



Ausschliessungspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

202 278

Int.Cl.³

3(51) C 01 G 31/02

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP C 01 G/ 2425 090
(31) 106737

(22) 13.08.82
(32) 26.12.79

(44) 07.09.83
(33) US

(71) siehe (73)
(72) GARDNER, HARRY E.; US;
(73) UNION CARBIDE CORPORATION; NEW YORK, US
(74) IPB (INTERNATIONALES PATENTBUERO BERLIN) 60636/18/37/39 1020 BERLIN WALLSTR. 23/24

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON VANADYLHYDRAT**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vanadylhydrat. Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung eines einfachen, wirtschaftlichen und kontinuierlich arbeitenden Verfahrens. Erfindungsgemäß wird eine Vanadationen enthaltende Lösung, die durch Auslaugen von aufbereiteten Vanadiumerzen erhalten wurde, durch Zusatz von Schwefeldioxid und einer nicht-oxydierenden Säure reduziert. Die nunmehr Vanadylionen enthaltende Lösung wird einer Lösungsmittelextraktion unterworfen, vorzugsweise in einer Gegenstrom-Extraktionsanlage mit mindestens 2 Stufen und unter Verwendung eines organischen Lösungsmittelgemisches aus Di-2-äthyl-hexylphosphorsäure oder Heptadecylphosphorsäure und Isodecanol und Leichtöl. Durch Zusatz von Ammoniak wird das Vanadylion aus dem Lösungsmittelgemisch als Vanadylhydrat abgeschieden und abgetrennt. Fig. 1

242509 0

- 1 -

1.4.1982

60 636 18

Ausscheidungsanmel

aus

AP C 01 G / 226 537

Verfahren zur Herstellung von Vanadylhydrat

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vanadylhydrat durch Lösungsmittelextraktion mit Abtreibverfahren.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Der der Erfindung am nächsten liegende Stand der Technik ist in den US-PS'en 3 132 920, 3 132 390 und 3 320 024 näher beschrieben.

Ziel der Erfindung

Durch die Erfindung wird ein einfaches und wirtschaftliches Verfahren zur Herstellung von Vanadylhydrat zur Verfügung gestellt.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein neues Verfahren zur Herstellung von Vanadylhydrat bereitzustellen.

Gemäß der vorliegenden Erfindung wird eine ionogene, wässrige Lösung, wie beispielsweise eine wässrige Auslaugungslösung mit einem Gehalt an Natriummetavanadat bereitgestellt, wie sie bei Vanadiumerzen oder Konzentraten anfällt. Zu dieser wässrigen Auslaugungslösung werden Schwefeldioxid, SO_2 , und Schwefelsäure, H_2SO_4 , in Mengen zugesetzt, wie sie nachfolgend detailliert beschrieben werden. Die Lösung, die Vanadylion enthält, wird sodann mit Hilfe eines nachfolgenden

† 3 AUG 1982 * 029023

242509 0 - 2 -

1.4.1982

60 636 18

im Detail beschriebenen, organischen Lösungsmittels einer Lösungsmittlextraktion unterworfen. Aus dem angereicherten organischen Lösungsmittel, das das Vanadylion enthält, wird sodann mit Hilfe von Ammoniumhydroxid, NH_4OH , das Vanadylion durch Ausfällen als Vanadylhydrat, $\text{VO}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ abgeschieden und über einen Absetzeindicker und nachfolgendes Filtrieren von dem Lösungsmittel abgetrennt. Die Größe "x" ist dabei unbekannt.

Das Vanadylhydrat kann dann z. B. mit Kohlenstoff gemischt, pelletisiert und in Abwesenheit von Sauerstoff zur Bildung von Vanadiumcarbid gebrannt werden.

Die in der Praxis der vorliegenden Erfindung verwendete wäßrige Auslaugungslösung wird typischerweise bei der konventionellen Aufbereitung von Vanadiumerzen und -konzentration erhalten, wie beispielsweise die wäßrige Auslaugungslösung eines gerösteten Vanadiumerzes.

