

POUŽITIE ZÁSADITÝCH ROZTOKOV PRI LÚHOVANÍ ANTIMONITU

EMÍLIA SMINČÁKOVÁ a DAGMAR REMETEOVÁ

Katedra chémie, Hutnícka fakulta, Technická univerzita, Letná 9, 042 00 Košice, Slovenská republika
emilia.smincakova@tuke.sk, dagmar.remeteiova@tuke.sk

Došlo 28.6.05, prepracované 16.3.06, prijaté 30.3.06.

Kľúčové slová: lúhovanie, antimonit, výťažnosti antimónu

Úvod

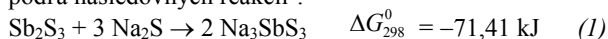
Pri lúhovaní sulfidických rúd antimónu sa používajú dve najbežnejšie činidlá, a to zásaditý roztok Na_2S a kyselina chlorovodíková. Z nich sulfidické lúhovanie prevažuje, pretože ponúka vysoký stupeň selektívnej separácie Sb od ostatných prvkov. Zásaditý roztok Na_2S pôsobí ako univerzálne rozpúšťadlo pre väčšinu zlúčenín antimónu. Naopak, väčšina kovov je značne nerozpustná v tomto roztoku. Výnimkou sú arzén, cín¹ a ortuť^{1,2}. Priemyselne sa zásadité sulfidické lúhovanie používa v prevádzkach v Rusku, Číne a v USA^{3–6}.

K známym zlúčeninám Sb_2S_3 a Na_2S patria⁷: NaSbS_2 , Na_3SbS_3 , $\text{Na}_6\text{Sb}_2\text{S}_6$, $\text{Na}_4\text{Sb}_2\text{S}_5$, $\text{Na}_6\text{Sb}_4\text{S}_7$, $\text{Na}_2\text{Sb}_2\text{S}_4$ a $\text{Na}_2\text{Sb}_4\text{S}_7$. Vo vode stále zlúčeniny budú prechádzať do roztoku len po interakcii s rozpúšťadlom a za vzniku rozpustných zlúčenín. Oxidy antimónu, Sb_2S_3 , antimonitan trisodný a antimoničnan trisodný sú prakticky vo vode nerozpustné. Preto na uskutočnenie lúhovania takýchto zlúčenín antimónu v Na_2S roztokoch je potrebné najprv vytvoriť podmienky pre vznik vo vode rozpustných zlúčenín. Rozpustnosť solí antimónu vo vode klesá v poradí⁸: $\text{Na}_3\text{SbS}_3 > \text{Na}_3\text{SbS}_4 > \text{NaSbSO} > \text{Na}_3\text{SbO}_3 > \text{NaSbS}_2 > \text{Na}_3\text{SbO}_4$.

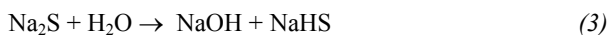
V roztoku Na_2S rozpustnosti klesajú v poradí: $\text{Na}_3\text{SbS}_3 > \text{Na}_3\text{SbS}_4 > \text{NaSbSO} > \text{NaSbS}_2 > \text{Na}_3\text{SbO}_3 > \text{Na}_3\text{SbO}_4$.

Z uvedeného poradia rozpustností rôznych solí antimónu je možné predpokladať, že Na_3SbS_3 je zrejme dôležitým konečným produktom alkalického lúhovania oxidu a sulfidu antimonitného v roztoku Na_2S .

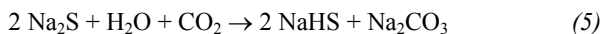
Rozpúšťanie Sb_2S_3 v roztoku Na_2S prebieha hlavne podľa nasledovných reakcií⁸:



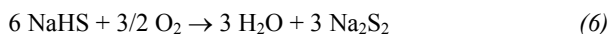
Nakoľko Na_2S podlieha silnej hydrolyze:



a okrem toho roztok Na_2S reaguje aj so vzdušným kyslíkom a oxidom uhličitým podľa reakcií:



potom produkt hydrolyzy NaHS bude ďalej oxidovaný za vzniku Na_2S_2 a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:



Výskum podľa literatúry⁹ ukázal, že pridanie určitého množstva NaOH do lúhovacieho roztoku môže potlačiť hydrolyzu Na_2S a oxidáciu NaHS. Množstvo vzniknutého tiosíranu disodného vzrastá s rastúcou koncentráciou Na_2S a klesá s koncentráciou NaOH. To vysvetľuje užitočnosť pridávania vhodného množstva NaOH do lúhovacieho roztoku za účelom potlačenia hydrolyzy Na_2S a oxidácie Na_2S v roztoku a použitia zmiešaného roztoku $\text{Na}_2\text{S} + \text{NaOH}$ ako lúhovacieho média.

