

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

67525

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 22.X.1969 (P 136 460)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.II.1973

Kl. 12n,31/00

MKP C01g 31/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: Krystyna Lasiewicz, Juliusz Wesołowski, Romanald Pawłety, Bohdan Zawadzki

Właściciel patentu: Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice (Polska)

Sposób odzyskiwania pięciotlenku wanadu ze zużytych katalizatorów wanadowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzyskiwania pięciotlenku wanadu ze zużytych katalizatorów wanadowych zawierających przede wszystkim krzemionkę oraz związki wanadu, potasu, żelaza, glinu, wapnia, magnezu i arsenu.

Znany jest sposób odzyskiwania związków wanadu przez ekstrakcję wodą zużytych katalizatorów i bezpośredni przerób otrzymanych roztworów przy produkcji świeżego katalizatora wanadowego.

Sposób ten ma jednak wiele wad. Przy wodnej ekstrakcji do roztworu przechodzą też truczyny katalizatora, takie jak na przykład związki arsenu i żelaza, natomiast związki wanadowe odzyskuje się w niewielkim stopniu, a w przypadku kontaktów, które uległy dezaktywacji termicznej związki wanadowe odzyskuje się z wydajnością 20 — 30% w stosunku do całkowitej zawartości wanadu w katalizatorze.

Znany jest także sposób odzyskiwania związków wanadu przez ekstrakcję 20% roztworem wodorotlenku sodowego. Zabezpiecza on wprawdzie przed współekstrahowaniem soli żelazowych, lecz wysoka zawartość alkalii niepotrzebnie zwiększa rozpuszczalność krzemionki i pogarsza stosunek tlenku sodu do pięciotlenku wanadu.

Znany sposób kwaśnej regeneracji związków wanadu polega na ekstrakcji rozrobnionego katalizatora kwasem siarkowym z dodatkiem kwasu szczawiowego. Otrzymane roztwory używa się do

2

produkcji katalizatora. Zawierają one obok wanadu także substancje szkodliwe, przede wszystkim związki żelaza i arsenu.

5 Wszystkie przedstawione metody w efekcie prowadzą do otrzymania roztworów soli wanadowych, których dalszy przerób musi być związany z odpowiednio dużą produkcją świeżego katalizatora. Roztwory po ekstrakcji muszą być uzupełniane do odpowiednich stężeń pięciotlenkiem wanadu i pozostałymi składnikami katalizatora. Wymaga to dodatkowo ciągłej kontroli analitycznej stale zmieniających się stężeń podstawowych składników. W przypadku niewyodrębnienia soli żelaza i arsenu z ekstraktów, stosowanie ich do produkcji obniża 10 aktywność katalizatorów a nawet może wywołać całkowite zatrucie nowej partii kontaktu. Wśród znanych metod odzyskiwania wanadu ze zużytych katalizatorów nieznany jest sposób jednoczesnego 15 wyodrębniania związków wanadu i potasu w postaci stałej bez zanieczyszczeń związkami arsenu i żelaza.

20 W sposobie według wynalazku proces ten prowadzi się przez ekstrakcję zmielonego katalizatora roztworem węglanu sodu przy pH = 8,5 z dodatkiem utleniacza w temperaturze 80 — 90°C w ciągu 25 jednej godziny przy stałym mieszanu. Następnie roztwór sący się i doprowadzając pH do około 2 za pomocą kwasu siarkowego, wytrąca się osad pięciotlenku wanadu zawierający tlenek potasu, 30

który w postaci wilgotnej pasty stosuje się do produkcji katalizatora.

Stwierdzono, że umiarkowana alkaliczność roztworu zapewnia rozpuszczenie odpowiedniej ilości krzemionki, która jako czynnik strukturotwórczy przyspiesza hydrolityczne współstrącanie pięciotlenku wanadu, a jednocześnie polepsza podczas dalszych operacji, strukturę porowatą produkowanego katalizatora. Dobór odpowiedniej alkaliczności roztworów oraz warunków kinetycznych zapewnia odzyskanie wanadu z wydajnością powyżej 90%.

Sposób według wynalazku zapewnia oddzielenie trucizn w czasie ekstrakcji, jak i podczas hydrolitycznego wytrącania pięciotlenku wanadu. Znaczne ilości siarczanu żelazowego obecnego w użytym katalizatorze pochodzące przede wszystkim z korozji aparatury, oddziela się w jednej operacji w czasie ekstrakcji roztworem alkali.

Przykład: Zużyty katalizator wanadowy o składzie:

6% V_2O_5 , 8% K_2O , 65% SiO_2 rozdrabnia się do średnicy ziaren 0,1 do 0,25 mm. Następnie ekstrahuje się jednoprocentowym roztworem sody w stosunku wagowym 1 : 3 z dodatkiem 0,02 części wagowych $NaClO_4$.

W czasie ekstrakcji w temperaturze 80°C utrzymuje się pH roztworu na poziomie 8,5 dodając

sody w postaci stałej. Ekstrakcję prowadzi się w ciągu jednej godziny przy stałym mieszaniu. Następnie ekstrakt sący się i wytrąca hydrolitycznie pięciotlenek wanadu dodając kwasu siarkowego do uzyskania pH = 2. Wytrącanie prowadzi się w temperaturze około 90°C przy stałym powolnym mieszaniu.

Po odsączeniu otrzymuje się osad w następującym składzie:

36% V_2O_5 , 5% K_2O , 55% H_2O . Osad ten w postaci pasty stosuje się bezpośrednio do produkcji świeżego katalizatora.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób odzyskiwania pięciotlenku wanadu ze zużytych katalizatorów wanadowych zawierających związki wanadu, potasu i krzemu na drodze ekstrakcji katalizatora wanadowego roztworem zasadowym, **znamienny tym**, że rozdrobniony katalizator ekstrahuje się roztworem węglanu sodu przy pH = 8,5 w temperaturze 80 — 90°C z dodatkiem utleniacza w ciągu jednej godziny, przy stałym mieszaniu, po czym z roztworu wytrąca się pięciotlenek wanadu w postaci związku kompleksowego $XV_2O_5 \cdot yK_2O \cdot zH_2O$ za pomocą kwasu siarkowego przy pH = 2 w temperaturze około 90°C.