

СИНТЕЗ МЕТАВАНАДАТА АММОНИЯ ИЗ ОКСИДА ВАНАДИЯ (V), ПОЛУЧЕННОГО ПРИ ПЕРЕРАБОТКЕ ОТРАБОТАННЫХ ВАНАДИВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ СЕРНОКИСЛОТНОГО ПРОИЗВОДСТВА

Щипцов О. В., Романовская Е.В. к.х.н., ст. преп.

УО «Белорусский государственный технологический университет» (г. Минск)

Ванадий – один из наиболее ценных металлов, который встречается в природе в более чем пятидесяти минералах. Однако, несмотря на свое широкое распространение, в рудном сырье ванадий присутствует в незначительных количествах. Его содержание колеблется от 0,01%(мас.) до 0,2%(мас.), крайне редко встречаются источники ванадиевого сырья с максимальным содержанием до 2% (мас.). В последние годы интерес к ванадию и его соединением значительно возрос, что связано не только с его использованием в качестве легирующей добавки в сплавах металлов, но также и в качестве катализаторов, ванадий-ионных батарей, пигментов для керамической, стекольной и лакокрасочной промышленности, а также биологической добавки. В связи с этим особую актуальность приобретает получение ванадия и его соединений из вторичного сырья, такого как отработанные ванадиевые катализаторы различных химических производств [1,2], а также шламы и зольные остатки от сжигания мазутосодержащего топлива на ТЭС [3,4].

Целью данного исследования был синтез метаванадата аммония (NH_4VO_3) из оксида ванадия (V) марки х.ч. и оксида ванадия (V), полученного из отходов производства серной кислоты – отработанных ванадиевых катализаторов (ОВК) типа сульфованадат на силикагеле (СВС). Метаванадат аммония является одним из компонентов для получения нетоксичного лакокрасочного пигмента желтого цвета – ортованадата висмута (BiVO_4), поэтому получение данного вещества из отходов производства является весьма актуальной задачей.

Способ получения соединений ванадия из ванадийсодержащих отходов (ОВК) включает следующие стадии [1,5]: 1) измельчение ОВК; 2) растворение ОВК в растворах серной кислоты при Т:Ж = 1:5, рН 1,2–1,3 и наложении ультразвукового поля (время обработки 5 мин); 3) восстановительное выщелачивание при Т:Ж = 1:5 в 0,01 М раствор Na_2SO_3 ; 4) отделение твердого остатка после выщелачивания; 5) термогидролитическое выделение V_2O_5 из растворов с предварительным окислением пероксидом водорода или персульфатом аммония соединений ванадия до высших валентных форм; 6) отделение V_2O_5 от раствора.

Состав полученного продукта, определенный на сканирующем электронном микроскопе JSM 5610 LV с системой химического анализа EDX JED 2201 JEOL (Япония) представлен в таблице.

Таблица – Состав выделенного из ОВК продукта

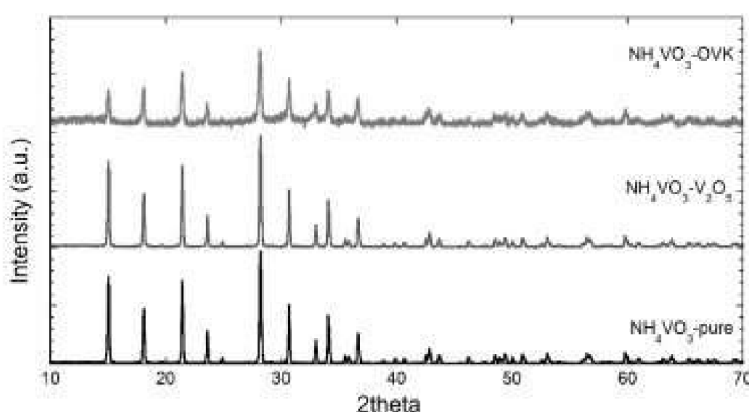
Способ выделения	Элемент	Мас.%	Соединение	Мас.%
Термогидролитическое осаждение V_2O_5 из растворов выщелачивания ОВК с предварительным окислением H_2O_2	O	42,63	–	0,00
	V	48,01	V_2O_5	85,70
	K	4,91	K_2O	5,92
	S	0,76	SO_3	1,90
	Si	2,03	SiO_2	4,34
	Fe	1,66	FeO	2,14
Термогидролитическое осаждение V_2O_5 из растворов выщелачивания ОВК с предварительным окислением $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	O	42,05	–	0,00
	V	48,52	V_2O_5	86,62
	K	5,22	K_2O	6,29
	S	0,96	SO_3	2,39
	Si	0,61	SiO_2	1,31
	Fe	2,64	FeO	3,40