Z vyššie uvedeného vyplynulo, že je potrebné experimentálne zistiť optimálny pomer Na_2S a NaOH v zmiešanom lúhovacom roztoku pre vzorku antimonitu.

Experimentálna časť

Za účelom identifikácie fázového zloženia vzoriek antimonitu pred a po lúhovaní v roztoku (1 % $\text{Na}_2\text{S} + 1$ % NaOH) sa realizovalo meranie röntgenovou difrakčnou fázovou analýzou na difraktometri DRON 2.0 s goniometrom GUR-5 (Rusko) za nasledovných podmienok: rádiácia CuK_α , napätie 36 kV, prúd 20 mA a rýchlosť goniometra 1° min^{-1} . Citlivosť röntgenovej difrakčnej fázovej analýzy závisí od difrakčnej mohutnosti vzorky, štandardne je to 1000 imp s^{-1} , meraný rozsah je volený podľa požiadaviek, štandardne 10–100 2θ .

Vzorka prírodného antimonitu bola upravovaná drvením a mletím. Následným sitovaním boli získané viaceré frakcie zrn a v experimentálnej časti boli použité vzorky dvoch zrnitostných tried od 0,18 mm do 0,25 mm a od 0,25 mm do 0,5 mm. Percentuálne obsahy (hmotnostné %) Sb, SiO_2 , Zn a Fe pre tieto dve vybrané zrnitostné triedy sú uvedené v tabuľke I. Okrem zložiek, ktoré sú uvedené v tejto tabuľke, boli stanovené vo východiskovej vzorke po jej rozklade tavením s taviacou

Tabuľka I
Percentuálny obsah Sb, SiO_2 , Fe a Zn vo vzorkách antimonitu pred lúhovaním

Zrnitostná trieda [mm]	Zloženie [hm.%]			
	Sb	SiO_2	Fe	Zn
0,25–0,5	34,76	33,13	1,12	1,030
0,18–0,25	29,70	44,18	1,01	0,860

zmesou peroxidu vodíka a uhličitanu sodného v muflovej peci pri teplote 800 °C a rozpustením vytavenej vzorky v kyseline chlorovodíkovej zriedenej v pomere 1:1, metódou plameňovej atómovej absorpčnej spektrometrie aj tieto prvky: Ca, S, Al, Mg, Cu, Ti, Mn, Sn, Ni a Ag. Arzén a bizmut boli stanovené metódou hydridovej generácie. Na stanovenie Hg bola použitá metóda generovania studených pár.

Návažok vzorky bol 0,4 g. Na experimenty bol použitý sklenený reaktor o objeme 250 cm³. Lúhovacím médiom boli zmiešané roztoky Na₂S + NaOH a roztoky NaOH s nasledovným zložením vyjadreným v hmotnostných percentách: 0,5 % Na₂S + 0,5 % NaOH, 0,5 % NaOH, 1 % Na₂S + 1 % NaOH, 1 % NaOH, 2 % Na₂S + 2 % NaOH a 2 % NaOH o objeme 200 cm³. Pri sledovaní vplyvu pomeru Na₂S k NaOH na výťažnosť Sb boli použité zmiešané lúhovacie roztoky so zložením 2 % Na₂S + 0,5 % NaOH a 0,5 % Na₂S + 2 % NaOH. Miešanie vzorky antimonitu v lúhovacom roztoku bolo zabezpečené skleneným miešadlom s rýchlosťou otáčania 10 s⁻¹. Všetky experimenty boli uskutočnené pri teplote 292 K. V stanovených časových intervaloch boli odoberané vzorky, v ktorých bol stanovovaný obsah antimónu metódou atómovej absorpčnej spektrometrie s plameňovou atomizáciou na prístroji fy VARIAN model Spectr AA–20 Plus. Maximálna doba lúhovania bola 180 min pri použití roztokov so zložením 0,5 % Na₂S + 0,5 % NaOH a 0,5 % NaOH.

