinné len pri značnom rozdielne potenciálov a ak je cementačný kov iný ako kov základnej soli, dochádza k znečisťovaniu roztoku ďalším kovom. Cementácia neprebíha úplne, po obalení povrchu zrníčka ušľachtilým kovom sa proces spomaľuje, až sa zastaví. Často sa používa chemické vylučovanie nečistôt, ktoré je založené na tom, že prísadou chemickej zlúčeniny vytvorí odstraňovaný kov nerozpustnú chemickú zlúčeninu, ktorá sa odstráni filtráciou, napríklad podľa rovnice:



Táto metóda sa realizuje na zariadeniach pozostávajúcich z dávkovačov zrážacej látky, miešacích zariadení, ktoré zamiešavajú tieto látky do roztoku a filtračných zariadení, na ktorých sa odstraňujú z roztoku zrazeniny, obsahujúce nečistoty. Nevýhodou zrážacej metódy je zložitost procesu, značná prácnost metódy, zložitost zariadenia a možnosť znečistenia roztoku inými prvkami alebo zlúčeninami, ktoré sa pre rafináciu roztokov používajú, pričom účinnost odstraňovania nečistôt o nízkej koncentrácii v základnom roztoku je nízka. Ďalšou metódou sú extrakčné metódy založené na viazaní určitých kovov do extrakčného činidla, pričom extrakčná kvapalina vytvára oddelenú vrstvu nad roztokom soli. Nevýhodou extrakčných metód je ich malá prebadanost, jednotlivé extrakčné činidlá majú obmedzenú pôsobnost a sú drahé. Použitie iónomeničov — katexov je zatiaľ málo prebadané a jednotlivé iónomeniče sú špecifické pre jednotlivé kovy a nie sú vhodné pre rafináciu roztokov o nízkej koncentrácii znečisťujúcich kovov. Iné zrážacie procesy ako kryštalizácia, destilácia a hydrolýza sú pre znižovanie kovov z roztokov o nízkej koncentrácii nevhodné.

Uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom rafinácie roztokov solí od elektropozitívnejších kovových nečistôt, ktorý je kombináciou elektrolytickej a cementačnej rafinácie v elektrickom poli a ktorého podstata spočíva v tom, že roztok soli znečistený elektropozi-

tívnejšími kovovými nečistotami sa elektrolyticky rafinuje pri nízkych hustotách prúdu od 0,01 až do 0,8 A · dm⁻² za prídavku cementačného činidla, tvoreného kovovým práškom z menej ušľachtilého kovu ako sú kovové nečistoty, ktoré sa udržiavajú vo vznose medzi elektródami. Zariadenie, na ktorom sa spôsob uskutočňuje, je tvorené rafinačnou vaňou, ktorá je opatrená prívodom a odvodom roztoku solí. Podstata zariadenia spočíva v tom, že komora je rozdelená prepážkami na *n* častí, pričom *n* je 4 až 10 tak, že prechod roztoku soli cez prepážky je zabezpečený striedavo na dne a na hladine rafinačnej vane. V každej časti oddelenej prepážkou sú umiestnené dve anódy, ktoré sú v elektrolyzéri nerozpustné alebo sú z kovu, ktorý tvorí základnú chemickú zlúčeninu rafinovaného roztoku soli a katóda, ktorá je kovová, zhotovená z koróziivzdornej ocele, medi, niklu alebo iného kovu, napojené na zdroj jednosmerného prúdu a miešanie roztoku je v každej časti zabezpečené miešadlami, ktorých pohon a vysúvanie z rafinačnej vane je zabezpečené mechanizmom.

Výhodou spôsobu rafinácie roztokov solí je okolnost, že spojením elektrolytického zrážania a cementácie v elektrickom poli medzi anódou a katódou sa značne urýchlí proces znižovania koncentrácie ušľachtilejších kovových nečistôt v roztokoch solí. Zároveň sa značne zvýši účinnost procesu a koncentráciu nečistôt je možné znížiť až na nulovú hodnotu, čím sa z roztokov soli získajú v ďalšom zrážacom procese veľmi čisté kovy, prípadne až chemické zlúčeniny.

Zariadenie podľa vynálezu zabezpečuje plynulú rafináciu roztoku od elektropozitívnejších nečistôt, zabezpečuje získanie sprievodných kovov, neznečisťuje roztok inými nečistotami, dáva možnosť upraviť koncentráciu základného kovu a znižuje prácnost procesu.

Na priloženom výkrese je znázornené zariadenie na rafináciu roztoku solí od elektropozitívnejších kovových nečistôt.

Zariadenie je zobrazené na obrázku 1 a pozostáva z rafinačnej vane 1, opatrenej prívodom 2 a odvodom 3 roztoku solí, ktorá je rozdelená prepážkami 4, 5, 6 na tri časti. V každej časti zariadenia sú umiestnené dve anódy 7, 8, katóda 9, napojené na zdroj jednosmerného prúdu 10 a miešadlo 11, ktorého pohon a vysúvanie z rafinačnej vane 1 je zabezpečené mechanizmom 12.

