

UOT 669.292.3.546.41-31.

A.X.Osmanova, Z.Ə.Cabbarova, S.X.Kələntərova, G.İ.Alışanlı
ARTN, M.Nağıyev adına Kataliz və Qeyri-üzvi Kimya İnstitutu
arzu084@mail.ru, zaremajabbar9@mail.ru
kalantarova1900@mail.ru, Alishanova91@mail.ru

ALUNIT FİLİZİNİN EMALINDAN ALINAN MƏHLULLARDAN QALLIUM VƏ VANADIUMUN QATILAŞDIRILIB ÇIXARILMASI

<https://doi.org/10.30546/2520-2049.73.1.2025.124>

Açar sözlər: alunit, vanadium, qallium, konsentrat, əhəng südü

Məqalədə alunit filizinin qələvidə həll olmasından alınan aluminatlı məhlullar sulfat turşusu ilə mərhələli neytrallaşdırmaqla əvvəlcə $\text{Al}(\text{OH})_3$, sonra isə $\text{Ga}(\text{OH})_3$ -in ayrı-ayrı çöküntülərinin şəraiti araşdırılmışdır.

pH-ı 12.5-13.8 arasında dəyişən qələvili alüminat məhlulu 1N sulfat turşusu ilə pH=9-9.5 -ə çatdırmaqla əvvəlcə 90%-ə kimi alüminium hidroksid, daha sonra isə turşu ilə neytrallaşdırmanı davam etdirərək pH-ın 6.8-7.5 qiymətində 90-98% -ə qədər qallium hidroksidin çökməsinə naol olunmuşdur. Galliumlu konsentratda qalliumun kütlə payı 0.25%-ə qədər yüksəlir. $\text{Al}(\text{OH})_3$ və $\text{Ga}(\text{OH})_3$ çöküntüləri ayrıldıqdan sonra alınan məhlulu qaynama temperaturuna qədər qızdırıb və 30-40 °C-ə kimi soyutmaqla ondakı Na_2SO_4 və K_2SO_4 duzlarının kristalları çökdürülür. Vanadatlı məhlulu 80-90 °C temperaturda 3 saat müddətində əhəng südü əlavə edib qarışdırmaqla ($\text{CaO}:\text{V}_2\text{O}_5 = 15:1$ kütlə nisbəti) $\text{Ca}_3(\text{VO}_4)_2$ çökdürülür. Alınan çöküntüdə V_2O_5 -in kütlə payı 2.4-3.0% -ə çatmış olur. Sonuncu $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ilə NH_4VO_3 şəklində çökdürülmüş və nəticədə onun 550 °C qızdırılmaqla parçalanmasından 98.5%-ə kimi təmizlikdə V_2O_5 almaq olur.

A.X.Османова, З.А.Джаббарова, С.Х.Калантарова, Г.И.Алышанлы

КОНДЕНСАЦИЯ И УДАЛЕНИЕ ГАЛЛИЯ И ВАНАДИЯ ИЗ РАСТВОРОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ПЕРЕРАБОТКЕ РУДА АЛУНИТА

Ключевые слова: алунит, ванадий, галлий, концентрат, гашеная известь

В статье исследованы условия поэтапного осаждения $\text{Al}(\text{OH})_3$ и $\text{Ga}(\text{OH})_3$ путем постепенной нейтрализации серной кислотой алюминатных растворов, полученных при растворении алунитовой руды в щелочи.

Щелочной раствор алюмината с pH 12,5-13,8 доводят 1n серной кислотой до pH=9-9,5 при этом осаждается до 90%, гидроксидом алюминия, а затем продолжая нейтрализацию кислотой при pH от 6,8-7,5 до 90-98% осаждается гидроксид галлия. Массовая доля галлия в галлиевом концентрате увеличивается

до 0,25%. После выделения осадка $\text{Al}(\text{OH})_3$ и $\text{Ga}(\text{OH})_3$ полученный раствор нагревают до температуры кипения и охлаждают до 30-40 °C, при этом выпадают кристаллы Na_2SO_4 и K_2SO_4 в осадок. $\text{Ca}_3(\text{VO}_4)_2$ осаждают добавлением известкового молока путем перемешиванием в ванадатный раствор при температуре 80-90 °C в течение 3 часов (массовое соотношение $\text{CaO}:\text{V}_2\text{O}_5 = 15:1$). Массовая доля V_2O_5 в полученном осадке достигает 2,4-3,0%. Далее $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ осаждают NH_4VO_3 , разлагают нагреванием при 550 °C и получают V_2O_5 чистотой до 98.5%.