Typische Vanadiumerzaufbereitungen werden beschrieben in den US-PS 3 132 920, 3 132 390, 3 320 024. Es wird bevorzugt, daß es sich bei der wäßrigen Auslaugungslösung um eine echte Lösung handelt, um eine Verunreinigung des Produkts zu vermeiden und die Aufbereitung zu erleichtern. Es wurde festgestellt, daß die vorliegende Erfindung ausschließlich in einer wäßrigen Lösung von Vanadium durchführbar ist. Normalerweise ist eine wäßrige Auslaugungslösung eine ionogene Lösung von Natriummotavanadat, NaVO_3 , mit geringen Anteilen Chlorid, Sulfat, Phosphat und Silikatsalzen des Natriums, Calciums, Kaliums, Magnesiums und anderen Alkali- und Erdalkalimetallen sowie weiteren Verunreinigungen, die sich gewöhnlich in wäßrigen Auslaugungslösungen finden, die bei der Aufbereitung von Vanadiumerzen und -konzentraten erhal-

1.4.1982

60 636 18

ten werden. Damit das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung zufriedenstellend ablaufen kann, muß das Vanadium in Lösung vorliegen. Allerdings kann das in Lösung befindliche Vanadium in ionogenen Formen mit anderen Elementen kombiniert vorliegen, wie beispielsweise als Vanadation in einer ionogenen Lösung von Natriummetavanadat. Das in Lösung vorliegende Vanadium kann ebenfalls von Alkali- oder Erdalkalisalzen des Pyrovanadats, Orthovanadats, Dekavanadats oder irgendwelcher anderer löslicher Formen von Vanadiumsalzen erhalten werden. In der Praxis der vorliegenden Erfindung rührt das Vanadium speziell von Natriummetavanadat her. Die Konzentration von Natriummetavanadat in Wasser ist nicht kritisch, und in der Praxis der vorliegenden Erfindung ist jede Konzentration ausreichend, solange das Natriummetavanadat in Lösung vorliegt. Obgleich es keine bevorzugte Konzentration für das Natriummetavanadat in Lösung gibt, kann es gelegentlich wünschenswert sein, eine mögliche hohe Konzentration zu wählen, um Aufbereitungskosten zu sparen. Sodann werden zur wäßrigen Auslaugungslösung Schwefeldioxid und Schwefelsäure hinzugegeben. Bevorzugt wird das Schwefeldioxid zuerst und dann die Schwefelsäure hinzugegeben, um ein Ausfällen von Vanadium als Natriumhexavanadat zu vermeiden, wenn die Schwefelsäure als ersten zugefügt wird. Das Schwefeldioxid wird in einer ausreichenden Menge zugesetzt, um das in der Lösung vorliegende Vanadiumion von V^{+5} zu V^{+4} zu reduzieren. Sodann wird ausreichend Schwefelsäure zugegeben, um einen pH-Wert im Bereich von 1,0 ... 3,0, bevorzugt von 1,5 ... 3,0 und insbesondere von 2,0 zu erreichen und damit ein Optimum für die Lösungsmittelextraktion zu erzielen, deren Ausbeute pH-abhängig ist. In einem kontinuierlichen Verfahren können Schwefeldioxid und Schwefelsäure gleichzeitig zur wäßrigen Auslaugungslösung zugesetzt werden. Obgleich die Schwefelsäure eine für die Anwendung

