



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)  
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)   
1-0023004

(51)<sup>7</sup> C22B 3/00, 30/02, C25C 1/22

(13) B

(21) 1-2018-00974

(22) 08.03.2018

(45) 25.02.2020 383

(43) 25.05.2018 362

(73) VIỆN KHOA HỌC VẬT LIỆU, VIỆN HÀN LÂM KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ VIỆT NAM (VN)

Viện Khoa học vật liệu, 18 Hoàng Quốc Việt, quận Cầu Giấy, thành phố Hà Nội

(72) Đào Ngọc Nhiệm (VN), Lưu Minh Đại (VN), Phạm Ngọc Chúc (VN), Đoàn Trung Dũng (VN), Nguyễn Thị Hà Chi (VN), Nguyễn Quang Bắc (VN), Dương Thị Lịm (VN)

(54) QUY TRÌNH THU HỒI ANTIMON TỪ NGUỒN ANTIMON

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình thu hồi antimon từ nguồn antimon bao gồm các bước:

(i) hòa tách nguồn antimon bằng dung dịch axit clohydric, lọc tách để thu được dung dịch muối antimon clorua;

(ii) tạo kết tủa antimon hydroxit từ dung dịch nêu trên;

(iii) bổ sung chất kết tủa antimon hydroxit vào dung dịch axit clohydric, pha loãng bằng nước để thu được dung dịch muối antimon clorua có nồng độ từ 0,08 đến 0,25M, điều chỉnh đến nồng độ  $[H^+]$  của dung dịch này nằm trong khoảng từ 3 đến 4M;

(iv) chiết dung dịch antimon clorua thu được ở bước (iii) bằng dung dịch tác nhân chiết là mono-2-etylhexyl (2-etylhexyl) phosphonat trong kerosen để thu được pha hữu cơ chứa antimon;

(v) rửa giải pha hữu cơ chứa antimon thu được ở bước (iv) bằng cách cho tiếp xúc với dung dịch axit HCl có nồng độ nằm trong khoảng từ 6 đến 9M, số bậc rửa giải nằm trong khoảng từ 1 đến 2, thu được pha nước chứa antimon; và

(vi) điện phân pha nước chứa antimon để thu được antimon kim loại.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế thuộc lĩnh vực luyện kim màu, cụ thể hơn sáng chế đề cập đến quy trình thu hồi kim loại antimon từ nguồn antimon nói chung, đặc biệt là quặng antimon nghèo và các nguồn chứa kim loại antimon, chẳng hạn như phế thải.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Antimon (Sb) là kim loại màu quan trọng làm nguyên liệu cho nhiều ngành công nghiệp như sản xuất vòng bi, trục máy, phụ tùng ô tô. Đặc biệt, antimon được sử dụng nhiều trong sản xuất các sườn cực acquy với lượng từ 10 đến 12% khối lượng của các sườn điện cực. Ngoài ra, trong lĩnh vực quốc phòng Sb được dùng để chế tạo vỏ lựu đạn, chất nổ và trong một số lĩnh vực khác như sản xuất cao su, thủy tinh, thuốc nhuộm, diêm, dây cáp, vật liệu bán dẫn cũng dùng các nguyên liệu chứa kim loại Sb.

Hiện nay, kim loại Sb có thể được tách bằng một số phương pháp khác nhau, trong đó có hai phương pháp thường được sử dụng trong thực tế là phương pháp hỏa luyện và phương pháp thủy luyện. Nhìn chung, các quy trình hỏa luyện thường được áp dụng có lợi khi quy mô sản xuất lớn và các quặng antimon phải khá giàu, việc xử lý các tinh quặng antimon – vàng được thực hiện bằng cách thiêu đốt ở nhiệt độ từ 1150 đến 1250°C. Tại các điểm mỏ nhỏ và vừa, quặng antimon nghèo và có trữ lượng vàng thấp thì việc áp dụng phương pháp hỏa luyện là tốn kém. Vì vậy, phương pháp thủy luyện đã và đang được nghiên cứu để làm giảm chi phí và tăng quy mô áp dụng tại các điểm mỏ vừa và nhỏ.

