



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 25 09 67
(21) (PV 6784-67)

(40) Zveřejněno 17 07 70
(45) Vydáno 30 03 83

202452
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 01 G 31/00

(75)

Autor vynálezu

ŠVEJDA ZDENĚK dr. ing., PODUŠKOVÁ IRENA ing., KLÁN PŘEMYSL ing.
ŘÍHA MILOŠ a MAŠEK JIŘÍ, PRAHA

(54) Způsob výroby sloučenin pětimocného vanadu ze surovin, obsahujících nerozpustné sloučeniny vanadu, alkalickým oxidačním loužením

1

2

Vynález se týká získávání sloučenin pětimocného vanadu vysokotlakým alkalickým loužením.

Dosavadním způsobem se sloučeniny vanadu, především kysličník vanadičný, vyrábějí tak, že se do jemně mleté suroviny, obsahující kysličník vanaditý nebo jinou nerozpustnou formu vanadu, přidá roztok hydroxidu sodného nebo draselného o koncentraci 250 až 400 g/l kysličníku sodného nebo kysličníku draselného. Získaná reakční směs se vhání tlakovým čerpadlem do průtokového autoklávu, kde se ohřívá na teplotu 250 až 370 °C, s výhodou 320 až 340 °C. Zároveň se do roztoku vhání plyný kyslík, popřípadě vzduch, přičemž potřebný tlak činí podle teploty a odporu zařízení a podle použitého oxidačního prostředku 12 až 25 MPa. Přitom nastává oxidace nerozpustného kysličníku vanaditého na rozpustný kysličník vanadičný, který ve formě vanadičnanu sodného přechází do roztoku. Roztok se ochladí na teplotu max. 30 °C, přičemž se vyloučí vanadičnan sodný krystalovaný s 8 až 12 molekulami vody. Výluh se po oddělení vykrytalovaného vanadičnanu sodného vrací zpět do vsázky jako tzv. vratný louh. Při loužení se zároveň rozpustí kysličník hlinitý a kysličník křemičitý. Tyto látky se případně před krystalizací vysrážejí pomocí vápna a odfiltrují. Zpracování vanadičnanu sodného na kysličník

vanadičný se provede okyselením sole po rozpuštění ve vodě, odfiltrováním kyseliny vanadičné a přetavením. V odpadajícím kalu zůstává vázáno v průměru 7,5 % kysličníku sodného.

Nevýhodou tohoto způsobu je, že souběžně probíhá řada dalších reakcí, ku příkladu se rozpouští kysličník křemičitý, který nepříznivě ovlivňuje konečný výluh co do sedimentace a filtrovatelnosti. Proto je nutno reakční směs několik hodin míchat a přidat v přebytku kysličník vápenatý, aby kysličník křemičitý byl odstraněn. Další nevýhodou je, že při míchání s kysličníkem vápenatým, provedeném před krystalizací vanadičnanu sodného, se částečně tvoří i nerozpustný vanadičnan vápenatý, který je nutno po odfiltrování k získání kysličníku vanadičného míchat opět několik hodin s louhem sodným o koncentraci 200 g/l kysličníku sodného. Další nevýhodou je, že v odpadajícím kalu zůstává vázáno v průměru 7,5 % kysličníku sodného, jak v předchozím odstavci uvedeno.

Je tedy nutno provést prakticky trojnásobnou operaci, časově náročnou, jež získávání sloučenin vanadu nadto výrazně zdražuje.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se k surovině obsahující nerozpustnou sloučeninu vanadu přidá současně

s roztokem hydroxidu sodného nebo draselného kysličník vápenatý v množství rovném 1,1 — násobku stechiometrického množství, potřebného k převedení přítomných kysličníků hlinitého, křemičitého a dále titaničitého na hlinitan, křemičitan a titaničitan vápenatý a vzniklý rmut se oxidačně louží po dobu 1 až 60 minut. Sloučeniny vanadu, obsažené v surovině, se oxidují na vanadičnan sodný, který přechází do roztoku. Vápno, resp. kysličník vápenatý při tomto způsobu tedy reaguje s kysličníkem hlinitým, kysličníkem křemičitým a kysličníkem titaničitým, s nimiž tvoří nerozpustný hlinitan, křemičitan a titaničitan vápenatý, které se odstraní filtrací. Po odfiltrování obsahuje výluh max. 1 g/l kysličníku křemičitého. Kal z vyloužené vanadové strusky obsahuje 1 až 2 % kysličníku sodného. Odfiltrovaný výluh se zpracuje dále běžným způsobem na kysličník vanadičný.

