

用钼铅矿制取钼酸铵的试验

44-48

邹著适

0614.612

(广州摄影化学材料厂)

摘要: 本文介绍了用钼铅矿制取钼酸铵的原理和方法, 并对钼铅矿的综合利用指出了方向。

一、前言

过去生产钼酸铵多用辉钼矿。钼铅矿多被当作铅矿使用, 所含钼则随烟尘而损失。为了充分利用国家资源和为发展钼类产品提供新的原料, 我们进行了用钼铅矿制取钼酸铵的试验。结果证明利用钼铅矿完全可以生产出合格的钼酸铵。我们不是采用辉钼矿生

产钼酸铵的传统的氨法工艺, 而是采用硫化钠浸出钼酸铵, 沉淀法除砷, 硫杂质和两次酸析的新工艺。

二、试验部分

(一) 工艺流程

用钼铅矿制取钼酸铵的工艺流程见图1。

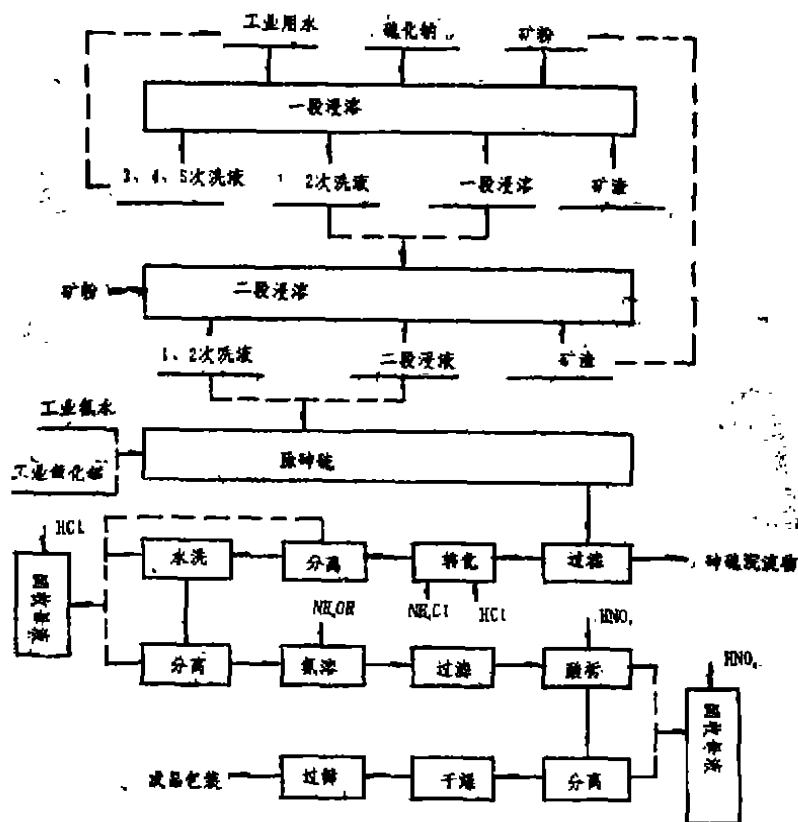


图1 用钼铅矿制取钼酸铵工艺流程

(二) 从钼铅矿提取钼酸钠**1. 矿石的加工**

经分析结果钼铅矿的主要化学成分如表1所示。

表1 钼铅矿的主要化学成分

主要元素	Mo	Pb	As
%	11	25	0.33

钼铅矿的硬度不大, 不需要经过颞式破碎机破碎就可以直接加入球磨机粉碎过筛,

80孔/25.4mm以上矿粉即可。

2. 用硫化钠浸出钼酸钠**a. 一段浸溶**

根据分析矿中钼含量, 按理论计算每10kg矿粉需硫化钠1.38kg。为提高钼的浸出率, 一段浸溶时硫化钠加入量过量50%, 所以10kg钼铅矿一段浸溶时硫化钠加入量为2kg。

操作方法

将2kg硫化钠溶于15kg水中, 煮沸, 徐徐加入矿粉10kg, 煮沸1小时后, 放入沉淀槽中沉淀。上清液和洗液经分析结果如表2所示。

表2 浸液和洗液的主要成分

	重量(kg)	Mo(g/kg)	As(g/kg)	S(g/kg)	钼收率(%)
一段浸液	6	105	3	12.60	57.2
一次洗液	7	45	2	4.90	28.6
二次洗液	7	11	0.44	1.33	7.00
三次洗液	8.5	5	0.16	0.56	3.86
四次洗液	7	1.98	0.067	0.30	1.26

