

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **183269**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **315731**

(22) Data zgłoszenia: **14.08.1996**

(51) IntCl⁷
C22B 7/00
C01G 31/00
C01D 7/18

(54)

Sposób odzyskiwania V₂O₅ z zużytego katalizatora wanadowego

CZYTELNIA
OGÓLNA

(43) **Zgłoszenie ogłoszono:**
16.02.1998 BUP 04/98

(45) **O udzieleniu patentu ogłoszono:**
28.06.2002 WUP 06/02

(73) **Uprawniony z patentu:**
Politechnika Śląska, Gliwice, PL

(72) **Twórcy wynalazku:**
Stanisław Anioł, Gliwice, PL
Teofil Korolewicz, Gliwice, PL
Jerzy Kubala, Gliwice, PL

(74) **Pełnomocnik:**
Ziółkowska Urszula, Politechnika Śląska

(57) 1. Sposób odzyskiwania V₂O₅ z zużytego katalizatora wanadowego, **znamienny tym**, że z rozdrobnionego zużytego katalizatora wanadowego związku wanadu ekstrahuje się roztworem węgla amonu z dodatkiem niewielkiej ilości nadtlenu wodoru w temperaturze 20-30°C w ciągu jednej godziny, przy ciągłym mieszaniu, następnie roztwór po filtracji zakwasza się kwasem siarkowym do pH około 6,5, a zawarte w roztworze, związki wanadu(V) redukuje się do wanadu(IV) i strąca osad V₂O₄ x H₂O, po odwirowaniu zawarty w osadzie wanad(IV) utlenia się nadtlakiem wodoru do wanadu(V) dodaje azotanu amonu oraz węgla amonu i praży w temperaturze 390°C do uzyskania surowego V₂O₅.

PL 183269 B1

Sposób odzyskiwania V_2O_5 z zużytego katalizatora wanadowego

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odzyskiwania V_2O_5 z zużytego katalizatora wanadowego, **znamienny tym**, że z rozdrobnionego zużytego katalizatora wanadowego związku wanadu ekstrahuje się roztworem węglanu amonu z dodatkiem niewielkiej ilości nadtlenu wodoru w temperaturze 20-30°C w ciągu jednej godziny, przy ciągłym mieszaniu, następnie roztwór po filtracji zakwasza się kwasem siarkowym do pH około 6,5, a zawarte w roztworze, związki wanadu(V) redukuje się do wanadu(IV) i strąca osad $V_2O_4 \times H_2O$, po odwirowaniu zawarty w osadzie wanad(IV) utlenia się nadtlaniem wodoru do wanadu(V) dodaje azotanu amonu oraz węglanu amonu i praży w temperaturze 390°C do uzyskania surowego V_2O_5 .

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do ługowania stosuje się 8 do 10 procentowy roztwór węglanu amonu, w stosunku wagowym fazy stałej do fazy ciekłej jak 1:10 z dodatkiem 0,16 części wagowych 30 procentowego roztworu nadtlenu wodoru.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że po zakwaszeniu kwasem siarkowym nie oddziela się osadu zawierającego związki glinu i krzemionki, a zawarty w roztworze wanad(V) redukuje dwutlenkiem siarki do wanadu(IV) i gazowym amoniakiem strąca osad $V_2O_4 \times H_2O$, który po utlenieniu nadtlaniem wodoru i dodaniu azotanu amonu oraz węglanu amonu daje po wyprażeniu surowy V_2O_5 .

* * *

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzyskiwania V_2O_5 z zużytego katalizatora wanadowego wycofanego z produkcji kwasu siarkowego.

Znanych jest szereg metod odzyskiwania pięciotlenku wanadu zużytego katalizatora wanadowego. Należy do nich sposób polegający na spiekaniu zużytego katalizatora z różnymi topnikami (chlorek sodu, węglan sodu, azotan sodu, siarczan sodu, wodorotlenek sodu), a następnie ługowaniu uzyskanych stopów wodą, lub kwasem. Przeprowadzone do roztworu związku wanadu w kolejnych operacjach technologicznych wydziela się w postaci osadu, który oczyszcza się i praży do otrzymania gotowego produktu w postaci V_2O_5 . Metoda ta jest energochłonna i pozwala przeprowadzić do roztworu tylko około 70% związków.

Znacznie korzystniejsze w porównaniu z metodami spiekania są metody bezpośredniego ługowania związków wanadu ze zużytego katalizatora wodą, roztworami kwasów lub alkaliów.

Znany jest z polskiego opisu patentowego nr 177 606 sposób odzyskiwania związków wanadu przez ekstrakcję stężonymi roztworami wodorotlenku sodu lub węglanu sodu. Sposób ten nie zabezpiecza przed ekstrakcją rozpuszczalnych związków glinu oraz krzemionki, i wpływa bardzo niekorzystnie na zwiększenie zawartości tlenu sodu w otrzymanym pięciotlenku wanadu.