Việc nghiên cứu thu hồi các kim loại quý hiếm có giá trị kinh tế cao, cũng như antimon từ quặng và bã thải cũng đã được nghiên cứu mạnh mẽ trong những năm gần đây. Chi phí xử lý thường lớn do phải trải qua nhiều công đoạn làm giàu, tinh chế, do đó khó áp dụng trong thực tế.

Thông thường, việc sản xuất antimon từ tinh quặng theo phương pháp thủy luyện được tiến hành bằng cách hòa tách bằng axit, kết tủa để lọc tách và điện phân để thu hồi kim loại antimon, antimon thu được từ phương pháp này có độ tinh khiết không cao, thường là nhỏ hơn 95%, do đó cũng bị hạn chế khả năng ứng dụng và có giá trị kinh tế không cao.

Vì vậy, có nhu cầu về phương pháp thu hồi antimon từ các quặng nghèo, quặng phế thải và chất thải để tận thu nguồn kim loại màu quý này trong bối cảnh trữ lượng khoáng sản ngày càng cạn kiệt, đặc biệt là có nhu cầu với phương pháp thủy luyện có thể thu hồi antimon có độ tinh khiết cao, ít nhất là 99%.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Mục đích của sáng chế là khắc phục thiếu sót về độ tinh khiết của sản phẩm thu được từ phương pháp thủy luyện, mà độ giàu của nguyên liệu đầu vào giảm, từ đó mở rộng nguồn antimon đầu vào của quy trình thủy luyện.

Để đạt được mục đích trên, các tác giả sáng chế đã nghiên cứu đặc tính của kim loại antimon, từ đó tìm ra điều kiện quy trình tối ưu để hoàn thành sáng chế. Cụ thể, sáng chế đề xuất quy trình thu hồi antimon từ nguồn antimon bao gồm các bước:

(i) hòa tách nguồn antimon bằng dung dịch axit clohydric có nồng độ khoảng 6 – 8 M với tỷ lệ axit clohydric/quặng là từ 1/1 đến 6/1 (tính theo tỷ lệ khối lượng), lọc tách để thu được dung dịch muối antimon clorua;

(ii) bổ sung chất kiềm để làm trung hòa axit HCl trong dung dịch muối antimon clorua để làm tăng độ pH đến trị số từ 1 đến 1,5 để tạo ra chất kết tủa antimon hydroxit, sau đó lọc và rửa để thu được chất kết tủa antimon hydroxit có độ tinh khiết khoảng 90%;

(iii) bổ sung chất kết tủa antimon hydroxit thu được vào dung dịch axit clohydric, pha loãng bằng nước để thu được dung dịch muối antimon clorua có nồng độ từ 0,08 đến 0,25M, điều chỉnh nồng độ axit  $[H^+]$  của dung dịch này nằm trong khoảng từ 3 đến 4M;

(iv) chiết dung dịch antimon clorua thu được ở bước (iii) bằng dung dịch tác nhân chiết là mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat trong kerosen với tỷ lệ từ 1/1 đến 1/5 (tính theo tỷ lệ thể tích) để thu được pha hữu cơ chứa antimon;

(v) rửa giải pha hữu cơ chứa antimon thu được ở bước (iv) bằng cách cho tiếp xúc với dung dịch axit HCl có nồng độ nằm trong khoảng từ 6 đến 9M, số bậc rửa giải nằm trong khoảng từ 1 đến 2, thu được pha nước chứa antimon; và

(vi) điện phân pha nước chứa antimon để thu được antimon kim loại;

trong đó:

- lượng mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat trong kerosen nằm trong khoảng từ 15 đến 30% thể tích, và

- tỷ lệ thể tích của dung dịch antimon clorua/dung dịch tác nhân chiết nằm trong khoảng từ 1/1 đến 1/5.

Theo một phương án được ưu tiên, lượng mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat trong kerosen là 20% thể tích.

Theo một phương án được ưu tiên khác, tỷ lệ thể tích của dung dịch antimon clorua/dung dịch tác nhân chiết là 1/1.

