



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

207295
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 13 03 80
(21) (PV 1726-80)

(40) Zveřejněno 15 09 80
(45) Vydáno 01 11 82

(51) Int. Cl.³
C 01 G 31/00

(75)

Autor vynálezu

TRUPL ANTONÍN, PEDLÍK MIROSLAV ing., KLÁN
PŘEMYSL ing., KOHOUT ZDENĚK ing., PRAHA a
KŘÍHA MIROSLAV ing., DOBŘÍŠ

(54) Způsob kontinuálního získávání polyvanadičnanu amonného z roztoků obsahujících vanad

Vynález se týká způsobu kontinuálního získávání polyvanadičnanu amonného z roztoků, obsahujících vanad, a to s velmi nízkým obsahem kysličníku alkalického kovu a při nízkém obsahu zbytkové kyseliny v matečném louhu.

Z roztoků, obsahujících vanad, se vanadová sůl potřebná pro výrobu ferrovanadu a pod. získává srážením zpravidla ve formě polyvanadičnanu alkalického kovu, nebo směsného polyvanadičnanu amonného a polyvanadičnanu alkalického kovu, nebo tetravanadičnanu amonného.

Běžně se polyvanadičnan alkalického kovu získává ohřátím na teplotu 90 až 95 °C roztoku, jehož pH se upravuje za nepřetržitého míchání přidáváním kyseliny na hodnotu 1,5 až 2. Přitom se vysráží polyvanadičnan alkalického kovu, který má v praxi velmi omezené použití, protože pro promytí a kalcinaci obsahuje 6 až 10 % kysličníku alkalického kovu, který je nutno odstranit rafinací. Rafinace se provádí buď rozpouštěním polyvanadičnanu alkalického kovu v amoniaku a krystalizací, kterou se získá polyvanadičnan příp. tetravanadičnan amonný, nebo polyvanadičnan alkalického kovu se v pevném stavu promývá roztokem amonné sole a získá se rovněž polyvanadičnan amonný.

Nejčastěji se vanadová sůl z roztoku, obsahujícího vanad, získává vysrážením směsného polyvanadičnanu amonného a polyvanadičnanu alkalického

kovu a to tak, že roztok se ohřeje na teplotu 90 až 95 °C a za nepřetržitého míchání se do roztoku dává kyselina tak, aby pH byl upraven na hodnotu 1,8 až 2,6 a zároveň se přidává amonná sůl nebo amoniak v poměru 1 až 2,5 g na 1 g vanadu v roztoku obsaženého. Takto upravený roztok se míchá na uvedené teplotě po dobu 3 hodin, během níž sedimentuje sraženina směsného polyvanadičnanu, která se filtruje, promývá a dále zpracovává. Ve směsném polyvanadičnanu zůstává 0,5 až 1,5 % kysličníku alkalického kovu a to proto, že v úvodu srážení dochází v určité fázi nejdříve ke vzniku primární sraženiny polyvanadičnanu alkalického kovu a teprve po dosažení pH 1,8 až 2,6 a po uplynutí určité reakční doby dochází ke srážení vlastního kvalitního produktu, tj. polyvanadičnanu amonného. Primární sraženina vytváří nekvalitní zárodečné drno, které je v průběhu dalších reakcí obalováno kvalitní sráží polyvanadičnanu amonného. Polyvanadičnan alkalického kovu váže poměrně vysoký obsah kysličníku alkalického kovu, který se promítá i do směsného polyvanadičnanu.

Nevýhodou uvedených postupů je diskontinuální zpracování, poměrně vysoký obsah kysličníku alkalického kovu v získaném polyvanadičnanu a to, že při šaržovitém srážení se získává produkt s rozdílnou homogenitou a kvalitou, což způsobuje

207 295

potíže při dalším zpracování a kromě toho matečný louh po vysrážení obsahuje 2 až 4 g volné kyseliny v 1 litru, kterou je nutno před vrácením do procesu neutralizovat. Touto neutralizací však dochází k zatěžování roztoků síranem nebo chloridem alkalického kovu. Diskontinuální způsob je technologicky náročný, vyžaduje bezpodmínečné dodržování technologické kázně, je málo efektivní a náročný na energii.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob kontinuálního získávání polyvanadičnanu amonného z roztoků obsahujících vanad podle vynálezu, který spočívá v tom, že do roztoku obsahujícího vanad, který se kontinuálně přivádí do průtokového sražečního reaktoru, se rovněž kontinuálně dává kyselina tak, aby pH bylo udržováno v rozmezí hodnot 3 až 4, přičemž se přidává amoniak nebo amonné sole v množství 1 až 6 g na 1 g vanadu obsaženého ve zpracovávaném roztoku a teplota roztoku se trvale udržuje v rozmezí 90 až 95 °C. Vzniklá sraženina polyvanadičnanu amonného se z reaktoru kontinuálně odvádí na zahuštění a filtraci.