Spôsob rafinácií je demonštrovaný na príkladoch uskutočnenia.

Príklad 1

Rafinácii v popísanom zariadení bola podrobená antimónová zliatina obsahujúca v hmotnostnej koncentrácii okrem antimónu, 48 % Cu, 3,2 % Bi, 5,6 % Pb a 0,64 % As.

Ako elektrolyt sa použil roztok základnej soli SbF₃, ktorý sa pri anodickom rozpúšťaní uvedenej zliatiny znečisťoval Cu, Bi a As. Tieto nečistoty sa kombináciou elektrolytic-

kého a cementačného zrážania odstraňovali. Základný elektrolyt mal zloženie: 98,2 g.l⁻¹ Sb, 245 g.l⁻¹ H₂SO₄ a 17,4 g.l⁻¹ HF. Anódy pre technológiu elektrolytickej rafinácie boli odliate z uvedenej zliatiny, katódy boli antikorové. Elektrolyzátor mal oddelené katódové priestory od anódového diafragmami. Katódová hustota prúdu bola 1,58 A.dm⁻². Čistý elektrolyt pritekal do katódových priestorov elektrolyzéra, anolyt s obsahom Cu, Bi a As zloženia

Sb	97,3 g.l ⁻¹
H ₂ SO ₄	245,4 g.l ⁻¹
HF	17 g.l ⁻¹
Cu	0,15 g.l ⁻¹
Bi	0,6 g.l ⁻¹
As	0,2 g.l ⁻¹

odteká z anódového priestoru rafinačného elektrolyzéra. Anolyt uvedeného zloženia sa rafinoval od elektropozitívnejších nečistôt na zrážacom elektrolyzéri, kde boli anódy z antimónu s hmotnostným obsahom 0,13 % Cu, 0,02 % Bi a 0,44 % As.

Katódy sa použili antikorové, hustota prúdu 0,05 A.dm⁻². Zároveň sa medzi elektródy zamiešaval práškový antimón predtým uvedeného zloženia. Kombináciou s postupom rafinácie elektrolytu sa koncentrácia elektropozitívnejších prvkov v elektrolyte znížila nasledovne:

Cu na 0,0002 g.l ⁻¹
Bi na 0,003 g.l ⁻¹
As na 0,08 g.l ⁻¹

Takýto elektrolyt sa privádzal znova do katódových priestorov rafinačného elektrolyzéra, čím sa zabezpečil uzavretý cyklus. Riešením sa získal zo spracovávanej antimónovej zliatiny vysoko čistý katódový kov, ktorý hmotnostne obsahoval 0,003 % Cu, 0,005 % Bi a 0,28 % As. Okrem tohoto hlavného výrobku sa získal na katódach v zrážacom elektrolyzéri, určenom pre rafináciu roztoku

solí SbF₃ produkt pre výrobu bizmutu s priemerným obsahom 54 % Bi.

Príklad 2

Do rafinačnej vane podľa obrázku 1, rozdelené na 8 častí, sa privádzal roztok obsahujúci

82 g.l ⁻¹	Sb
198 g.l ⁻¹	H ₂ SO ₄
16 g.l ⁻¹	HF
0,11 g.l ⁻¹	As
0,023 g.l ⁻¹	Cu
0,21 g.l ⁻¹	Bi

Anódy boli zhotovené z antimónovej zliatiny, katódy boli antikorové a miešadlá boli z polyvinylchloridu. Hustota prúdu na katódach bola 0,025 A.dm⁻².

Roztok odtekajúci z rafinačnej vane mal takúto zloženie:

82,4 g.l ⁻¹	Sb
198,1 g.l ⁻¹	H ₂ SO ₄
15,4 g.l ⁻¹	HF
0,03 g.l ⁻¹	As
0,0017 g.l ⁻¹	Cu
0,0054 g.l ⁻¹	Bi

Príklad 3

Do rafinačnej vane podľa obrázku rozdelené na šesť častí sa privádzal roztok obsahujúci

54,6 g.l ⁻¹	Ni
1,9 g.l ⁻¹	Cu

Anódy boli zhotovené z niklovej zliatiny, katódy boli antikorové a miešadlá boli z polyvinylchloridu. Hustota prúdu bola 0,020 A.dm⁻². Roztok odtekajúci z rafinačnej vane obsahoval