A.Kh.Osmanova, Z.A.Jabbarova, S.Kh.Kalantarova, G.I.Alyshanly

C CONDENSATION AND REMOVAL OF GALLIUM AND VANADIUM FROM SOLUTIONS OBTAINED FROM THE PROCESSING OF ALUNITE ORE

Keywords: *alunite, vanadium, gallium, concentrate, slaked lime*

In the article, the conditions of the separate precipitates of $\text{Al}(\text{OH})_3$ and $\text{Ga}(\text{OH})_3$ were investigated by stepwise neutralization of aluminate solutions obtained from the dissolution of alunite ore in alkali with sulfuric acid.

The alkaline aluminate solution, whose pH ranged from 12.5-13.8, was brought to pH=9-9.5 with 1N sulfuric acid, and then up to 90% aluminum hydroxide was precipitated, followed by acid neutralization, which resulted in the precipitation of 90-98% gallium hydroxide at a pH of 6.8-7.5. The mass fraction of gallium in the gallium concentrate increased to 0.25%. After the $\text{Al}(\text{OH})_3$ and $\text{Ga}(\text{OH})_3$ precipitates were separated, the resulting solution was heated to boiling temperature and cooled to 30-40 °C, thereby precipitating the crystals of Na_2SO_4 and K_2SO_4 salts. $\text{Ca}_3(\text{VO}_4)_2$ is precipitated by adding lime milk to the vanadate solution at a temperature of 80-90 °C for 3 hours and stirring ($\text{CaO}:\text{V}_2\text{O}_5 = 15:1$ mass ratio). The mass fraction of V_2O_5 in the resulting precipitate reaches 2.4-3.0%. The latter is precipitated with $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ in the form of NH_4VO_3 , and its decomposition by heating to 550 °C yields V_2O_5 with a purity of up to 98.5%.

Giriş

Vanadium strateji metal olub, çoxlu miqdarda yüksək keyfiyyətli metallik ərintilərin, o cümlədən bərk polad növlərinin istehsalında az miqdarda isə katalizator kimi istifadə edilir [1, 2]. Son illər elektro, radio və mikrodalğalı qurğularda lazımı xassələrə malik yeni növ materiallar kimi qallium və vanadiumun birləşmələrinə nəzərə cərpacaq dərəcədə diqqət artırılmışdır.

Hal-hazırda vanadiumu uçucu zollardan, işlənmiş katalizatorlardan, titanomaqnetitlərdən, neftin emal məhsullarından, şlaklardan, qallium isə sink tərkibli polimetallik filizlərin emal məhsullarından və aluminum tərkibli filizlərin (boksit, nefelin və alunite) emalından yanaşı məhsul kimi alınır.

Ədəbiyyatda vanadium və qalliumun zollardan, şaklardan, qırmızı şlamdan çıxarılması haqqında məlumatlara rast gəlinir [3, 4, 5].

Aluminium tərkibli xammalın kompleks emalı zamanı emal məhsullarından qallium və vanadiumun çıxarılması probleminin aktuallığı, bu metalların az miqdarda istehsalı və filiz yataqlarında bu metalların miqdarının azlığı (1000-1500q/l) ilə müəyyən edilir.

Alunit filizi komponentlərin sayına görə kompleks xammal sayılır və emal zamanı ondan 40-a yaxın məhsul almaq olur [6]. Alunitlə işləyən Gəncə gil-torpaq zavodunda aşağıdakı məhsullar istehsal edilirdi: gil-torpaq (Al_2O_3), sulfat turşusu, kalium gübrəsi, xörək duzu. Vanadium və qalliumun istehsalı texnoloji sxemdə nəzərə alınsa da prosesin kimyasının hərtərəfli öyrənilməməsi səbəbindən istehsalatda bu mərhələni həyata keçirmək mümkün olmamışdır.

Alunitin kompleks emalı zamanı qallium və vanadium çıxarılmasına aid Şaxtaxtinski H.B və onun əməkdaşlarının [7] iki müxtəlif monoqrafiyalarının nəşr olunmasına baxmayaraq bu elementlərin qatılaşdırıb çıxarılması laboratoriya təcrübələrində yoxlanılmamışdır. Vanadium və qalliumun emal məhsullarında paylanma göstəricilərinə görə onların istehsalda harda toplanma biləcəyi haqqında məlumatlar monoqrafiyada yer almışdır.

Təqdim olunan məqalədə alunitin qələvidə emalı zamanı alınmış ana məhlullarda qalliumu vanadiumdan ayırmaqla, hər iki metalın çökdürülməsinin optimal parametrlərini tapmaq və çökmənin mexanizmini öyrənməkdir. Sonda prosesi sadələşdirməklə, qalliumu və vanadiumun çıxarılmasının iqtisadi cəhətdən sərfəli və ekoloji cəhətdən təhlükəsiz emal sxemini təklif etməkdir.

