

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **17007**

(13) **С1**

(46) **2013.04.30**

(51) МПК

B 01J 23/92 (2006.01)

C 01G 31/00 (2006.01)

(54) **СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ ОТРАБОТАННЫХ ВАНАДИЕВЫХ
КАТАЛИЗАТОРОВ СЕРНОКИСЛОТНОГО ПРОИЗВОДСТВА**

(21) Номер заявки: а 20110758

(22) 2011.06.02

(43) 2013.02.28

(71) Заявитель: Учреждение образования
"Белорусский государственный техно-
логический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Орехова Светлана Ефи-
мовна; Крышилович Елена Влади-
мировна; Курило Ирина Иосифовна
(ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение обра-
зования "Белорусский государственный
технологический университет"
(ВУ)

(56) UA 66406 C2, 2004.

SU 1162093 A1, 1990.

JP 54-114412 A, 1979.

UZ 2915 C, 2005.

CA 1116582, 1982.

JP 56-88828 A, 1981.

UZ 2704 C, 2005.

(57)

Способ переработки отработанных ванадиевых катализаторов сернокислотного производства, включающий их предварительное измельчение, выщелачивание ванадийсодержащих соединений с последующим их окислением и выделением из раствора, **отличающийся** тем, что отработанный ванадиевый катализатор измельчают до размера 0,02 мм, перед выщелачиванием проводят отмагничивание железа, выщелачивание ванадийсодержащих соединений проводят при соотношении твердой и жидкой фаз Т:Ж = 1:5 в две стадии: на первой стадии проводят кислотное выщелачивание серной кислотой при рН, равном 1,2 - 1,3, и наложении ультразвукового поля с частотой 20 кГц и мощностью 630 Вт в течение 5 мин, осадок отфильтровывают и сушат, на второй стадии проводят восстановительное выщелачивание отфильтрованного осадка раствором сульфита натрия с концентрацией 0,01 моль/л при температуре 20 - 25 °С в течение 5 - 15 мин, полученный осадок отфильтровывают и сушат, фильтраты после кислотного и восстановительного выщелачивания объединяют, полученный предгидролизный раствор окисляют пероксидом водорода при соотношении V₂O₅ и H₂O₂, равном 1:2, и проводят термогидролитическое выделение ванадийсодержащих соединений.

Изобретение относится к химической промышленности, в частности к переработке катализаторов и обезвреживанию твердых токсичных отходов.

Известен способ извлечения соединений ванадия из отработанных ванадиевых катализаторов серной кислотой [1]. Недостатками способа являются значительные энергозатраты, связанные с необходимостью использования высоких температур, низкая скорость процесса.

Известен способ извлечения ванадия [2], включающий выщелачивание отработанных ванадиевых катализаторов сернокислотного производства с получением кислого раствора,

ВУ 17007 С1 2013.04.30

окисление соединений ванадия и их выделение из раствора, отличающийся тем, что перед окислением раствор нейтрализуют щелочным реагентом до pH выше 6,5, окисление осуществляют пропусканием воздуха через раствор, а ванадий выделяют добавлением кислоты до pH 4,8 - 6,3. Недостатками данного способа являются сложность в аппаратурном оформлении, переизбыток реагентов, связанный с использованием щелочи для нейтрализации, низкое содержание V_2O_5 в получаемом продукте (69 %).

Наиболее близким к предлагаемому способу по технической сущности и достигаемому результату является способ выщелачивания соединений ванадия [3], который включает выщелачивание соединений ванадия в среде минеральной кислоты при pH 1-2 при соотношении жидкой и твердой фазы около 1:1-3:1 с постепенным добавлением пероксида водорода. Скорость добавления пероксида водорода составляет не более 2 г H_2O_2 на литр раствора в минуту при его концентрации в растворах в пределах 0,1-1,0 %. Остаток отделяют, а раствор отправляют на извлечение соединений ванадия известными способами. Указанный метод позволяет сократить время выщелачивания до 60 мин, повысить степень выщелачивания соединений ванадия до 99 %, степень использования пероксида водорода до 80 %.

Недостатками данного способа являются широкий интервал pH, поскольку экспериментально установлено, что при pH = 2 растворимость V_2O_5 составляет менее 1 г/л, в то время как при pH = 1 - около 5,5 г/л, а также необходимость продолжительного поддержания определенных температур (от 30 до 70 °C).