Výzkumem bylo ověřeno, že za podmínky, že pH roztoku je trvale udržováno na hodnotě 3 až 4 a zároveň jsou přidávány amonné sole nebo amoniak v množství 1 až 6 g na 1 g vanadu podle obsahu kyslíčnicku alkalického kovu nebo chromu a teplota roztoku je udržována na 90 až 95 °C, nedochází nejdříve ke tvorbě primární sraženiny polyvanadičnanu alkalického kovu a teprve následně ke srážení polyvanadičnanu amonného, ale zárodečné zrno je přímo tvořeno kvalitním produktem polyvanadičnanu amonného s velmi nízkým obsahem kyslíčnicku alkalického kovu. Hodnota pH musí být udržována na uvedeném stupni regulování přídavku kyseliny pomocí pH-metru, a současně musí být regulován přídavek amonných iontů tak, aby byl udržen jejich hmotnostní poměr k obsahu vanadu z roztoků ve zmíněném rozmezí. Zásadně při použití běžných roztoků postačí přídavek amoniaku nebo amonné sole v množství 1 až 2,5 g na 1 g vanadu v roztoku obsaženého. Tento přídavek je však nutno zvýšit až na 6 g na 1 g vanadu, jestliže roztok obsahuje značné množství kyslíčnicku alkalického kovu nebo chromu. Při zvýšení na 6 g lze kontinuální srážení se stejnými výsledky provádět i z roztoků, které obsahují až 100 g kyslíčnicku alkalického kovu nebo až 25 g chromu na 1 litr zpracovávaného roztoku.

Výhodou způsobu dle vynálezu je to, že získaný polyvanadičnan amonný obsahuje po promytí pouze 0,05 až 0,1 % kyslíčnicku alkalického kovu. V důsledku vysoké hodnoty pH obsah zbytkové kyseliny v matečném louhu nepřesahuje 0,5 až 1 g na 1 litr louhu, takže k neutralizaci se spotřebuje minimální množství alkálií. Sraženina udržuje konstantní homogenitu v chemickém složení a ve fyzikálních vlastnostech zrna a zbytkový vanad v matečném louhu nepřesahuje množství 0,01 g na 1 litr louhu.

Z hlediska investic je zařízení, tj. průtokový

ohřívavý reaktor, nenákladné a rychlý průběh procesu a jeho kontinuita vedou k výraznému snížení spotřeby energie a ke zvýšení produktivity práce.

Příklad

K ověření byl použit roztok, který mimo jiné obsahoval:

V 22,7 g · l⁻¹

Na₂O 61,3 g · l⁻¹

Cr 3,2 g · l⁻¹

Kontinuální loužení bylo prováděno za následujících podmínek:

přívod roztoku	21 ml/min
přívod (NH ₄) ₂ SO ₄ (450 g · l ⁻¹)	1,77 ml/min
přívod H ₂ SO ₄ (0,99 g · ml ⁻¹)	0,43 ml/min
udržovaná pH	3,4
(NH ₄) ₂ SO ₄ : V	1,8
reakční doba zdržení	60 min
teplota	92 °C

Dosažené výsledky jsou promítnuty v následující tabulce:

Čas odběru vzorku min.	Složení matečného roztoku			Složení polyvanadičnanu amonného	
	V g · l ⁻¹	H ₂ SO ₄ zbyt. g · l ⁻¹	NH ₄ g · l ⁻¹	Na ₂ O %	NH ₄ %
30	0,108	0,74	10,24	0,123	5,89
60	0,106	0,39	10,11	0,083	5,91
90	0,103	0,44	10,18	0,084	5,93
120	0,093	0,34	10,35	0,072	5,92
150	0,093	0,34	10,50	0,075	5,93
180	0,089	0,39	10,55	0,072	5,95
230	0,091	0,49	10,53	0,055	5,92
285	0,085	0,49	10,72	0,062	5,91

Celková doba průběhu	— 285 min
Spotřeba výluhu	— 6 000 ml
Spotřeba roztoku (NH ₄) ₂ SO ₄	— 504 ml
Spotřeba H ₂ SO ₄	— 123 ml

Jak z tabulky je patrné, je kontinuálním způsobem srážení dosaženo významného snížení obsahu Na₂O ve výsledném produktu při velmi nízkých obsahích zbytkového vanadu a kyseliny sírové v matečném roztoku.

Polyvanadičnan amonný takto získaný lze vzhledem k výsledné kvalitě výhodně použít pro výrobu ferrovanadu, dále k výrobě pigmentů do barev, k výrobě kovového vanadu, v chemickém průmyslu apod.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob kontinuálního získávání polyvanadičnanu amonného z roztoků obsahujících vanad vyznačený tím, že do roztoku s obsahem vanadu plynule

přiváděného do srážecího reaktoru se kontinuálně dávkuje kyselina tak, aby pH roztoku bylo udržováno v rozmezí hodnot 3 až 4, přičemž se k roztoku přidává amoniak nebo amonné sole v množství 1 až 6 g na 1 g vanadu, obsaženého ve zpracovávaném

roztoku, teplota roztoku se trvale udržuje v rozmezí 90 až 95 °C a vzniklá sraženina polyvanadičnanu amonného se kontinuálně odvádí na zahuštění a filtraci.