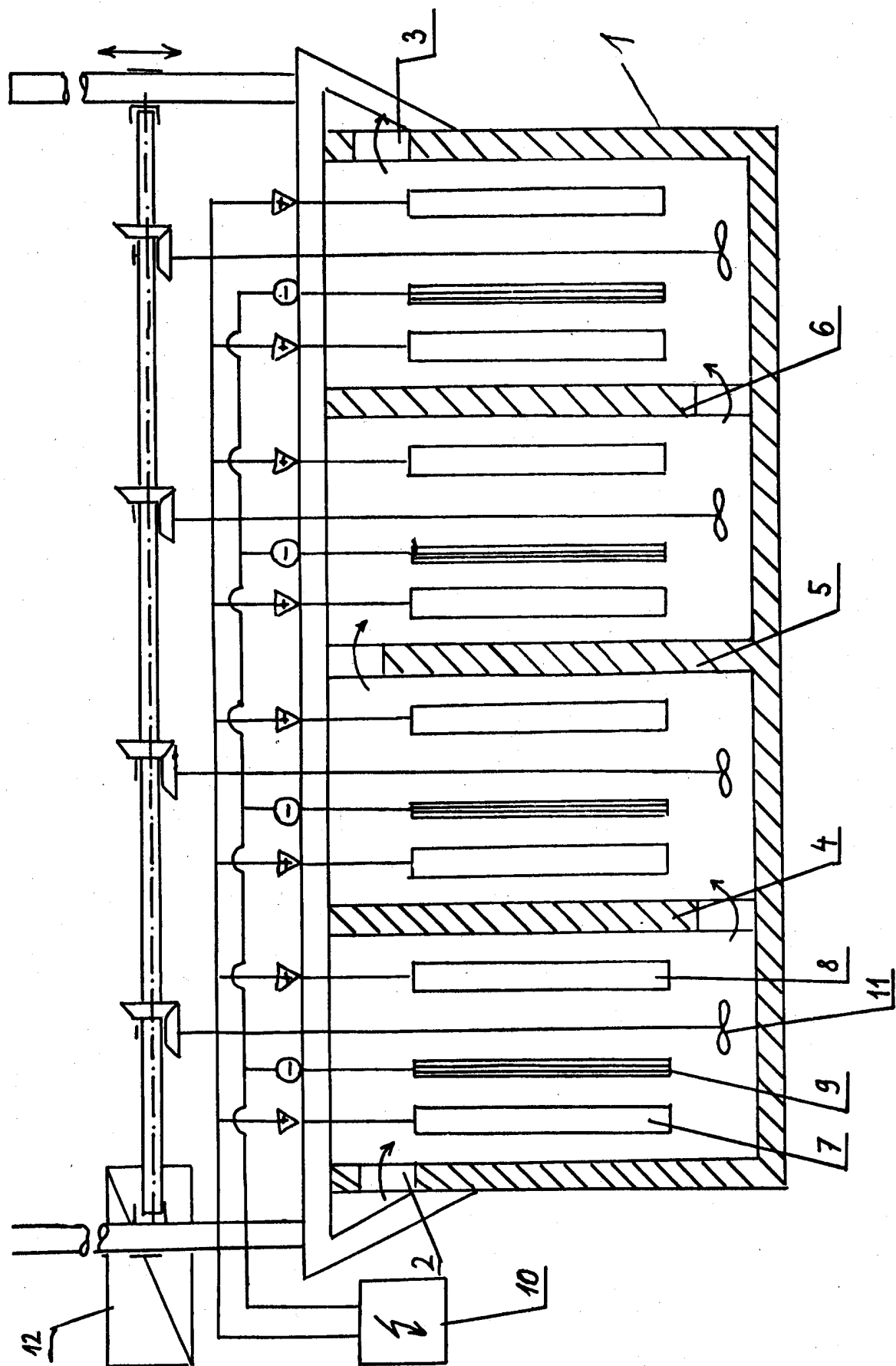
55 g.l ⁻¹	Ni
0,0019 g.l ⁻¹	Cu

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob rafinácie roztokov solí od elektropozitívnejších kovových nečistôt vyznačujúci sa tým, že roztok soli znečistený elektropozitívnejšími kovovými nečistotami sa elektrolyticky rafinuje pri nízkych hodnotách prúdu od 0,01 až do 0,8 A.dm⁻² za prídavku cementačného činidla, ktorým je kovový prášok z menej ušľachtileho kovu, ako sú kovové nečistoty odstraňované z roztoku solí.

2. Zariadenie na uskutočňovanie spôsobu ra-

finácie podľa bodu 1 pozostávajúce z rafinačnej vane, opatrenej prívodom a odvodom, rozdelené na komory prepážkami s otvormi striedavo na dne a hladine rafinačnej vane vyznačujúce sa tým, že v každej komore, ktorých môže byť (n), keď (n) je 4 až 10, sú umiestnené dve anódy (7, 8) a katóda (9) napojené na zdroj jednosmerného prúdu (10), pričom v každej komore je miešadlo (11) poháňané a ovládané mechanizmom (12).



Obr. 1