Tədqiqat işində məqsəd alunitin qələvidə emalından alınan alüminatlı məhlullardan qallium və vanadiumun qatılaşdırıb ayrı-ayrılıqda selektiv konsentratlar şəklində almaq və prosesin kimyasını aydınlaşdırmaqdır.

Təcrübi hissə

Tədqiqatın metodikası və obyekt: Tədqiqat zəylik alunit filizi yatağından gətirilmiş orta nümunə ilə aparılmışdır. Kimyəvi tərkibi aşağıdakı kimidir %: Al_2O_3 –24,09; SiO_2 – 31,09; Fe_2O_3 – 4,14; TiO_2 – 0,48; K_2O – 5,15; Na_2O – 0,23; SO_3 – 27,11; V – 0,0315; Ga – 0,003.

Alunit filizini qələvi məhlulunda həll etdikdə (bərk : maye fazalar nisbəti 1:5, qarışma sürəti 700 dövr/dəq, qələvinin qatılığı 110.9 q/l, $t=80^\circ\text{C}$, emal müddəti 60 dəq.) aşağıda göstərilən tərkibdə alüminat məhlulu alınır, q/l : 40.53-85.2q/l Na_2O , 40.8-75q/l Al_2O_3 , 0.678-0.76 q/l V_2O_5 , 0.124 q/l Ga_2O_3 , $K_m = 1.634$ -1.88 [8].

Alüminatlı məhlullarda qallium və vanadiumun qatılığı az olduğundan, ilkin təcrübədən alınan məhlullar dövrəyə qaytarılaraq onların qatılığı artırılmışdır. Dövrəyə qaytarmaqla qallium və vanadiumun qatılığının müəyyən həddə qədər qaldırmağa nail olunmuşdur: Ga=27.18 mg/l, V=234.74mg/l [9].

İstifadə olunan cihazlar: Təcrübələrdə alüminiumun miqdarı çökmə üsulu ilə, qallium və vanadiumun miqdarı isə fotometrik üsulla KFK-3 fotokolorimetrində ölçməklə aparılmışdır.

Təcrübələrdə məhlulun pH-ı turşu və qələvi əlavə etməklə HI2211 Munn cihazı ilə ölçülmüşdür.

Nəticələr və müzakirələr

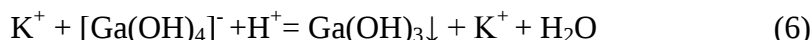
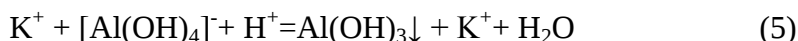
Alunit filizinin tərkibində olan alunit mineralında V^{3+} və Al^{3+} ionları izomorf əvəz olunur. Alunit mineralı qələvi məhlullarında asanlıqla həll olunaraq aluminatlara, qallatlara və vanadatlara çevrilir:



Alüminat məhlullarından qələvinin qatılığı 1-6mq/l aralığında olduğu üçün, məhlulda alüminium və qallium monomer ion formasında $[Al(OH)_4]^-$, $[Ga(OH)_4]^-$ olur.

Alüminium və qallium hidroksid şəklində çökdürmək üçün monomerdən hidroksid ionlarını ayırmaq lazımdır.

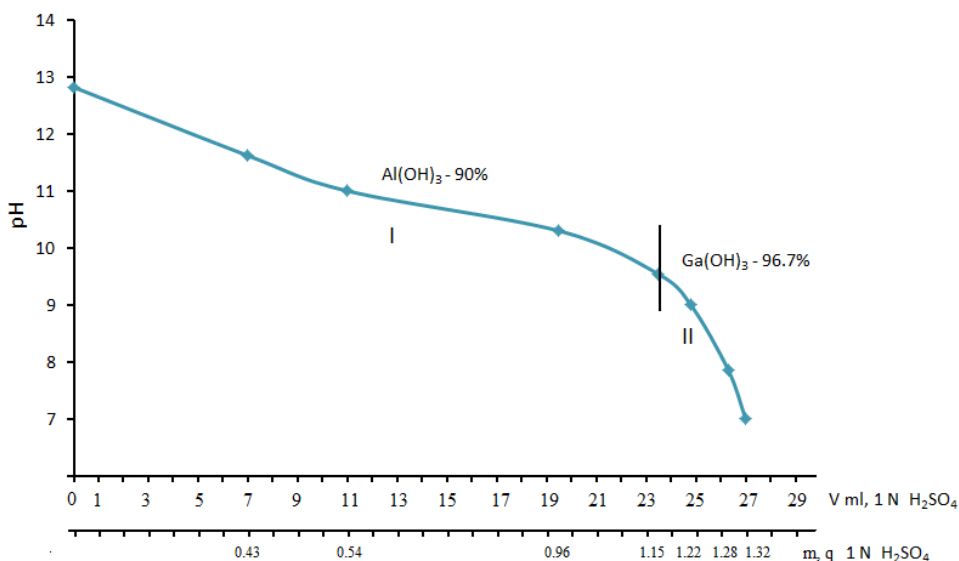
Alüminat məhluluna turşu əlavə edildikdə, turşudakı hidrogen ionu (H^+) monomerdən OH^- ionunu ayırır, bu da müvafiq olaraq $Al(OH)_3$ və $Ga(OH)_3$ -in çökməsinə səbəb olur.