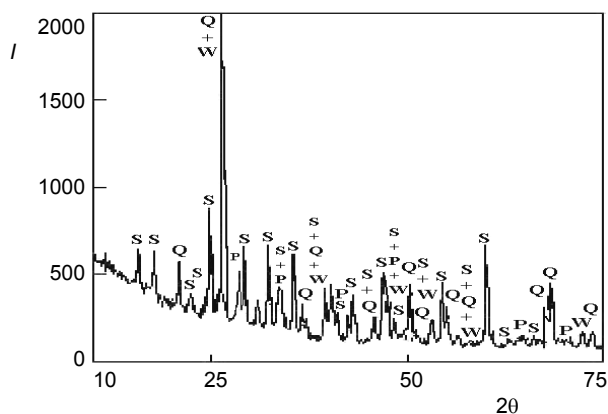
Výsledky a diskusia

Röntgenovou kvalitatívnou fázovou analýzou bola zistená vo vzorke prítomnosť antimonitu (Sb₂S₃), kremeňa (SiO₂), pyritu (FeS₂) a wurtzitu (ZnS), tak ako to vystihuje difraktogram na obr. 1 pre zrnitosťnú triedu 0,18–0,25 mm. Iný minerál, ktorý by obsahoval antimón, nebol zistený. Tuhý zvyšok po 60 minútovom lúhovaní v roztoku so zložením 1 % Na₂S + 1 % NaOH, pri teplote 292 K bol podrobený röntgenovej fázovej analýze a difraktogram je uvedený na obr. 2. Tento difraktogram svedčí o tom, že v tuhom zvyšku po hodinovom lúhovaní dominuje SiO₂, ďalej je prítomný FeS₂, ZnS a nevlúhovaný Sb₂S₃. Percentuálny obsah Sb, SiO₂, Zn a Fe v tuhom zvyšku po 60 minútovom lúhovaní v zmiešanom lúhovacom roztoku 1 % Na₂S + 1 % NaOH, pri teplote 292 K uvádza tabuľka II.

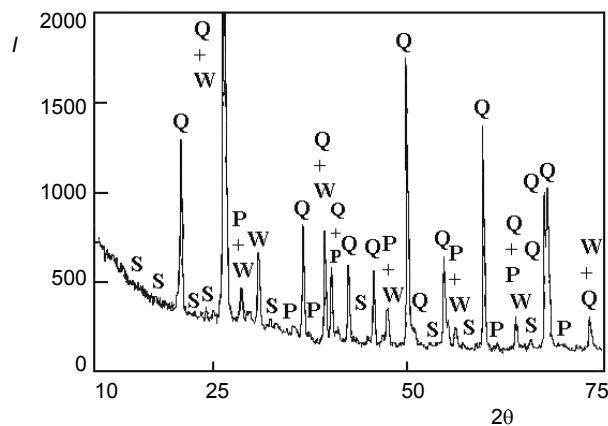
Tabuľka II

Percentuálny obsah Sb, SiO₂, Fe a Zn v tuhom zvyšku vzoriek antimonitu po 60 min lúhovania v lúhovacom roztoku so zložením (v hm.%) 1 % Na₂S + 1 % NaOH, pri teplote 292 K

Zrnitosťná trieda [mm]	Zloženie [hm.%]			
	Sb	SiO ₂	Fe	Zn
0,25–0,5	4,25	76,00	1,16	1,33
0,18–0,25	2,66	76,88	1,50	0,99



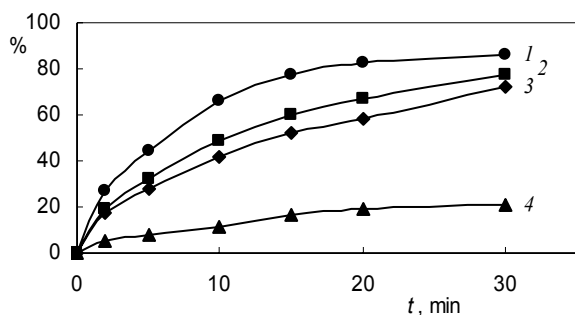
Obr. 1. Röntgenová difrakčná kvalitatívna analýza východiskovej vzorky antimonitu zrnitosťnej triedy od 0,18 do 0,25 mm, závislosť intenzity (*I*) od difrakčného uhla (2θ); S – antimonit, Q – kremeň, W – wurtzit, P – pyrit