Синтез метаванадата аммония проводили по следующей методике: в стакане емкостью 200 мл растворяли при нагревании 3,5 г Na_2CO_3 в 25 см³ воды. При температуре кипения вносили небольшими порциями 5 г оксида ванадия (V). Когда прекращалось выделение CO_2 , добавляли насыщенный раствор перманганата калия до исчезновения синей окраски раствора (при этом происходило окисление V^{4+} , содержащегося в качестве примеси в V_2O_5 . Образовавшуюся суспензию фильтровали несколько раз через один и тот же фильтр до тех пор, пока фильтрат не становится прозрачным. Осадок на фильтре промывали водой до отрицательной реакции промывных вод на ванадат-ионы (проба фильтрата, подкисленная 6 н. серной кислотой, не должна давать желтого окрашивания с перекисью водорода). Соединенные фильтраты нагревали до 60 °С и в горячий раствор вносили 15 г NH_4Cl в 25 см³ воды. Через несколько часов выпавшие кристаллы NH_4VO_3 отсасывали на воронке Бюхнера, промывали малыми порциями воды (по 5 см³) до отрицательной реакции промывных вод на хлорид-ионы и сушили на воздухе.

Для сравнения полученных результатов проводили два параллельных опыта: в первом случае в качестве сырья использовали V_2O_5 марки х.ч., а во втором – V_2O_5 , полученный при переработке ОВК.

Качественный состав синтезированных веществ определяли методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре D8 Advance Bruker AXS (Германия). Расшифровку рентгенограмм проводили с использованием базы данных международного центра стандартов JCPDS – ICDD. Состав полученных веществ представлен на рисунке.

Из представленных диаграмм видно, что качественный состав синтезированных образцов идентичен и полностью соответствует составу метаванадата аммония марки



х.ч. (NH_4VO_3 - pure). Таким образом, проведенные исследования показали возможность использования для синтеза метаванадата аммония соединений ванадия (V), полученных при переработке ОВК.

Рисунок – Сравнительный состав метаванадата аммония

Литература

- Орехова С. Е., Крышилович Е. В., Курило И. И. Способ переработки отработанных ванадиевых катализаторов сернокислотного производства. Патент ВУ № 17007. 2013.
- Крышилович Е.В., Курило И.И., Жарский И.М. Способ переработки отработанного ванадиевого катализатора. Патент ВУ № 21560. 2018.
- Zharski, I.M. Vanadium-containing wastes recycling for enterprises using fuel oil: high expectations / I.M. Zharski, S.E. Orehova, I.I. Kurilo [at al.] // Proceedings of BSTU. No.3. P. 3–6.
- Жарский И. М., Выделение ванадийсодержащих продуктов из шламов теплоэлектростанций / И.М. Жарский, И.И. Курило, И.В. Бычек, Е.В. Крышилович // Труды БГТУ. Химия и технология неорганич. веществ. 2013, № 3 (159). С. 3–8
- Крышилович, Е.В Выделение соединений ванадия из растворов выщелачивания термогидролитическим методом / Е. В. Крышилович, И. И. Курило, С. Е. Орехова [и др.] // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. хім. навук. 2013. № 1. С. 30–35.