Alüminat məhlullarını turşu ilə neytrallaşdırdıqda alüminium hidroksid qallium hidroksiddən tez çökür. Bunun səbəbi qələvi məhlullardan $Al(OH)_3$ və $Ga(OH)_3$ başlanğıc çökmə pH-ın fərqli olmasıdır. pH-ı 12.5-13.8 olan alüminat məhlullarından pH-ı 9.5-9,0 –a kimi azaltmaqla 90%-ə kimi $Al(OH)_3$ –i, pH 7.5-6.8 –ə qədər azaltmaqla isə 98%-ə kimi $Ga(OH)_3$ çökdürmək mümkün olur. Təhlillərdən (5) və (6) görüldüyü kimi bu reaksiyaları həyata keçirmək üçün alüminat məhlulundan sərbəst OH^- ionlarını neytrallaşdırmaq lazımdır. Bayer proseslərində boksit və nefelinin emalından alınan belə məhlulları karbon 4-oksidi ilə neytrallaşdırmaqla həyata keçirirlər. Karbon qazı su ilə

birleşib zəif karbonat turşusu əmələ gətirir. Bu turşu isə məhluldakı hidrokسيد ionunu neytrallaşdırır. Yuxarıda xatırladığımız kimi alunit filizinin tərkibində 27.11% SO_3 olduğundan və məhlulda emal zamanı qələvi metal sulfatları əmələ gətirdiyindən, tədqiqat işində də neytrallaşdırıcı reagent kimi duru sulfat turşusundan istifadə edilmişdir. Bu həm də aluminat məhlullarına kənar (CO_3^{2-}) ionun daxil edilməsinin qarşısını alır. CO_2 ilə neytrallaşma zamanı məhluldan qələvi metalların aluminatlı birləşməsi davsonit $[\text{NaAlCO}_3(\text{OH})_2]$ tərkibli çöküntünün əmələ gəlməsinə səbəb olur. Bu birləşmənin əmələ gəlməsi isə aluminiumun itkisinə səbəb olur.

Əvvəlcə H^+ ionlarının miqdarının məhlululunun pH-ının dəyişmə dinamikasına təsiri araşdırılmışdır. Nəticələr Cədvəl 1 və 2-də qrafiki olaraq isə Şəkil 1-də verilmişdir.



Şəkil 1. Aluminat məhlulunun pH-ın 1N H_2SO_4 məhlulu ilə neytrallaşdırılması əyrisi. I hissə Al(OH)_3 , II hissə isə Ga(OH)_3

Şəkil 1-dən görüldüyü kimi, pH-ın dəyişmə əyrisi iki sahədə özünü göstərir. 1-ci sahə pH-ın 12.8-9.5 intervalında dəyişməsinə, 2-ci sahə isə pH 9.5-7 qiymətlərində dəyişməsinə uyğun gəlir.

Alüminium və qallium hidrokسيدlərinin çökməsinə turşunun sərfi (ml; q) və pH-ın təsiri ($t=50^\circ\text{C}$)

pH-ı 12.82 olan 50 ml aluminat məhluluna 23.5 ml (çəkilə 1.152 qr) 1N H_2SO_4 məhlulu əlavə etdikdə, məhlulun pH-ı 9.5 qiymətinə kimi azalır. Bu isə məhluldakı aluminiumun 90%-ə qədər çökməsinə səbəb olur. Bu şəraitdə məhluldakı qalliumun 96.8%-i çökmüş olur (Cədvəl 1).

Cədvəl 1.