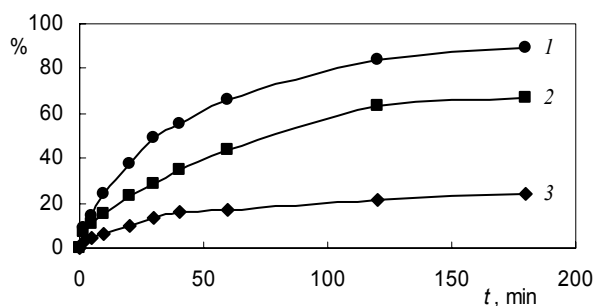
Obr. 2. Röntgenová difrakčná kvalitatívna analýza vzorky antimonitu zrnitosťnej triedy od 0,18 do 0,25 mm po 1 h lúhovania v roztoku 1 % Na₂S + 1 % NaOH, závislosť intenzity (*I*) od difrakčného uhla (2θ); S – antimonit, Q – kremeň, W – wurtzit, P – pyrit

Podobné difraktogramy, ako sú uvedené na obr. 1 a 2, boli zistené aj pre vzorku antimonitu zrnitosťnej triedy 0,25–0,5 mm. Percentuálne obsahy Sb, SiO₂, Zn a Fe tejto vzorky pred lúhovaním a po 60 minútach lúhovania sú uvedené v tabuľkách I a II. Tuhý zvyšok po lúhovaní bol vysušený, odvážený a po následnom prevedení do roztoku boli stanovené Sb, SiO₂, Zn a Fe metódou atómovej absorpčnej spektrometrie.

Optimálny pomer Na₂S a NaOH v zmiešanom lúhovacom roztoku bol experimentálne sledovaný pre vzorku antimonitu zrnitosťnej triedy od 0,25 do 0,5 mm. Namerané hodnoty výťažnosti antimónu v závislosti od doby lúhovania pri troch rôznych zvolených pomeroch Na₂S : NaOH, a to: 1 : 1 (2 % Na₂S + 2 % NaOH), 4 : 1 (2 % Na₂S + 0,5 % NaOH) a 1 : 4 (0,5 % Na₂S + 2 % NaOH), sú zobrazené na obr. 3. V tejto sérii pokusov bola sledovaná aj



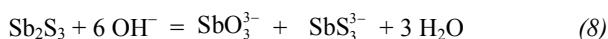
Obr. 3. Závislosť výtťažnosti Sb (%) od doby lúhovania (t) vo výluhoch pre rôzne zloženie lúhovacieho roztoku; 1 – 2 % Na_2S + 2 % NaOH , 2 – 2 % Na_2S + 0,5 % NaOH , 3 – 0,5 % Na_2S + 2 % NaOH , 4 – 2 % NaOH ; experimentálne podmienky: $T = 292 \text{ K}$, veľkosť častíc od 0,25 do 0,5 mm



Obr. 4. Závislosť výtťažnosti Sb (%) od doby lúhovania (t); 1 – 0,5 % Na_2S + 0,5 % NaOH a zrnitosťná trieda od 0,18 do 0,25 mm, 2 – 0,5 % Na_2S + 0,5 % NaOH a zrnitosťná trieda od 0,25 do 0,5 mm, 3 – 0,5 % NaOH a zrnitosťná trieda od 0,18 do 0,25 mm

výtťažnosť Sb v lúhovacom roztoku, ktorý obsahoval len NaOH , t.j. bez prítomnosti Na_2S . Z porovnania polohy kriviek na obr. 3 vyplýva, že najvyššie hodnoty dosiahli výtťažnosti Sb pri lúhovaní vzorky antimonitu v roztoku so zložením 2 % Na_2S + 2 % NaOH t.j. pri pomere $\text{Na}_2\text{S} : \text{NaOH} = 1 : 1$ v časovom intervale od 0 do 30 min, kedy výtťažnosť antimonu bola 86%. Pri použití lúhovacieho roztoku so zložením 2 % Na_2S + 0,5 % NaOH , t.j. pri pomere $\text{Na}_2\text{S} : \text{NaOH} = 4 : 1$ (viď polohu krivky 2 na obr. 3), sú dosiahnuté vyššie výtťažnosti Sb ako pri použití lúhovacieho roztoku so zložením 0,5 % Na_2S + 2 % NaOH , t.j. pri pomere $\text{Na}_2\text{S} : \text{NaOH} = 1 : 4$ (viď polohu krivky 3 na obr. 3), ale experimentálne bolo zistené, že po 60 min lúhovania dosiahli výtťažnosti približne rovnakú hodnotu, a to 84 %. To naznačuje, že NaOH slúži nielen na zabránenie hydrolyzy Na_2S , ale tiež ako náhrada za Na_2S pri jeho nedostatku v zmiešanom lúhovacom roztoku, čo je aj v súlade s literatúrou¹².