1.4.1982

60 636 18

bevorzugte Säure ist, können auch andere nicht-oxydierende Säuren, wie Salzsäure, verwendet werden. Salpetersäure sollte nicht verwendet werden, da es sich hierbei um eine oxydierende Säure handelt. Essigsäure sollte nicht verwendet werden, da diese nicht stark genug ist. Ebenfalls sollte Phosphorsäure nicht verwendet werden, da sie das Produkt verunreinigt. Die Reduktion von V^{+5} zu V^{+4} wird anhand der EMK gemessen. Die Reduktion von V^{+5} zu V^{+4} wird als vollständig betrachtet, wenn das Optimum der EMK mit -200 mV bei einem pH-Wert 2 erhalten wird. Als zufriedenstellend wird in der Praxis der vorliegenden Erfindung auch ein EMK-Potential von -150 ... -300 mV angesehen. Das V^{+5} liegt im Metavanadation, VO_3^- , vor und das V^{+4} im Vanadylion, V^{+2} . Die Konzentration der Schwefelsäure ist nicht kritisch, sie kann in jeder Konzentration zugesetzt werden, wobei eine höhere Konzentration wünschenswert ist, um eine Verdünnung der Lösung zu verhindern. Das Schwefeldioxid wird vorzugsweise in Form von Schwefeldioxidgas zugesetzt, wobei es jedoch auch in Form von schwefliger Säure oder als ein Sulfitsalz zugegeben werden kann.

Erfindungsgemäß wird das Vanadylion mit dem organischen Lösungsmittel in einer Gegenstrom-Extraktionsanlage mit mindestens 2 Stufen extrahiert. Im Verlaufe der Extraktion wird der pH-Wert in einem Bereich von etwa 1,5 bis etwa 3,5 gehalten durch den Zusatz einer nichtoxydierenden Säure.

Das für die Extraktion verwendete organische Lösungsmittel besteht beispielsweise aus einer Mischung von

Di-2-äthyl-hexylphosphorsäure
Isodecanol und Leichtöl

oder

242509 0 - 5 -

1.4.1982
60 636 18

Heptadecyl-phosphorsäure,
Isodecanol und Leichtöl.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an einem Beispiel näher erläutert. In der beiliegenden Zeichnung zeigen:

Fig. 1: ein vereinfachtes Fließschema für die Lösungsmittel-extraktion des Vanadiumions aus der angesäuerten und reduzierten Vanadiumionen enthaltenden Lösung in einer zweistufigen Extraktionsanlage.

Die angesäuerte und reduzierte, das Vanadylion enthaltene Lösung 1 gelangt in den Rührwerksmischer 14 der Stufe I des Extraktionsschrittes im Gegenstrom und wird mit der organischen Phase 2 aus dem Absetzbehälter 17 der Stufe II gemischt. Die gemischte Flüssigkeit 3 aus dem Mischer 14 läuft in den Absetzbehälter 15 der Stufe I über, wobei die organische Phase 5 bis in den Kopfteil steigt und die wäßrige Phase 4 zum Boden des Absetzbehälters 15 gelangt. Die angereicherte organische Phase 5 des Absetzbehälters 15 wird als Strom 6 zur nachfolgend beschriebenen Verarbeitung weitergeleitet.

Die wäßrige Phase 4 des Absetzbehälters 15 wird sodann als Strom 7 in den Mischer 16 der Stufe II geleitet, wo er mit organischem Lösungsmittel 9 und Schwefelsäure 10 gemischt wird. Die gemischte Flüssigkeit 8 läuft aus dem Mischer 16 in den Absetzbehälter 17 über, worin die organische Phase 12 zum Kopfteil des Absetzbehälters 17 steigt und die wäßrige Phase 11 zum Boden des Absetzbehälters 17 gelangt. Die wäßrige Phase 11, die als Raffinat bezeichnet wird (aber

242509 0 - 6 -

1.4.1982

60 636 18

auch als "Abgang"), wird als Abwasser 3 verworfen. Die organische Phase 12 des Absetzbehälters 17 wird als Strom 2 zum Mischer 14 geleitet. Während der 2stufige Extraktionsschritt im Gegenstrom in Fig. 1 in einer vereinfachten Weise dargestellt wurde, kann eine kompliziertere Anlage verwendet werden, die mehr als zwei Schritte umfaßt, ohne dabei vom Wesen der Erfindung abzuweichen. Es kann auch 1stufig gearbeitet werden, doch wird dies als nicht so effektiv angesehen als bei mindestens zwei Extraktionsstufen im Gegenstrom. Es ist denkbar, daß im Gleichstrom gearbeitet werden kann, der allerdings ebenfalls weniger effektiv sein würde als der Extraktionsschritt im Gegenstrom. Nach dem Verfahren zur vorliegenden Erfindung ist der Schritt der Lösungsmittlextraktion ein Reinigungsschritt.