Alüminium və qallium hidroksidlərin çökməsinə turşu sərfi (ml, q) və pH-in təsiri ($V_{mah} = 50\text{ml}$, $pH_{baş} = 12.82$)

№	Məhlulun həcmi, ml	Neytrallaşmaya sərf olunan 1N H_2SO_4		Ana məhlulun pH	Turşu ilə neytrallaşandan sonra Na_2O mq	Al_2O_3		Ga_2O_3		V_2O_5
		ml	Q			Məhlulda olan, mq	Çökən%	Məhlulda olan, mq	Çökən%	Məhlulda olan mq
0.	50	0	0	12.82	2026.5	2040	-	6.2	-	38.0
1.	58.8	8.8	0.43	11.62	1674	897.6	56	6.2	-	38.0
2.	61	11.0	0.54	11.0	1585.74	714	65	6.18	0.32	37.95
3.	69.5	19.5	0.96	10.3	1242.91	367.2	82	5.9	4.49	37.8
4.	73.5	23.5	1.152	9.54	1086.09	204	90	5.60	9.68	37.9
5.	74.8	24.8	1.215	9.0	1034.7	173.4	91.5	2.66	57.0	38.0
6.	76.3	26.3	1.280	7.86	981.61	51.0	97.5	0.5704	90.8	38.0
7.	77	27.0	1.323	7.0	946.5	8.16	99.6	0.06	96.77	37.5

pH-ı 13.0, həcmi 100 ml olan aluminat məhlulunda (Cədvəl 2) komponentlərin qatılığı: Al_2O_3 -74.5q/l; Na_2O - 85.2 q/l; V_2O_5 - 0.687 q/l; Ga_2O_3 - 0.124 q/l. pH-in 9.5 qiymətinə kimi neytrallaşmasına cədvəl 1-dəki rəqəmlə müqayisədə 46.8ml (çəkilə 2.29 q) 1N H_2SO_4 məhlulu sərf olunur. Bu zaman məhluldan 90.05% alüminium, 18%-ə kimi qallium çökmüş olur (Cədvəl 2).

Cədvəl 2.

Aluminium və qallium hidroksidlərinin çökməsinə turşu sərfi (ml; q) və pH-in təsiri ($t=50^\circ C$)

№	Məhlulun həcmi, ml	Neytrallaşmaya sərf olunan 1N H_2SO_4		Ana məhlulun pH-ı	Turşu ilə neytrallaşandan sonra Na_2O Mq	Al_2O_3		Ga_2O_3		V_2O_5
		ml	Q			Məhlulda olan, mq	Çökən%	Məhlulda olan, mq	Çökən%	Məhlulda olan, mq
0.	100	0	0	13.0	4053	4080	0	12.4	0	67.8
1.	117.8	17.58	0.861	11.6	3348	1795.2	56	12.4	0	67.7
2.	122	22.02	1.08	11.1	3170	1428	65	12.3	0.23	67.8
3.	139	39	1.911	10.4	2486	734.4	82	12.26	1.1	67.8
4.	146.8	46.8	2.29	9.5	2172	406	90.05	10.168	18	67.5
5.	149.6	49.6	2.43	9.0	2070	347	91.49	5.82	53.0	67.2
6.	152.6	52.6	2.58	7.8	1963	101.5	97.51	1.24	90	67.1
7.	154.2	54.2	2.65	7.0	1893	16.2	99.4	0.1	99.4	67.2

Təcrübələrlə alüminium hidroksidin 90%-i, qallium hidroksidin isə 10%-ni çökdürə bilən optimal pH-in 9.5 götürülməsi təklif olunur. Qallium hidroksidin isə tam çökməsi 96.77% pH-in 7.0 qiymətində baş verir (Cədvəl 3).

Cədvəl 3-də ana məhlulun tərkibindəki Na_2O , Al_2O_3 , V_2O_5 və Ga_2O_3 -ın pH-dan asılı olaraq qatılığının dəyişməsi göstərilmişdir. Cədvəldən göründüyü kimi pH-ın 12.82-7.0 qiymət intervalllarında məhluldakı V_2O_5 -in qatılığı demək olar ki, dəyişməz qalır (0.67q/l).

Cədvəl 3.

Alunit filizinin emalından alınan məhlullardan Al,Ga və V-un pH –dan asılı olaraq qatılığının dəyişməsi

№	Məhlulun pH dəyişməsi	Na_2O -in qatılığı, q/l	Al_2O_3		Ga_2O_3		Məhlulda olan, V_2O_5 q
			Məhlulda olan qatılığı, q	Çökən,%	Məhlulda olan qatılığı, q	Çökən %	
0.	12.82	40.53	40.8	-	0.124	-	0.678
1.	11.62	33.48	17.94	56	0.124	-	0.678
2.	11,0	31.70	14.28	65	0.12.3	0.32	0.670
3.	10.3	24.84	7.34	82	0.118	4.49	0.670
4.	9.54	21.72	4.08	90	0.112	9.68	0.675
5.	9.0	20.69	3.48	91.5	0.0513	57.00	0.673
6.	7.86	19.63	1.02	97.5	0.0114	90.8	0.672
7.	7.0	18.93	0.16	99.6	0.0012	96.77	0.671

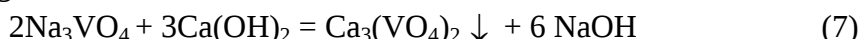
Qələvi metalların vanadatlı məhlullarından vanadiumun kalsium-vanadat şəklində çökdürülməsi

Aluminium və qallium hidroksidlərindən ibarət çöküntülər ayrıldıqdan sonra ana məhlul natrium vanadat, natrium sulfat və kalium sulfat duzlarından ibarət olur. Əvvəlcə məhlul qaynama temperaturuna qədər qızdırılıb, 30-40 °C temperaturda soyudulduqda, məhluldakı qələvi metal sulfatı duzları kristallaşaraq natriumvanadat duzundan ayrılır. Buxarlanmadan sonra alınan məhlullarda vanadiumun qatılığı 0.5-1.0 q/l-ə çatır.