Znany jest również sposób ekstrakcji związków wanadu ze zużytego katalizatora, stosowanego do produkcji kwasu siarkowego, przy użyciu wody lub kwasu siarkowego. Wówczas do roztworu przechodzą związki arsenu, żelaza, glinu oraz fosforu. Mają one negatywny wpływ zarówno na stopień ekstrakcji związków wanadu jak i na zawartość pięciotlenku wanadu w wydzielonym osadzie.

Ponadto szereg literaturowych badań opisuje wydzielanie wanadu z roztworów alkalicznych lub kwaśnych, dotyczą jednak one roztworów sztucznie preparowanych, bez dodatkowych zanieczyszczeń.

Powyższe metody ze względu na trudności w otrzymywaniu czystego, stałego V_2O_5 , mały stopień odzysku wanadu oraz trudności w utylizacji powstających roztworów i odpadów stałych nie znalazły praktycznego zastosowania.

Sposób według wynalazku polega na tym, że z rozdrobnionego zużytego katalizatora związku wanadu ekstrahuje się rozcieńczonym roztworem węgla amonu z dodatkiem niewielkiej ilości nadtlenu wodoru w temperaturze otoczenia 20-30°C w ciągu jednej godziny przy ciągłym mieszaniu. Po oddzieleniu części nierozpuszczonych roztwór zakwasza się do pH 6,5 i zawarte w roztworze związku wanadu(V) redukuje się do wanadu(IV), po czym gazowym NH_3 strąca osad $\text{V}_2\text{O}_4 \times \text{H}_2\text{O}$. Po filtracji zawarty w osadzie V(IV) utlenia się H_2O_2 do V(V) a następnie praży z NH_4NO_3 i $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ w temperaturze 390°C.

Otrzymany $\text{V}_2\text{O}_5 \times \text{H}_2\text{O}$ celem oczyszczenia roztwarza się w roztworze Na_2CO_3 z dodatkiem H_2O_2 i strąca za pomocą NH_4Cl osad metawanadanu amonu, z którego po wyprażeniu w temperaturze 390°C otrzymuje się V_2O_5 o czystości 99,8%.

Korzystne jest gdy do ługowania stosuje się 8 do 10 procentowy roztwór $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, w stosunku wagowym fazy stałej do fazy ciekłej jak 1:10 z dodatkiem 0,16 części wagowych 30-procentowego H_2O_2 , a zawarty w roztworze V(V) redukuje się gazowym SO_2 do V(IV), następnie gazowym NH_3 strąca się osad $\text{V}_2\text{O}_4 \times \text{H}_2\text{O}$, z którego po prażeniu z H_2O_2 , NH_4NO_3 i $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ uzyskuje się tzw. surowy V_2O_5 .

Sposób według wynalazku w wyniku doboru właściwego ekstrahenta prowadzi do wyługowania 94% wanadu znajdującego się w zużyтым katalizatorze i otrzymanie stałego V_2O_5 o czystości 99,8% z wydajnością 70 - 74% w stosunku do ilości wanadu pierwotnie zawartego w zużyтым katalizatorze.

P r z y k ł a d

Zużyty katalizator wanadowy, o składzie 4,74% V_2O_5 , 8,0% K_2O , 51,1% SiO_2 , 2,7% Fe_2O_3 , 22,1% SO_3 , 11,36% inne, miele się po czym ekstrahuje 10-procentowym roztworem węgla amonu w stosunku wagowym 1:10 z dodatkiem 0,16 części wagowych 30 procentowego roztworu nadtlenu wodoru. Ekstrakcję prowadzi się jedną godzinę w temperaturze około 30°C przy ciągłym mieszaniu.

Następnie zawartość filtruje się. Przesącz zakwasza się do pH 6,5 po czym zawarte w roztworze związku wanadu(V) redukuje się gazowym SO_2 do wanadu(IV) i strąca gazowym amoniakiem osad $\text{V}_2\text{O}_4 \times \text{H}_2\text{O}$. Po filtracji do osadu dodaje się H_2O_2 , NH_4NO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dla uzyskania $\text{V}_2\text{O}_5 \times \text{H}_2\text{O}$ i praży się w temperaturze 390°C. Otrzymany tzw. surowy pięciotlenek wanadu roztwarza się w roztworze węgla sodu z dodatkiem nadtlenu wodoru i strąca się za pomocą chlorku amonu osad metawanadanu amonu, z którego po wyprażeniu w temperaturze 390°C otrzymuje się chemicznie czysty V_2O_5 .

183 269

Departament Wydawnictw UP RP. Nakład 50 egz.
Cena 2,00 zł.