Da der Schritt der Lösungsmittlextraktion Säure verbraucht, werden zum Mischer 16 der Stufe II Schwefelsäure oder andere nicht-oxydierende Säuren zugesetzt, um den pH-Wert auf einen optimalen Wert einzustellen, d. h. 2,5 ... 3, bevorzugt 1,5 ... 3,5, um eine möglichst effektive Extraktion des Vanadylions aus dem organischen Lösungsmittel zu erreichen.

Das bevorzugte organische Lösungsmittel zur Verwendung im Extraktionsschritt ist Di-2-äthylhexylphosphorsäure als eine 10 Vol.%ige Lösung. Darüberhinaus enthält das Lösungsmittel 3 Vol.% Isodecanol (iso- Decylalkohol) und 87 Vol.% Leichtöl als Verdünnungsmittel. Die Di-2-äthylhexylphosphorsäure übernimmt die eigentliche Extraktion des Vanadiums aus der wäßrigen Lösung, und zwar durch Komplexbildung mit diesem. Das Isodecanol trägt dazu bei, den Vanadiumkomplex in Lösung zu halten. Andere Lösungsmittel sind nicht ver-

242509 0 - 7 -

1.4.1982

60 636 18

wendet worden, doch ist es ohne weiteres denkbar, auch andere Lösungsmittel einzusetzen, wie beispielsweise Heptadecylphosphorsäure in Mischung mit Isodecanol und Leichtöl.

Der prozentuale Volumenanteil der Komponenten des organischen Lösungsmittels kann von den mit der Technik Vertrauten variiert werden, ohne vom Wesen der Erfindung abzuweichen. Die angereicherte organische Lösungsmittelphase 5, die das Vanadylion enthält, wird dann mit Lösungsmittel abgetrieben und eingedickt. Dieses wird dadurch erreicht, daß sie zunächst als Strom 6 zum Mischer 20 geschickt wird, worin sie mit Ammoniumhydroxid 21 gemischt wird, sowie mit einem Rückführungsstrom 22, der rückgeführte wäßrige Lösung 23 aus dem Absetzeindicker 24 enthält, und wäßriges Filtrat 25 aus dem Filter 26.

Als neuartig betrachtet wird die Verwendung von Ammoniumhydroxid zum Abscheiden von Vanadium aus dem Lösungsmittel mit Hilfe einer chemischen Reaktion mit dem Lösungsmittel unter Bildung des Ammoniumsalzes der Di-2-äthylhexylphosphorsäure, wodurch damit das Lösungsmittel regeneriert wird.

Zum Abscheiden des Vanadiums aus dem Lösungsmittel wird ein ausreichender Überschuß an Ammoniumhydroxid zum Mischer 20 gegeben. Im vorangegangenen Extraktionsschritt wurde das Ammonium gegen das Vanadylion ausgetauscht, während das Vanadylion in dem Abscheidungsschritt durch das Ammoniumion ersetzt wird. In dem Abscheidungsschritt wird das Vanadylion als Vanadylhydrat, $\text{VO}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ausgefällt, wenn das Vanadylion aus dem Lösungsmittel entfernt wird. Die Größe "x" ist dabei unbekannt.

Die Mischung 27 aus dem Mischer 20 läuft in den Absetzeindicker 24 über, worin sich drei Phasen bilden, - eine orga-

1.4.1982
60 636 18

nische Phase 28 zum Kopfteil aus Lösungsmittel, das als Strom 9 in die Extraktionsstufe II geschickt wird,

- unterhalb der organischen Phase 28 eine wäßrige Lösung 29, die einen Überschuß Ammoniumhydroxid enthält, das sodann vereinigt wird mit dem Filtrat 25 aus dem Filter 26 und als Strom 22 zum Mischer 20 gemeinsam mit dem Ammoniumhydroxid 21 geleitet wird,

- sowie einer festen Phase 30, die aus einem Vanadylhydrat besteht, das sich am Boden des Absetzeindickers 24 absetzt. Diese wird als Strom 31 zum Filter 26 geschickt. Neuartig und unerwartet ist dabei, daß im Absetzeindicker 24 drei Phasen gebildet werden, und daß sich Vanadylhydrat eher als eine gesonderte Phase absetzt, als eine Emulsion einzugehen.