Aluminium və qallium hidroksidləri çökdürüləndən sonra pH=7 olan natrium (kalium) sulfatlı, vanadatlı məhlul yuma məhlulları ilə qarışdırılıb 70-80 °C temperatura kimi qızdırılır və 1/2 hissə qalana qədər buxarlandırılır. 30-40 °C-ə kimi soyudulan məhlulda qələvi metal sulfatlı duzlar (Na_2SO_4 , K_2SO_4) kristallaşaraq natriumvanadatdan ayrılırlar

Məlumdur ki, vanadat turşusunun duzları ağır metal ionları (Fe^{3+} , Pb^{2+} , Ba^{2+}) və kalsium ionu ilə çətin həll olan vanadatlar əmələ gətirir. Tərəfimizdən vanadiumun əhəng südü vasitəsi ilə çökməsi şəraiti araşdırılmışdır. İlk anda təcrübələr model məhlullarda yoxlanılmış, sonra isə texnoloji məhlullarda aparılmışdır. Alınan məhlullardan vanadium əhəng südü ilə (ГОСТ 9262-77) çökdürülmüşdür. Təcrübələr vanadiuma görə qatılığı 3 müxtəlif miqdarda olan məhlullarda (0.68mq/l, 1mq/l, 1.5mq/l) aparılmışdır.

Na_3VO_4 olan məhlulu yenidən 85°C -ə qədər qızdırıb üzərinə hissələrlə sönmüş əhəng məhlulu əlavə edilir:



Məhlulda Na_3VO_4 qatılığını sabit saxlanmaqla əhəng südünün qatılığı dəyişdirilir: 1:1-18:1 nisbətinə kimi (Cədvəl 4-6). Göründüyü kimi, məhluldan 95%-dən çox olan vanadatı 15:1 nisbətində çökdürmək olur. Çökmə müddətinin tədqiqi göstərdi ki, vanadiumun tam çökməsi 3 saat müddətində tam başa çatır. Alınan vanadatlı konsentratda V_2O_5 -in kütlə payı 2-3% arasında dəyişir. Konsentratın tərkibində olan əvvəlki mərhələdə tam çökməyən sulfatlı duzlar kimyəvi cəhətdən vanadiumla bağlı olmadıqları üçün, asanlıqla konsentratın tərkibindən su ilə yuyulmuş olur. Alınan vanadiumlu çöküntü süzülür, quruducu sobada qurudulur.

V_2O_5 -in ilkin qatılığı 0.68 q/l, $t=85-90^\circ\text{C}$; qarışma vaxtı 3 saat, $\text{Na}_2\text{O} - 50$ q/l olduqda aparılan çökmə nəticələri cədvəl 4-də öz əksini tapmışdır.

Cədvəl 4.

$\text{CaO}:\text{V}_2\text{O}_5$ kütlə nisbətinin $\text{Ca}_3(\text{VO}_4)_2$ -in çökmə faizinə təsiri

$\text{CaO}:\text{V}_2\text{O}_5$	1:1	3:1	6:1	8:1	10:1	12:1	15:1	18:1	20:1
Çökmədən sonrakı məhlulda qatılığı, q/l	0.596	0.427	0.254	0.17	0.09	0.05	0.035	0.018	0.008
Məhlulda qalan, %	87.6	62.8	37.4	25	12.8	7.4	5,1	2,6	1,2
Məhluldan çökən, %	12.4	37.2	62.6	75	87.2	92.6	94.9	97.4	98.8

Alınan vanadiumlu konsentratda V_2O_5 -in kütlə payı 2.4%-ə çatır.

V_2O_5 -in ilkin qatılığı 1.5q/l, $t=80-95^\circ\text{C}$, qarışma vaxtı 3 saat, Na_2O q/l-48.6 q/l olduqda vanadiumun çökməsi başqa cür müşahidə olunur:

Cədvəl 5.