Theo một phương án được ưu tiên nữa, ở bước (v), nồng độ dung dịch axit HCl là 6M và số bậc rửa giải là 2.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết hơn theo từng công đoạn và điều kiện thực hiện, cũng như theo các phương án được ưu tiên.

Trong sáng chế này, nguồn antimon được dùng là tất cả các nguồn chứa antimon, thích hợp để được hòa tách bằng axit clohydric, nguồn antimon này bao gồm quặng antimon nghèo, quặng antimon, phế thải chứa antimon như khung xương của acquy axit chì. Trong trường hợp, nguồn antimon là quặng antimon mà không thể trực tiếp hòa tách được bằng HCl thì nó được sơ chế bằng cách nung trong không khí để chuyển hóa thành dạng có thể hòa tan được bằng HCl.

Việc hòa tách nguồn antimon được thực hiện bằng cách nghiền nguồn antimon đến kích thước nhất định, phù hợp với quá trình hòa tách bằng axit clohydric, tốt nhất nguồn antimon được nghiền đến kích thước lọt sàng cỡ lỗ  $0,74\mu\text{m}$ . Kích thước lớn hơn sẽ làm tăng thời gian ngâm chiết. Cách thức hòa tách bất kỳ, hay còn gọi là thủy luyện đã được biết đến rộng rãi bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, tốt nhất nếu việc hòa tách được thực hiện bằng cách mô tả dưới đây.

Nồng độ dung dịch axit HCl nằm trong khoảng từ 2 đến 8M, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3 đến 6M để cân bằng giữa hiệu suất hòa tách và thời gian hòa tách, tốt nhất là 6M. Tỷ lệ khối lượng giữa dung dịch axit/nguồn antimon nằm trong khoảng từ 1/1 đến 6/1, tốt hơn là 2/1 đến 3/1, tốt nhất là 3/1. Thời gian hòa tách nằm trong khoảng từ 2 đến 8 giờ, tốt hơn là từ 4 đến 6 giờ, tốt nhất là 6 giờ.

Điều kiện hòa tách tối ưu nhất để đạt hiệu suất hòa tách tối đa, chu trình phản ứng thấp nhất khi nồng độ axit HCl là 6M, thời gian ngâm chiết 6 giờ, tỷ lệ khối lượng của axit/nguồn antimon là 3/1. Hiệu suất thu hồi antimon đạt từ 87 đến 89% với hàm lượng antimon trong nguồn antimon ban đầu khoảng 6,25%.

Kết thúc quá trình hòa tách, hỗn hợp được lọc tách để thu hồi được dung dịch muối antimon clorua. Việc lọc tách rắn lỏng được thực hiện theo phương thức bất kỳ đã được biết rõ, tốt hơn là sử dụng máy lọc khung bản.

Dung dịch muối antimon clorua thu được ở trên được bổ sung từ từ chất kiềm, tốt nhất là  $\text{NH}_4\text{OH}$  hoặc  $\text{NaOH}$  để tăng độ pH của dung dịch đến độ pH từ 1 đến 1,5, tốt hơn là đến 1 để thực hiện quá trình kết tủa  $\text{Sb}(\text{OH})_3$ . Việc kết tủa này nhằm tăng độ tinh khiết của antimon hydroxit. Lượng axit HCl còn dư sẽ tiếp tục được quay vòng về bước hòa tách, giúp tận dụng lượng axit dư, giảm tác động đến môi trường.

Antimon hydroxit thu được ở trên được rửa sạch bằng nước đến trung tính, theo khảo sát, độ tinh khiết của nó khoảng 90%. Độ tinh khiết này chưa đủ để ứng

dụng nó vào sản xuất antimon kim loại có phẩm cấp cao. Chính vì vậy, việc tinh chế tiếp theo bằng cách chiết lỏng lỏng được các tác giả đề xuất.

