



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

207297

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 14 03 80
(21) (PV 1779-80)

(40) Zveřejněno 15 09 80

(45) Vydáno 01 11 82

(51) Int. Cl.³
C 22 B 34/34

(75)

Autor vynálezu

KONRÁD VLADIMÍR ing. a BIČOVSKÝ KAREL ing.,
PRAHA

(54) Způsob vylučování molybdenu z vodných roztoků šestimocných kyslíkatých sloučenin molybdenu

Vynález se týká způsobu vylučování molybdenu z vodných roztoků šestimocných kyslíkatých sloučenin molybdenu, zejména z odpadních kyselin z elektrotechnického průmyslu, které obsahují rozpuštěný molybden.

Dosud se molybden získával z vodných roztoků a to zejména z kyselinových směsí, které jsou odpadem vznikajícím v elektrotechnickém průmyslu při výrobě wolframových spirál pro žárovky a žhavicí mřížky, ekonomicky i technicky náročnými způsoby. Nejběžnější způsob je redukce přítomných oxidačních látek, následovaná redukcí šestimocného molybdenu na čtyřmocný a vyloučení obtížně filtrovaného hydroxidu molybdeničitého úplnou neutralizací kyselin. Další používané způsoby, jako srážení molybdenanu železitého, nebo vápenatého, předpokládají rovněž úplnou neutralizaci kyseliny, nebo dokonce alkalické prostředí a v případě použití srážení vápenatou solí ruší sírany. V obou případech je získávání kyslíčnicku molybdenového jakožto požadovaného výsledného produktu, další obtížnou fází.

Výše uvedené nedostatky nemá způsob vylučování molybdenu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že z vodního roztoku, obsahujícího šestimocné kyslíkaté sloučeniny molybdenu se působením hexametylentetraminu v množství rovném 0,8 až 3-násobku hmotnosti molybdenu v roz-

toku při pH 1 až 6 vysráží polymolybdát hexametylentetraminu s molekulárním poměrem hexametylentetraminu k molybdenu 6 : 7 až 3 : 7 a s hmotn. obsahem 30 až 48 % molybdenu.

Výhodný je způsob vylučování molybdenu z odpadních směsí kyselin dusičné a sírové obsahující molybden prováděný tak, že se 1 litr směsi kyselin přidá do tříprocentního vodného roztoku hexametylentetraminu o minimálním objemu $V = 0,08 + 0,0026 \cdot M$, kdy M vyjadřuje obsah molybdenu v gramech na 1 litr kyselin. Dále se vzniklý roztok neutralizuje, na příklad hydroxidem amonným o objemové hmotnosti 890 kg/m³, až do zbytkové kyselosti odpovídající pH 2 až 3.

Zvláště výhodný je způsob vylučování molybdenu prováděný tak, že se polymolybdát hexametylentetraminu žíháním nejméně po dobu 15 minut při teplotě 400 až 470 °C převede na kyslíčnick molybdenový.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že suroviny potřebné k provádění způsobu jsou běžně dostupné a cenově výhodné. Způsob je ekonomicky výhodný, nebo při vylučování molybdenu není třeba neutralizovat veškerou kyselinu a přitom výtěžnost molybdenu z roztoku se pohybuje okolo 99 %. Získaný polymolybdát hexametylentetraminu je biologicky neškodná látka, která je ve vodě při kyselosti pH < 6 omezeně rozpustná (zhruba

207 297

0,1 gram na 1 litr vody) při biologických pochodech v půdě nebo živém organismu je však velmi dobře rozpustná. To umožňuje její přímé využití jak v hnojivech aplikovaných na podzim a účinných v následujícím vegetačním období, tak i v krmivech pro živočišnou výrobu. Pouhým vyžháním bez dalších chemických operací, lze získat z polymolybdátu hexametylentetraminu kysličník molybdenový, který je základní běžně užívanou surovinou pro průmyslové využití molybdenu.

Vynález je dále objasněn na jednom příkladu provedení.

Příklad

Molybdén byl vylučován z odpadní směsi kyselin, která byla předtím použita k rozpouštění molybdenových jader wolframových spirál při výrobě žárovek v elektrotechnickém závodě. Východí směs kyselin sestávala z 5 objemových dílů kyseliny dusičné o objemové hmot. 1390 kg/m^3 ,

3 objemových dílů kyseliny sírové o objemové hmot. 1840 kg/m^3 a 2 objemových dílů vody. Odpadní směs kyselin obsahovala 60 gramů molybdenu v 1 litru. V polopřevodní výrobě bylo k 2,5 litru třicetiprocentního vodního roztoku hexametylentetraminu přidáno za míchání 10 litrů výše uvedené odpadní směsi kyselin. Potom bylo do roztoku přidáno 11 litrů hydroxidu amonného o objemové hmotnosti 890 kg/m^3 přiváděním pod hladinu. Teplota roztoku vzrostla reakčním teplem na 90°C . Dále byla kapalina nad usazenými krystaly dekantována, krystaly byly převedeny na nuč a promyty 1 litrem vody. Množství získaného produktu odpovídalo hmotnosti 1270 gramů látky vysušené při 100°C do konstantní váhy. Hmotnostní obsah molybdenu v takto vysušeném polymolybdátu hexametylentetraminu byl 46,7 %, takže výtěžnost postupu byla 99 % vylučovaného molybdenu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob vylučování molybdenu z vodných roztoků šestimocných kyslíkatých sloučenin molybdenu, zejména z odpadních kyselin z elektrotechnického průmyslu, které obsahují molybdén, s vyloučením kyseliny fosforečné, vyznačený tím, že z vodného roztoku obsahujícího šestimocné kyslíkaté sloučeniny molybdenu se působením hexametylentetraminu v množství rovném 0,8 až 3-násobku hmotnosti molybdenu v roztoku při pH roztoku 1 až 6, vysráží polymolybdát hexametylentetraminu s molekulárním poměrem hexametylentetraminu k molybdenu 6 : 7 až 3 : 7 a hmotnostním obsahem 30 až 48 % molybdenu.

2. Způsob podle bodu 1, z odpadní směsi

kyseliny dusičné a sírové obsahující rozpustný molybdén, vyznačený tím, že se 1 litr směsi kyselin přidá do třicetiprocentního vodného roztoku hexametylentetraminu o minimálním objemu $V = 0,08 + 0,0026 \cdot M$, kde M vyjadřuje obsah molybdenu v gramech na 1 litr směsi kyselin a dále se vzniklý roztok neutralizuje, na příklad hydroxidem amonným o objemové hmotnosti 890 kg/m^3 , až do zbytkové kyselosti odpovídající pH 2 až 3.

3. Způsob podle bodu 1 a 2 vyznačený tím, že polymolybdát hexametylentetraminu se žháním nejméně po dobu 15 minut při teplotě 400 až 470°C převede na kysličník molybdenový.