$\text{CaO}:\text{V}_2\text{O}_5$ kütlə nisbətinin $\text{Ca}_3(\text{VO}_4)_2$ -in çökmə faizinə təsiri

$\text{CaO}:\text{V}_2\text{O}_5$	1:1	3:1	6:1	8:1	10:1	12:1	15:1	18:1	20:1
Çökmədən sonra məhlulda V_2O_5 qatılığı, q/l	1.4	1.05	0.56	0.25	0.20	0.18	0.10	0.04	0.03
Məhlulda qalan, %	93.3	70	37.3	16.66	13.33	12.0	6.66	2.66	2.0
Məhluldan çökən, %	6.7	30	62.7	83.34	86.67	88	93.4	97.34	98.0

Alınan vanadiumlu konsentratda 3% V_2O_5 var.

V_2O_5 -in ilkin qatılığı 1 q/l, $t=80-95^\circ\text{C}$; qarışma vaxtı 3 saat, $\text{Na}_2\text{O}=48.2$ q/l olduqda alınan nəticələr aşağıdakı kimidir.

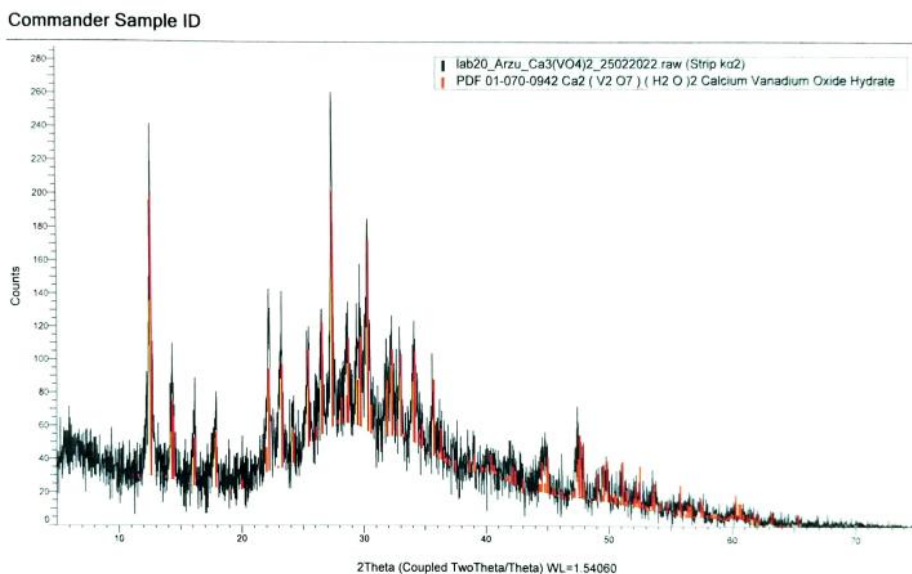
Cədvəl 6.

CaO:V₂O₅ kütlə nisbətinin Ca₃(VO₄)₂-in çökmə faizinə təsiri

CaO:V ₂ O ₅	1:1	3:1	6:1	8:1	10:1	12:1	15:1	18:1	20:1
Çökmədən sonra məhlulda V ₂ O ₅ qatılığı, q/l	0.80	0.62	0.26	0.20	0.18	0.16	0.12	0.08	0.06
Məhlulda qalan, %	80	62	26	20	18	16	12	8	4
Məhluldan çökən, %	20	38	74	80	82	84	88	92	96

Alınan vanadiumlu konsentratda V₂O₅-in kütlə payı 2.85%-ə çatır. Təklif olunan üsul Azərbaycan Respublikası Əqli Mülkiyyət Agentliyində patentləşdirilmişdir. Patent № İ 20230073.

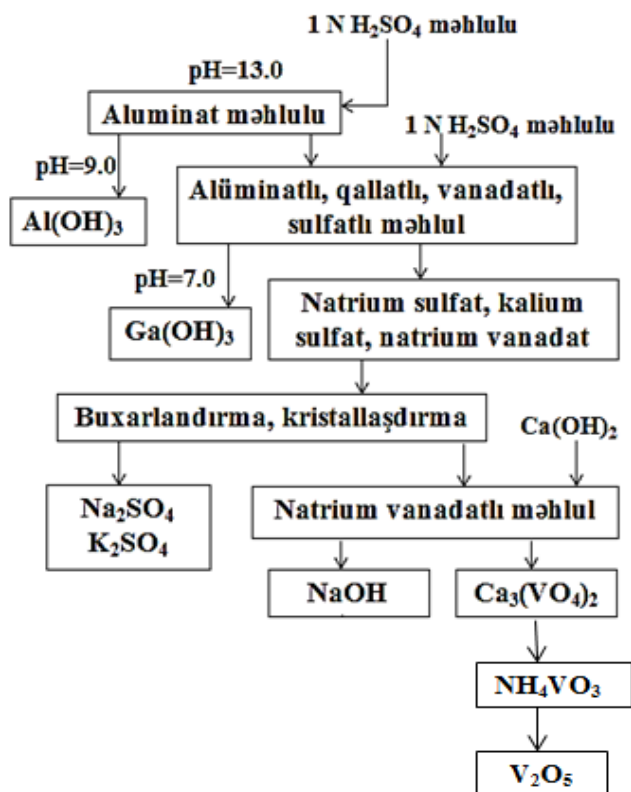
Təcrübə nəticəsində alınan kalsium vanadat duzları qarışığını RFA analizi çəkilməmişdir (Şəkil 2)