Výhodou tohoto způsobu je zvýšení výtěžků kysličníku vanadičného o 0,5 až 2 %, odstranění jinak nutné desilikace roztoků, běžně trvajících 6 až 8 hodin, odstranění tvoření nerozpustného vanadičnanu vápenatého a jeho vyluhování zředěným roztokem hydroxidu sodného, snížení obsahu kysličníku sodného v odpadajícím kalu a konečně zlepšení filtrovatelnosti kalu tak, že při promytí na stejný stupeň jako při dosud používaném způsobu se sníží spotřeba vody o 40 %. Při nutné recirkulaci to znamená výraznou úsporu v odparkách.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby sloučenin pětimocného vanadu ze surovin, obsahujících nerozpustné sloučeniny vanadu, alkalickým oxidačním loužením hydroxidem sodným nebo draselným o koncentraci 250 až 400 g/l kysličníku sodného nebo draselného, při teplotě 250 až 370 °C a tlaku 12 až 25 MPa, vyznačený tím, že se k surovině obsahující nerozpustnou sloučeninu vanadu přidá současně

Příklad provedení

Vanadová struska o složení:

21,7 % SiO_2 , 2,3 % Al_2O_3 , 52,6 % Fe_2O_3 , 8 % V_2O_5 , 9,6 % Cr_2O_3 , 5,9 % TiO_2 , 1,4 % CaO , 0,58 % Na_2O se naředí kysličníkem vápenatým v molekulárním poměru $\text{CaO} : \text{SiO}_2 = 1$ a $\text{CaO} : \text{TiO}_2 = 2$ za 10 % přebytku vápna, tj. vápno se přidá v množství rovném 1,1 — násobku stechiometrického množství, potřebného k převedení kysličníku křemičitého a titaničitého na křemičitan a titaničitan vápenatý.

Směs se smíchá s vratným louhem o koncentraci:

330 g/l Na_2O , 2,5 g/l Al_2O_3 , 2 g/l V_2O_5 a 20 g/l CrO_3 a vzniklý rmut se podrobí rozkladu v autoklávu při teplotě 330 °C a tlaku cca 15 MPa po dobu 30 minut za současného vhánění přebytku vzduchu. Po rozkladu má vyloučená struska a výluh toto složení:

vyloučená struska: 16,57 % SiO_2 , 0,17 % Al_2O_3 , 40,17 % Fe_2O_3 , 0,30 % V_2O_5 , 1,1 % Cr_2O_3 , 4,5 % TiO_2 , 24,44 % CaO , 1,28 % Na_2O .

výluh: 0,98 g/l SiO_2 , 5,1 g/l Al_2O_3 , 13,5 g/l V_2O_5 , 33,5 g/l CrO_3 , 329 g/l Na_2O .

Při tomto způsobu obsahuje zvápeněná a vyloučená vanadová struska po odfiltrování 26—33 % vlhkosti, zatímco při způsobu dosud používaném obsahuje nezávápeněná a vyloučená vanadová struska po odfiltrování 47—57 % vlhkosti.

s roztokem hydroxidu sodného nebo draselného kysličník vápenatý v množství rovném 1,1 — násobku stechiometrického množství, potřebného k převedení přítomných kysličníků hlinitého, křemičitého a titaničitého na hlinitan, křemičitan a titaničitan vápenatý a vzniklý rmut se alkalicky oxidačně louží po dobu 1 až 60 minut.