Задачей, на решение которой направлен заявляемый способ, является комплексная переработка отработанных ванадиевых катализаторов сернокислотного производства при снижении потребления реагентов и энергии, сокращении времени переработки, упрощение процесса переработки.

Поставленная задача решается тем, что способ переработки отработанных ванадиевых катализаторов сернокислотного производства, включающий их предварительное измельчение, выщелачивание ванадийсодержащих соединений с последующим их окислением и выделением из раствора, отличается тем, что отработанный ванадиевый катализатор измельчают до размера 0,02 мм, перед выщелачиванием проводят отмагничивание железа, выщелачивание ванадийсодержащих соединений проводят при соотношении твердой и жидкой фаз Т:Ж = 1:5 в две стадии: на первой стадии проводят кислотное выщелачивание серной кислотой при pH, равном 1,2-1,3, и наложении ультразвукового поля с частотой 20 кГц и мощностью 630 Вт в течение 5 мин, осадок отфильтровывают и сушат, на второй стадии проводят восстановительное выщелачивание отфильтрованного осадка раствором сульфита натрия с концентрацией 0,01 моль/л при температуре 20 - 25 °C в течение 5-15 мин, полученный осадок отфильтровывают и сушат, фильтраты после кислотного и восстановительного выщелачивания объединяют, полученный предгидролизный раствор окисляют пероксидом водорода при соотношении V_2O_5 и H_2O_2 , равном 1:2, и проводят термогидролитическое выделение ванадийсодержащих соединений.

Двухстадийная схема переработки отработанных ванадиевых катализаторов с предварительным окислением предгидролизных растворов пероксидом водорода позволяет решить поставленную задачу, а именно обеспечить комплексную переработку отработанных ванадиевых катализаторов сернокислотного производства при снижении потребления реагентов и энергии, сокращении времени переработки, упрощение процесса переработки.

Изобретение поясняется примером.

К предварительно измельченному, отмагниченному отработанному катализатору добавляют раствор серной кислоты с pH 1,2-1,3 и подвергают ультразвуковой обработке с частотой 20 кГц, мощностью 630 Вт на установке с погружным пьезоэлектрическим излучателем в течение 5 мин, соотношение Т:Ж = 1:5. Осадок отфильтровывают и подвергают восстановительному выщелачиванию в 0,01 М раствор сульфита натрия при Т:Ж = 1:5 в течение 5 мин при периодическом перемешивании. Осадок отфильтровывают, сушат и

ВУ 17007 С1 2013.04.30

направляют на использование. Фильтрат после кислотного и восстановительного выщелачивания объединяют, окисляют пероксидом водорода при соотношении n (V_2O_5) : n (H_2O_2) = 1:2, кипятят, отделяют образовавшийся осадок V_2O_5 , фильтрат возвращают на стадию кислотного выщелачивания.

Преимуществами заявляемого способа являются комплексная переработка отработанных ванадиевых катализаторов, сокращение количества используемых реагентов и расхода энергии (на стадии измельчения более чем в 2,5 раза) и сокращение времени выщелачивания, что достигается использованием ультразвуковой обработки для получения мелкодисперсного материала (50-250 нм). Предлагаемый способ позволяет извлекать до 98 % соединений ванадия из ОВК с содержанием V_2O_5 в готовом продукте до 87 %. Скорость растворения ОВК на стадии кислотного выщелачивания увеличивается более чем в 40 раз по сравнению с аналогами. Растворы, полученные после термогидролитического выделения соединений ванадия, используются повторно на стадии кислотного выщелачивания ОВК, что позволяет снизить себестоимость продукции и увеличить экологическую безопасность производства. Содержание соединений ванадия в твердых остатках выщелачивания составляет 0,3-0,4 %, что позволяет использовать их для изготовления цветных глазурей.

Данное изобретение может быть использовано на предприятиях по производству серной кислоты, в частности на ОАО "Гродно-Азот", ОАО "Гомельский химический завод".

Источники информации:

1. А. с. СССР 1162093, МПК В 01F 23/92.
2. RU 2110478, МПК С 01G 31/00.
- 3 UA 66406, МПК⁷ С 22В 34/22, С 01G 31/00 (прототип).