Das Filtrat 25 vom Filter 26 wird vereinigt mit dem Strom 23 der wäßrigen Lösung vom Absetzeindicker 24 und zurückgeführt, wie voranstehend beschrieben wurde.

Das filtrierte, feuchte und feste Vanadylhydrat 32 wird im Mischer 33 gemischt mit Kohlenstoff 34 und danach im Pelletisierer 35 pelletisiert, im Trockner 36 getrocknet in Abwesenheit von Sauerstoff oder Luft und sodann im Ofen 37 unter Vakuum oder einer inerten Atmosphäre unter Bildung von Vanadiumcarbid, V_2C , gebrannt, wie dieses als Strom 38 in Fig. 1 dargestellt wurde. Die Reduktion von Vanadylhydrat mit Kohlenstoff unter Bildung von Vanadiumcarbid wird als neuartig angesehen.

Die Erfindung wird offensichtlich bei Berücksichtigung des folgenden Beispiels, das lediglich die Erfindung veranschaulichen soll und in keiner Weise gedacht ist, diese zu beschränken. Sofern nicht anders angegeben, beziehen sich alle Anteile und Prozentangaben auf Gewicht.

242509 0 - 9 -

1.4.1982

60 636 18

Beispiel

Die behandelte Probe bestand aus 2.097 l wäßriger Auslaugungslösung, die bei einem Vanadiumerz angefallen sind, das mit Kochsalz (NaCl) geröstet worden war. Die analysierte Lösung enthielt 4,05 g V_2O_5 pro Liter, 27 g Cl pro Liter und 7,8 g SO_4 pro Liter. Die Lösung wurde unter Verwendung von 0,91 g SO_2 pro Gramm V_2O_5 und 0,90 g HCl pro Gramm V_2O_5 angesäuert und reduziert. Die Variationen hinsichtlich des pH und der EMK betrugen 1,8 ... 2,4 bzw. -190 ... -160 mV.

Diese Lösung wurde in einer Mischer-Absetz-Apparatur durch Lösungsmittlextraktion bei einem Nenndurchfluß von einem Liter pro Minute aufbereitet. Das Raffinat mit durchschnittlich 0,04 g V_2O_5 /l führte zu einer Wiedergewinnung von 99 % Vanadium. Das Lösungsmittel setzte sich zusammen aus 8 % Di-2-äthylhexylphosphorsäure, 3 % Isodecanol und 89 % Leichtöl (bezogen auf das Volumen). Das mit Vanadium angereicherte Lösungsmittel enthielt 7,1 g V_2O_5 /l. Das angereicherte Lösungsmittel wurde durch Kontakt mit NH_4OH (120 g/l Lösung) in einem Mischer angetrieben und sodann in einem Absetzeindicker in drei Phasen separiert.

Das unbrauchbare Lösungsmittel wurde in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. Die Phase mit der wäßrigen Lösung wurde mit konzentriertem NH_4OH wiederhergestellt, um eine Abstreiflösung zu ergeben. Der feste Vanadylhydratschlamm wurde aus dem Absetzeindicker entfernt, filtriert und als nasser Filterkuchen aufgenommen. Eine Probe dieses Produkts (getrocknet bei 130 °C) lieferte eine Analyse mit 91,0 % V_2O_5 , 0,53 % Schwefel, 0,21 % Fe_2O_3 , 0,01 % SiO_2 und 0,022 % P.