Şəkil 2. Natrium vanadat məhlulundan alınan vanadiumlu konsentratın CaO ilə çökdürülməsi zamanı alınan Ca₃(VO₄)₃ və Ca₂(V₂O₇) difrakqraması

Alınan kalsium vanadat çöküntüsünün tapılmış optimal şəraitdə (t=90 °C, vaxt 1 saat, pH=7.5) ammonium sulfat duzu məhlulunda həll etməklə 85% vanadiumu NH₄VO₃ duzuna çevirmək olur. Sonuncu məhsulu isə 550 °C temperaturda parçalamaqla 98.5% təmizlikdə V₂O₅ almaq olur.

Sonda aluminat məhlulundan alüminium, qallium və vanadium konsentratlarının çıxarılmasını əks etdirən texnoloji sxem təklif olunur.



Şəkil 3. Alüminat məhlullarından alüminium, vanadium və qallium konsentratlarının alınmasının prinsipial texnoloji sxemi

Nəticə

Durulaşdırılmış sulfat turşusu məhlulu ilə alüminatlı məhlulların pH-nı (12.5-13.8) aşağı salmaqla əvvəlcə alüminium hidroksid (pH=9-9.5), daha sonra isə qallium hidroksid (pH=6.8-7.5) çökdürülmüşdür. Çöküntülər ayrıldıqdan sonra, qələvi metal sulfatları olan məhlul qaynayana qədər qızdırılmış və 30-40 °C –yə kimi soyudulmaqla vanadatlı məhluldan ayrılmışdır. Natrium vanadat olan məhlullar 85°C-90°C temperaturda 3 saat müddətində əhəng südü əlavə edilməklə (Ca:V₂O₅=15:1) kütlə nisbətində Ca₃(VO₄)₂ çökdürülmüşdür. Sonuncu çöküntünün induviduallığı RFA ilə təsdiqlənmişdir. Sonuncunun NH₄VO₃ şəklində çökdürülməsi və onun 550 °C qızdırılmaqla parçalanmasından 98.5%-ə kimi təmizlikdə V₂O₅ almaq olur.

ƏDƏBİYYAT

1. Font O, Querol X, Juan R., Ruiz C.R., Lopez Soler A, Coca. P, Garcia Pena F. Recovery of gallium and vanadium from gasification fly ash / Journal of Hazardous materials. 2007 Jan 31; 139 (3): 413-23, equb 2006.
2. Schemei R., Rodrigues D., Salazar R. Method for leaching and recovery vanadium from bearing by-product materials, 1985, no U.S. Patent № 4539286.
3. Oriol F., Xavier Q., Roberto J., Raquel C., Carmen R.K., Angel L.S. Recovery gallium of gallium and vanadium from gasification fly ash.// Journal of Hazardous Materials,2007, A 139, p413-423.
4. Chen X.Y., Lan X.Z. Zhang Q.L., Ma H.Z., Zhon J. Leaching vanadium by high consentarion sulfuric acid from stone coal // Trans Nonfer Met.Soc. China, 2010 , 20, p. 123-126.
5. Tsuboi L., Kasai S., Kunugita İ., Komosova. Recovery of gallium and vanadium from coal fly ash.// J.Chen İng., 24.1991,15-20.
6. Каукай М.А. Алуниты, их генезис и использование.Т.2., М: Недра , 1970, 320 с.
7. Шахтактинский Г.Б., Гусейн-заде С.М., Халилов Х.С. Попутное извлечение пятокиси ванадия при комплексной переработке алунитов. – Баку: ЭЛМ. – 1974. – 91 с.
8. Geydarov A.A., Kashkai Ch.M., Alyshanly G.İ. Z.A.Jabbarova. Processing Of Zaglik Alunite Ore By Heap And Tank Leaching Processing Of Zaglik Alunite ore by heap and tank leaching. Azerbaijan Chemical Journal, 2021, № 2, p 42-49.
9. Osmanova A.Kh., Geidarov A.A. Study of conditions for the associated extraction of vanadium and gallium during alkaline leaching of raw alunite ore // Azerbaijan Chemical Journal 2023 №1, p. 90-96.

Redaksiyaya daxil olub 01.09.2024