Experimentálne najnižšie výtťažnosti Sb boli zistené pri lúhovaní vzorky antimonitu v lúhovacom roztoku bez prítomnosti Na_2S , t.j. v 2 % NaOH . Po 30 min lúhovania v tomto roztoku bola dosiahnutá len 20% výtťažnosť Sb, čo je v súlade so závermi tých autorov^{10,11}, ktorí študovali lúhovanie anódových kalov s obsahom Sb v roztoku KOH . V alkalickejých hydroxidoch sa Sb_2S_3 rozpúšťa za vzniku antimonitanu a tioantimonitanu⁸:



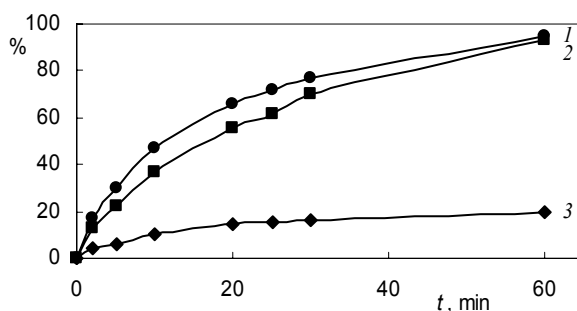
Príčinou nízkych výtťažností Sb za použitia roztoku NaOH je zrejme menšia rozpustnosť Na_3SbO_3 vo vode ako Na_3SbS_3 , ako je to uvedené v literárnom odkaze⁸.

Závislosti výtťažnosti antimonu od doby lúhovania pre zrnitosťné triedy s veľkosťou častíc od 0,18–0,25 mm a od 0,25–0,5 mm pri použití zmiešaného lúhovacieho roztoku so zložením 0,5 % Na_2S + 0,5 % NaOH a 0,5 % NaOH , teda bez prítomnosti Na_2S sú zobrazené na obr. 4.

Z porovnania polohy kriviek na obr. 4 vyplýva, že použitie roztoku obsahujúceho len NaOH je nevýhodné,

načkoľko hodnoty výtťažnosti Sb sú nízke oproti hodnotám dosiahnutým v zmiešanom lúhovacom roztoku ($\text{Na}_2\text{S} + \text{NaOH}$) vo všetkých časových intervaloch. Pri lúhovaní Sb_2S_3 v 0,5 % NaOH pri teplote 292 K dosahuje výtťažnosť antimonu po 3 h lúhovania hodnotu cca 24 %, ale pri použití lúhovacieho roztoku, ktorý obsahuje aj 0,5 % Na_2S je výtťažnosť už 89%. Z obr. 4 rovnako vyplýva, že výtťažnosti Sb pre jemnozrnejšiu frakciu dosahujú vyššie hodnoty ako pre frakciu hrubozrnejšiu vo všetkých časových intervaloch pri použití zmiešaného lúhovacieho roztoku so zložením 0,5 % Na_2S + 0,5 % NaOH a pri konštantnej teplote.

Vplyv veľkosti častíc na výtťažnosť Sb pri použití lúhovacieho roztoku 1 % Na_2S + 1 % NaOH pre časový interval od 0 min do 60 min je uvedený na obr. 5 a pri použití lúhovacieho roztoku so zložením 2 % Na_2S + 2 % NaOH na obr. 6 pre časový interval od 0 do 120 min. V tejto sérii pokusov bolo zistené, že pH roztokov so zložením 1 % Na_2S + 1 % NaOH sa nemení počas celej zvolenej doby lúhovania. Jeho nameraná hodnota bola pH 12,63.