Để thực hiện việc chiết lỏng lỏng, antimon hydroxit thu được ở trên được hòa tách bằng dung dịch axit HCl với lượng vừa đủ hoặc lượng dư axit không quá 10% đương lượng theo lý thuyết, sau đó pha loãng bằng nước đến nồng độ nằm trong khoảng từ 0,08 đến 0,25M. Nồng độ antimon clorua bắt buộc phải nằm trong khoảng giá trị nêu trên để tối ưu hóa quá trình chiết lỏng lỏng.

Tốt nhất là, độ pH của dung dịch chuẩn bị để chiết cũng được điều chỉnh đến nồng độ axit  $[H^+]$  nằm trong khoảng 3 đến 4M. Do nồng độ axit quyết định trực tiếp khả năng tạo phức của antimon với pha hữu cơ, nếu nằm ngoài khoảng nêu trên thì hiệu suất chiết rất thấp.

Tác nhân chiết được sử dụng là mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat. Do tác nhân này có độ nhớt lớn nên thường được pha loãng trong dung môi hữu cơ, tốt nhất là trong kerosen do nó có giá rẻ, ít độc hại. Lượng mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat trong kerosen nằm trong khoảng từ 15 đến 30% thể tích. Lượng lớn hơn 30% không được ưu tiên do pha hữu cơ sẽ có độ nhớt, lượng nhỏ hơn 15% sẽ làm giảm hiệu quả chiết tốt nhất là với lượng 20%. Pha hữu cơ là mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat trong kerosen được trộn với pha nước là dung dịch antimon clorua với tỷ lệ thể tích của dung dịch antimon clorua/dung dịch tác nhân chiết nằm trong khoảng từ 1/1 đến 1/5, thực hiện khuấy và phân tách hai pha để thực hiện việc chiết. Lúc này, muối antimon sẽ di chuyển từ pha nước vào pha hữu cơ. Tách lấy pha hữu cơ chứa antimon và thực hiện rửa giải bằng axit HCl để thu hồi dung dịch nước chứa antimon clorua có độ tinh khiết cao.

Thực hiện rửa giải bằng cách bổ sung dung dịch axit HCl có nồng độ nằm trong khoảng từ 6 đến 9M vào pha hữu cơ, số bậc rửa giải nằm trong khoảng từ 1 đến 2, thu được pha nước chứa antimon.

Việc chiết và giải chiết lỏng lỏng thường xảy ra ngay lập tức khi các pha tiếp xúc nhau, tuy nhiên, thời gian tiếp xúc cũng cần không chế ít nhất vài phút, tốt hơn là khoảng 5 phút.

Thực hiện điện phân hoặc phương pháp bất kỳ đã biết để thu được antimon kim loại. Antimon kim loại thu được có độ tinh khiết khoảng trên 99,5%.

Theo một phương án khác, thay vì điện phân để thu được kim loại Sb, có thể thực hiện quá trình kết tủa, nung để thu Sb dưới dạng oxit hoặc hydroxit có độ tinh khiết cao.

Theo một phương án được ưu tiên, lượng mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat trong kerosen là 20% thể tích.

Theo một phương án được ưu tiên, tỷ lệ thể tích của dung dịch antimon clorua/dung dịch tác nhân chiết là 1/1.

Theo một phương án được ưu tiên, ở bước rửa giải, nồng độ dung dịch axit HCl là 6M và số bậc rửa giải là 2.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Ví dụ 1: Quy trình sản xuất Sb từ quặng antimon

5Kg bột quặng antimon sulfua ở Tân Lạc, Hòa Bình có hàm lượng antimon là 6,65%, đã được nghiền tới kích thước hạt  $< 0,74\mu\text{m}$ , được nung ở nhiệt độ  $600^{\circ}\text{C}$  trong 3 giờ để tạo thành antimon oxit, sau đó được hòa tách bằng 15kg dung dịch axit HCl 6M, trong thời gian 6 giờ, lọc tách để thu hồi được dung dịch antimon clorua ( $\text{SbCl}_3$ ). Bổ sung từ từ  $\text{NH}_4\text{OH}$  loãng ( $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5M) vào dung dịch  $\text{SbCl}_3$  này cho đến khi độ pH = 1 để tạo thành kết tủa  $\text{Sb}(\text{OH})_3$ , tiến hành lọc rửa kết tủa cho đến khi độ pH = 7 thì dừng lại. Kết tủa thu hồi có chọn lọc  $\text{Sb}(\text{OH})_3$ , tiến hành lọc để thu hồi  $\text{Sb}(\text{OH})_3$  có độ sạch  $\geq 90\%$ .