242509 0 - 10 -

1.4.1982
60 636 18

Der Teil des nassen Filterkuchens wurde mit pulverisiertem Kohlenstoff und pulverisiertem Eisen unter Anwendung eines Verhältnisses von 3,27 Teilen V_2O_5 zu einem Teil Kohlenstoff und ausreichend Eisenpulver gemischt und führte zu einem Endprodukt mit etwa 2 % Eisen. Eisen wird bei der Herstellung von Vanadiumcarbid als Verdichtungsmittel zugesetzt, ist aber in der Praxis der vorliegenden Erfindung nicht nötig. Diese Mischung wurde zu Pellets mit einem Durchmesser von einem Zentimeter geformt und in einem Induktionsofen unter Argon bei 1.700 °C getrocknet und reduziert. Das Produkt lieferte eine Analyse von 85,45 % V, 9,99 % C, 0,57 % O und 0,002 % N. Dieses Produkt ist Vanadiumcarbid (V_2C).

Obgleich die vorliegende Erfindung anhand von Details beschrieben und durchgeführt wurde, wird weiterhin davon ausgegangen, daß Änderungen, Modifikationen und Variationen vorgenommen werden können, ohne vom Wesen und Rahmen der Erfindung abzuweichen.

242509 0

-11-

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Herstellung von Vanadylhydrat, gekennzeichnet dadurch, daß es aus den folgenden Schritten besteht:
 - (a) Bereitstellung einer wäßrigen Lösung eines Vanadation;
 - (b) Zusatz von Schwefeldioxid und einer nicht-oxydierenden Säure zu dieser Lösung, um das Vanadation zu einem Vanadylion zu reduzieren;
 - (c) Lösungsmittlextraktion des Vanadylions mit einem organischen Lösungsmittel aus der wäßrigen Lösung;
 - (d) Abscheiden des Vanadylions aus dem organischen Lösungsmittel unter Bildung eines Niederschlages von Vanadylhydrat sowie
 - (e) Abtrennen des festen Vanadylhydrats von dem Lösungsmittel.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die wäßrige Lösung von Schritt (a) eine Auslaugelösung ist.
3. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die wäßrige Lösung von Schritt (a) eine Lösung eines Metavanadations ist.
4. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Schwefeldioxid zu der wäßrigen Lösung zugesetzt wird, bevor die nichtoxydierende Säure zu der wäßrigen Lösung zugegeben wird.
5. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Schwefeldioxid und die nichtoxydierende Säure gleichzeitig zu der wäßrigen Lösung hinzugesetzt werden.

6. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß nichtoxydierende Säure Schwefelsäure ist.
7. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die nichtoxydierende Säure Salzsäure ist.
8. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die nichtoxydierende Säure zu der wäßrigen Lösung solange zugegeben wird, bis ein pH-Bereich von etwa 1,0 bis 3,0 erhalten wird.
9. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Schwefeldioxid zugesetzt wird, um das Vanadation zu dem Vanadylion zu reduzieren, gemessen mit Hilfe der EMK bei einem pH bei etwa 2 im Bereich von etwa -150 bis etwa -300 Millivolt.
10. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Schwefeldioxid in einer Form zugesetzt wird, die ausgewählt wird aus einer aus Schwefeldioxidgas, schwefliger Säure und einem Sulfitsalz bestehenden Gruppe.
11. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Vanadylion mit dem organischen Lösungsmittel in einer Gegenstrom-Extraktionsanlage mit mindestens 2 Stufen extrahiert wird.
12. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der pH-Wert im Verlaufe der Extraktion im Bereich von etwa 1,5 bis etwa 3,5 durch Zusatz einer nichtoxydierenden Säure gehalten wird.
13. Verfahren der Punkte 1, gekennzeichnet dadurch, daß das organische Lösungsmittel aus einer Mischung von

Di-2-äthylhexylphosphorsäure, Isodecanol und Leichtöl besteht.

14. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das organische Lösungsmittel aus einer Mischung von Heptadecylphosphorsäure, Isodecanol und Leichtöl besteht.
15. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Vanadylion aus dem organischen Lösungsmittel mit Hilfe von Ammoniumhydroxid abgeschieden wird.
16. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das feste Vanadylhydrat abgetrennt wird von dem Lösungsmittel durch Absetzen in einem Absetzeindicker, wonach die überstehende Flüssigkeit von dem festen Vanadylhydrat abfiltriert wird.

Fig.1