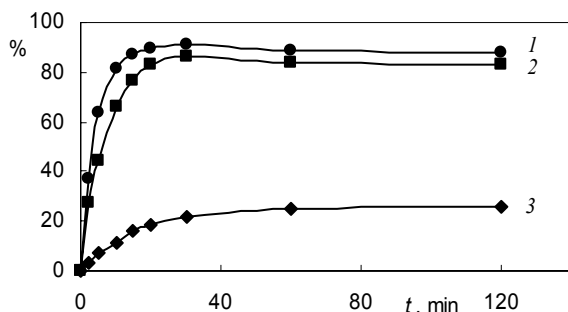


Obr. 5. Závislosť výtťažnosti Sb (hm. %) od doby lúhovania (t); 1 – 1 % Na_2S + 1 % NaOH a zrnitosťná trieda od 0,18 do 0,25 mm, 2 – 1 % Na_2S + 1 % NaOH a zrnitosťná trieda od 0,25 do 0,5 mm, 3 – 1 % NaOH a zrnitosťná trieda od 0,18 do 0,25 mm

Tabuľka III

Vplyv koncentrácie zmiešaného lúhovacieho roztoku na výťažnosť Sb pri teplote 292 K

Doba [min]	0,5 %NaOH + 0,5 %Na ₂ S	0,5 %NaOH + 0,5 %Na ₂ S	1 %NaOH + 1	1 %NaOH + 1	2 %NaOH + 2	2 %NaOH + 2
			%Na ₂ S	%Na ₂ S	%Na ₂ S	%Na ₂ S
			Zrnitostná trieda [mm]			
	0,25–0,5	0,18–0,25	0,25–0,5	0,18–0,25	0,25–0,5	0,18–0,25
Výťažnosť Sb [hm.%]						
2	7,3	8,8	12,4	17,4	27,1	37,1
5	10,6	14,4	22,4	30,1	44,1	64,1
10	15,4	24,0	36,9	46,7	65,8	81,6
20	23,6	37,8	50,7	65,4	83,0	89,9
30	28,4	49,5	69,7	77,1	86,0	90,9
60	44,1	65,8	93,5	94,5	83,6	88,5



Obr. 6. Závislosť výťažnosti Sb (%) od doby lúhovania (*t*); 1 – 2 % Na₂S + 2 % NaOH a zrnitosť trieda od 0,18 do 0,25 mm, 2 – 2 % Na₂S + 2 % NaOH a zrnitosť trieda od 0,25 do 0,5 mm, 3 – 2 % NaOH a zrnitosť trieda od 0,18 do 0,25 mm

Z kinetických závislostí uvedených na obr. 4, 5, 6 vyplýva, že so zmenšovaním sa začiatočného priemeru častíc antimonitu skracuje sa doba lúhovania antimonu za daných podmienok a črtajú sa dve možnosti praktického využitia:

- kratšia doba lúhovania pre menšie častice s tým, že vzrastú náklady na mletie, prípadne problémy s rýchlosťou usadzovania sa častíc pri oddeľovaní tuhej a kvapalnej fázy;
- dlhšia doba lúhovania pre väčšie častice, za daných podmienok (zloženie lúhovacieho roztoku).

Priaznivý vplyv rastúcej koncentrácie zmiešaného lúhovacieho roztoku (Na₂S + NaOH) na výťažnosť Sb pre zrnitosť triedu od 0,18 do 0,25 mm a pre zrnitosť triedu od 0,25 do 0,5 mm je uvedený v tabuľke III.

Výťažnosti antimonu zistené pri lúhovaní antimonitu v lúhovacom roztoku so zložením 2% Na₂S + 2 % NaOH vykazujú prudký rast do 30 min pre obe zrnitostné triedy. Po tejto dobe lúhovania dochádza k miernemu poklesu výťažnosti Sb, čo je pravdepodobne spôsobené:

- a) spätným vylučovaním Sb₂S₃, nakoľko vzniknuté komplexné ióny sú nestabilné a disociujú podľa reakcie:



- b) veľkým prebytkom Na₂S v lúhovacom roztoku (30násobok oproti teoreticky vypočítanému množstvu Na₂S), kedy nie je možné úplne zabrániť hydrolyze Na₂S pridaním NaOH do lúhovacieho roztoku. V roztoku je prebytok S²⁻ iónov, ktoré môžu reagovať:



Záver

Röntgenovou kvalitatívnou fázovou analýzou bola zistená okrem antimonitu (Sb₂S₃) aj prítomnosť kremeňa (SiO₂), pyritu (FeS₂) a wurtzitu (ZnS). Vzorka antimonitu zrnitostnej triedy (0,25–0,5 mm) obsahovala 34,76 hm.% Sb a zrnitostnej triedy (0,18–0,25 mm) 29,7 hm.% Sb. Obsah Sb v tuhom zvyšku po hodinovom lúhovaní antimonitu s priemerom častíc od 0,25 mm do 0,5 mm v roztoku so zložením 1 % Na₂S + 1 % NaOH bol cca 4 %. Pri lúhovaní jemnozrnejšej frakcie (0,18–0,25 mm) v rovnakom roztoku obsah antimonu bol ešte nižší, a to 2,6 %. V tuhom zvyšku bol kremeň, pyrit, wurtzit a nevy-lúhovaný antimonit.

Optimálny pomer Na₂S k NaOH v zmiešanom lúhovacom roztoku je rovný 1 : 1. Pri nedostatku Na₂S v lúhovacom roztoku (Na₂S + NaOH) pôsobí NaOH ako náhrada za Na₂S.

Lúhovanie antimonitu v roztoku, ktorý obsahuje len NaOH, je nevýhodné, nakoľko výťažnosti Sb sú nízke. Získané výsledky potvrdili priaznivý vplyv rastúcej koncentrácie zložiek zmiešaného lúhovacieho roztoku v intervale od 0,5 % Na₂S + 0,5 % NaOH do 2 % Na₂S + 2 % NaOH na výťažnosť antimonu.

LITERATÚRA

1. Anderson C. G., Krys L. E.: *Proc. SME-AIME Meeting, Hydrometallurgy-Fundamentals, Technology and Innovations*, str. 341–365. Littleton 1993.
2. Sminčáková E., Remeteiová D.: *Sborník přednášek z 21. ročníku konference Hutní analytika 2001*, (Ing. Václav Helán – 2 THETA, ed.), str. 150–153. Suchá Rudná, ČR 2001.
3. Ackerman J. B., Anderson C. G., Nordwick S. M., Krys L. E.: *Proc. SME-AIME Meeting Hydrometallurgy – Fundamentals, Technology and Innovations*, str. 477. Littleton 1993.
4. Nordwick S. M., Anderson C. G.: *Proc. SME-AIME Meeting Hydrometallurgy – Fundamentals, Technology and Innovations*, str. 1107. Littleton 1993.
5. Songqing Y., Bingkun G., Hanying J.: *Proc. of the Second international conference on Hydrometallurgy, ICHM '92, vol. 1, October 23–26 1992*, (International Academic Publishers, ed.), str. 163–168. Changsha, China 1992.
6. Ruirong Z., Hanying O. Y., Songqing Y.: *Proc. of the Second International Conference on Hydrometallurgy, ICHM '92, vol. 1, October 23–26 1992*, (International Academic Publishers, ed.), str. 47–51. Changsha, China 1992.
7. Arntson R. H., Dickson F. W., Tunell G.: *Science* 153, 1673–1674 (1966).
8. Tiancong Z., v kniže: *The Metallurgy of Antimony*. (Central South University of Technology Press). Changsa 1988.
9. Bajborodov P. P.: *Cvetnije metaly* 4, 26 (1978).
10. Fernández M. A., Segarra M., Esspiell F.: *Hydrometallurgy* 41, 255 (1996).
11. Tsesmaa H., Štofko M., Štofková M.: *Acta Metallurgica Slovaca* 4, 210 (1998).
12. Ubaldini S., Veglio F., Fornari P., Abbruzzese C.: *Hydrometallurgy* 57, 187 (2000).

E. Sminčáková and D. Remeteiová (*Department of Chemistry, Faculty of Metallurgy, Technical University, Košice, Slovakia*): **Application of Alkaline Solutions in Leaching of Stibnite**

Laboratory leaching tests of natural stibnite (containing Sb_2S_3 , SiO_2 , ZnS and FeS_2) with NaOH or $\text{NaOH} - \text{Na}_2\text{S}$ solution were carried out. Antimony recovery in NaOH leaching was lower than that with $\text{Na}_2\text{S} - \text{NaOH}$ solutions (1:1). A decrease in particle size led to higher antimony recovery.