Hòa tan chất kết tủa  $\text{Sb}(\text{OH})_3$  bằng 1,95 lít HCl 5M để tạo thành dung dịch  $\text{SbCl}_3$ . Điều chỉnh nồng độ axit HCl trong dung dịch  $\text{SbCl}_3$  về nồng độ axit HCl 3 M bằng 30 ml dung dịch  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5M.

Chiết antimon bằng tác nhân chiết PC88A 20% trong dung môi dầu hỏa. Sử dụng hệ thiết bị chiết liên tục ngược dòng để chiết và thu hồi antimon, với thiết bị chiết liên tục gồm 2 bậc chiết và một bậc giải chiết bằng dung dịch HCl 6 M (với lượng dung dịch HCl/chất hữu cơ chứa antimon là 1/1), dung dịch antimon sau khi chiết có độ sạch  $\geq 99,50\%$ . Từ dung dịch antimon có độ sạch trên 99,50% tiến hành điện phân để thu hồi kim loại antimon có độ sạch trên 99,90%, thu được 0,31kg kim loại antimon có độ sạch trên 99,90% từ 5 kg nguyên liệu nêu trên.

Ví dụ 2: ảnh hưởng của nồng độ axit trong dung dịch antimon clorua đến hiệu suất thu hồi Sb bằng tác nhân chiết PC88A

Để khảo sát điều kiện tối ưu cho quá trình chiết hữu cơ lỏng lỏng. Dung dịch antimon clorua thu được từ bước hòa tách antimon hydroxit được sử dụng để thực hiện các ví dụ khảo sát dưới đây. Tác nhân chiết là mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat là PC88A có bán sẵn trên thị trường.

Nồng độ axit ảnh hưởng lớn đến khả năng chiết của các nguyên tố hóa học. Sự tạo phức của các tác nhân với các kim loại cần chiết và làm sạch phụ thuộc rất lớn vào nồng độ axit  $[H^+]$ . Nồng độ axit càng cao thì sự tạo phức của Sb với tác nhân chiết càng thấp, do vậy việc nghiên cứu lựa chọn nồng độ axit thích hợp để làm tăng hệ số phân bố trong quá trình chiết Sb là rất cần thiết.

Các điều kiện khảo sát được tổng hợp trong Bảng 1 dưới đây:



Bảng 1: Sự phụ thuộc của hệ số phân bố vào nồng độ axit

TT	Nồng độ ban đầu $C_0$ (M)	$[H^+]$	Tác nhân chiết	Thời gian chiết	Nồng độ Sb trong pha nước	Nồng độ Sb trong pha hữu cơ	Hệ số phân bố D
1	0,1	1	20%	5	0,084	0,016	0,19
2	0,1	2	20%	5	0,064	0,036	0,56
3	0,1	3	20%	5	0,04	0,06	1,50
4	0,1	4	20%	5	0,044	0,056	1,27
5	0,1	5	20%	5	0,048	0,052	1,08

Như được thể hiện trong Bảng 1, thấy rằng hệ số phân bố phụ thuộc rất lớn vào nồng độ axit. Khi  $[H^+] = 1$  thì hệ số phân bố thấp nhất, điều này cho thấy sự phân pha kém hơn. Ở độ  $[H^+] = 3$  thì hệ số phân bố là lớn nhất cho thấy khả năng phân pha tốt. Các điều kiện  $[H^+]$  khác cho hệ số phân bố nhỏ hơn. Vì vậy khả năng chiết Sb lên pha hữu cơ cao nhất ở  $[H^+] = 3-4$ , tốt nhất là bằng 3. Lưu ý rằng, trong quá trình chiết lỏng lỏng thì hệ số phân bố ít nhất phải lớn hơn 1 thì mới đem lại hiệu quả trong thực tế sản xuất.

Ví dụ 3: ảnh hưởng của nồng độ Sb đến hiệu suất thu hồi Sb bằng tác nhân chiết PC88A

Nồng độ Sb đầu vào là một trong các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu suất thu hồi Sb. Các dung dịch có nồng độ Sb từ 0,05; 0,1; 0,25; 0,5; 0,75M lần lượt được chiết với tỷ lệ pha nước/pha hữu cơ là 1/1, kết quả thu được trong Bảng 2 dưới đây:

Bảng 2: kết quả sự phụ thuộc của hệ số phân bố vào nồng độ Sb

Nồng độ Sb (M)	% tác nhân chiết trong kerosen	Thời gian chiết (phút)	Nồng độ Sb trong pha nước	Nồng độ Sb trong pha hữu cơ	Hệ số phân bố D
0,05	20%	5	0,01	0,04	4,00
0,10	20%	5	0,04	0,06	1,50
0,25	20%	5	0,11	0,14	1,27
0,50	20%	5	0,27	0,23	0,85
0,75	20%	5	0,508	0,24	0,48

Từ Bảng 2 thấy rằng, khi tăng nồng độ từ 0,05 đến 0,75M thì hệ số phân bố của Sb giảm dần từ 6,14 đến 0,48. Như vậy, nồng độ Sb trong dung dịch ban đầu cần nằm trong khoảng từ 0,08 đến 0,25M.

Ví dụ 4: ảnh hưởng của tỷ lệ tác nhân chiết/dung môi đến hiệu suất thu hồi Sb bằng tác nhân chiết PC88A

Khả năng chiết Sb của phụ thuộc vào % tác nhân chiết, khảo sát % tác nhân chiết để lựa chọn được tỷ lệ tác nhân/dung môi thích hợp để tránh lãng phí và thu được hiệu suất thu hồi Sb là lớn nhất.

Bảng 3: Sự phụ thuộc của hệ số phân bố vào % tác nhân chiết PC88A

TT	Nồng độ Sb đầu $C_0$ (M)	% tác nhân chiết trong dung môi	Nồng độ Sb còn lại trong pha nước	Nồng độ Sb trong pha hữu cơ	Hệ số phân bố D
1	0,10	10	0,052	0,048	0,92
2	0,10	20	0,04	0,06	1,50
3	0,10	30	0,032	0,068	2,13
4	0,10	50	0,016	0,084	5,25

Như được thể hiện trong Bảng 3, khi tăng % tác nhân chiết thì hệ số phân bố tăng, điều này được giải thích là do khi tăng % tác nhân chiết thì làm tăng khả năng tạo phức giữa Sb với tác nhân chiết. Tuy nhiên, khi tăng % chiết quá cao thì độ nhớt tăng gây khó khăn trong quá trình vận hành thiết bị. Vì vậy, % tác nhân chiết tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 30%, tốt hơn là 20%.

Ví dụ 5: ảnh hưởng của nồng độ axit rửa giải đến khả năng giải chiết Sb

Tiến hành thí nghiệm với nồng độ Sb ban đầu là 0,10M, lắc chiết sau 5 phút, giải chiết bằng các nồng độ axit khác nhau thu được kết quả nêu trong Bảng 4.

Bảng 4: kết quả giải chiết bằng các nồng độ axit khác nhau

TT	Nồng độ ban đầu trong pha hữu cơ (M)	% tác nhân chiết trong kerosen	Nồng độ axit rửa giải (M)	Rửa giải lần 1 Nồng độ Sb trong pha nước	Rửa giải lần 2 Nồng độ Sb trong pha nước
1	0,06	20	6	0,050	0,009
2	0,06	20	7	0,058	<0,001
3	0,06	20	8	0,058	<0,001
4	0,06	20	9	0,058	<0,001

Từ bảng 4 có thể nhận thấy rằng nồng độ axit cao thì khả năng giải chiết nhanh hơn, với nồng độ axit HCl từ 7 đến 9 M thì hiệu suất rửa giải đạt 96,7 đến 99% sau 1 lần rửa giải. Nồng độ axit HCl là 6M thì sau 2 lần rửa giải hiệu suất thu hồi Sb đạt 99%. Như vậy, nồng độ axit rửa giải nên nằm trong khoảng từ 6 đến 9M, số bậc rửa giải nằm trong khoảng từ 1 đến 2, tốt hơn là nồng độ axit HCl rửa giải là 6M, số bậc rửa giải là 2.

**Hiệu quả đạt được của sáng chế****Bảng 5: Chi phí cho 1 tấn sản phẩm kim loại antimon có độ sạch 99,99%**

STT	Các khoản chi	Thành tiền (triệu đồng)
1	Quặng antimon sulfua	1,2
2	Dung dịch HCl	8,4
3	NH <sub>4</sub> OH	9,3
4	PC88A	22,76
6	Dầu hỏa	78
7	Năng lượng và vật tư lẻ tiêu hao	2,22
8	Khoán công	3,5
Tổng cộng		125,38

Giá thành 1 tấn sản phẩm kim loại antimon tại phân xưởng: 125,38 triệu đồng

Quản lý phí: 25,076 triệu đồng

Tổng giá thành của 1 tấn vật liệu thành phẩm: 150,456 triệu đồng

Giá gốc antimon có độ sạch thấp hơn, 99,8%, do Công ty CP Tập đoàn Khoáng sản và Thương mại VQB sản xuất là khoảng 182,080 triệu/tấn. Như vậy, antimon thu được bằng quy trình của sáng chế có độ sạch cao hơn, chi phí sản xuất thấp hơn quy trình hiện có.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình thu hồi antimon từ nguồn antimon bao gồm các bước:

(i) hòa tách nguồn antimon bằng dung dịch axit clohydric có nồng độ khoảng 6 – 8 M với tỷ lệ axit clohydric/quặng là từ 1/1 đến 6/1 (tính theo tỷ lệ khối lượng), lọc tách để thu được dung dịch muối antimon clorua;

(ii) bổ sung chất kiềm để làm trung hòa axit HCl trong dung dịch muối antimon clorua để làm tăng độ pH đến trị số từ 1 đến 1,5 để tạo ra chất kết tủa antimon hydroxit, sau đó lọc và rửa để thu được chất kết tủa antimon hydroxit có độ tinh khiết khoảng 90%;

(iii) bổ sung chất kết tủa antimon hydroxit thu được vào dung dịch axit clohydric, pha loãng bằng nước để thu được dung dịch muối antimon clorua có nồng độ từ 0,08 đến 0,25M, điều chỉnh nồng độ axit  $[H^+]$  của dung dịch này nằm trong khoảng từ 3 đến 4M;

(iv) chiết dung dịch antimon clorua thu được ở bước (iii) bằng dung dịch tác nhân chiết là mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat trong kerosen với tỷ lệ từ 1/1 đến 1/5 (tính theo tỷ lệ thể tích) để thu được pha hữu cơ chứa antimon;

(v) rửa giải pha hữu cơ chứa antimon thu được ở bước (iv) bằng cách cho tiếp xúc với dung dịch axit HCl có nồng độ nằm trong khoảng từ 6 đến 9M, số bậc rửa giải nằm trong khoảng từ 1 đến 2, thu được pha nước chứa antimon; và

(vi) điện phân pha nước chứa antimon để thu được antimon kim loại;  
trong đó:

- lượng mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat trong kerosen nằm trong khoảng từ 15 đến 30% thể tích, và

- tỷ lệ thể tích của dung dịch antimon clorua/dung dịch tác nhân chiết nằm trong khoảng từ 1/1 đến 1/5.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó lượng mono-2-ethylhexyl (2-ethylhexyl) phosphonat trong kerosen là 20% thể tích.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ thể tích của dung dịch antimon clorua/dung dịch tác nhân chiết là 1/1.
4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 3, trong đó ở bước (v), nồng độ dung dịch axit HCl là 6M và số bậc rửa giải là 2.