将一、二洗液和浸液合并得综合液, 其成分如表3所示。

表3 一段综合液的主要成分

重量(kg)	Mo(g/kg)	As(g/kg)	S(g/kg)	钼收率%
20	51	1.75	6.00	92.8

从表2、3可见, 浸液和一、二次洗液的钼的收率达92.8%, 而三、四次洗液的钼收率为5.12%, 总收率为97.92%。

浸渣经第五次洗涤后含钼量为0.2%以下。但可当作铅矿使用。

b. 二段浸溶

为了除去硫化钠的过量部分, 并节约硫化钠, 必须进行二段浸溶。

取表3的综合液15kg, 煮沸, 徐徐加入矿粉2.7kg, 煮沸反应1小时后, 放入沉淀槽澄清。上清液和一、二次洗液混合得二段综合液, 其成分如表4所示。

表4 二段浸液的主要成分

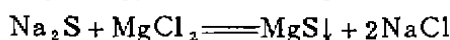
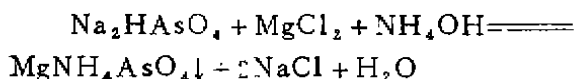
重量(kg)	Mo(g/kg)	As(g/kg)	S(g/kg)
20.5	43	3.80	2.88

二段浸溶的矿渣, 钼的浸出不完全, 尚有 6.7% 的钼。此矿渣留于第二周期搞一段浸溶时作矿粉使用。

c. 用沉淀法除砷、硫

基本原理

根据在氨性溶液中, 砷、硫和氨镁合剂反应生成砷酸铵镁和硫化镁沉淀。反应式如下:



工艺条件及操作方法

取二段浸溶综合浓缩液 15kg, 其成分如表5所示。

表5 二段浸液浓缩液主要成分

Mo(g/kg)	As(g/kg)	S(g/kg)
120	4.4	5.9

加入工业氯化镁 1.9kg (氯化镁用水溶解, 过滤, 即可使用), 工业氨水 4kg, 搅拌均匀, 煮沸 30 分钟, 冷却至 50℃ 以下, 过滤, 滤液成分如表6所示。

表6 除砷、硫后滤液的主要成分

Mo(g/kg)	As(g/kg)	S(g/kg)
93	0.045	0.64

砷、硫沉淀物经水洗四次, 烘干, 分析, 其主要成分如下:

Mo%	As%
0.3	20

此沉淀物可以用作制农药的原料。

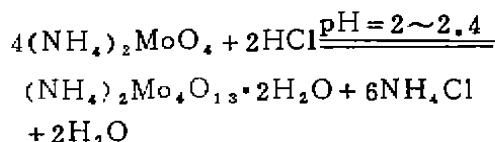
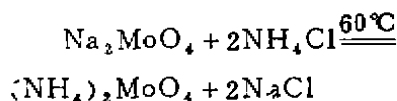
经除砷、硫后得的滤清液——钼酸钠溶液, 经过浓缩、结晶、分离、烘干、筛分、包装, 可作商品钼酸钠出售, 也可作为半成品交下一工序生产钼酸铵。

(三) 从钼酸钠制取粗品钼酸铵

1. 转化

a. 原理

钼酸钠水溶液在 60℃ 下能与氯化铵反应生成正钼酸铵, 随即用盐酸酸析, 调至 pH = 2~2.4, 转化成四钼酸铵。反应式如下:



b. 工艺配方

取表6成分中的钼酸钠溶液 6kg (折算成钼酸钠晶体为 1.45kg), 根据理论计算需加入含量为 98% 的氯化铵为 0.75kg, 为了提高钼酸钠的转化率, 需氯化铵的加入量应量 30%, 即实际加入氯化铵为 0.78kg。

c. 操作方法

按配方称准表6成分的钼酸钠溶液 6kg 放入转化锅, 升温至 60℃, 随后加入氯化铵 0.98kg。搅拌溶解后, 徐徐加入盐酸, 加盐酸先快后慢, 以免造成激烈反应溢出或过量, 调至 pH = 2~2.4, 让其静置沉降 2 小时后, 才固液分离。

2. 水洗

a. 原理

根据四钼酸铵在水中的溶解度小, 而氯化铵和氯化钠的溶解度大, 采用水洗方法除去钠和氯离子。

b. 工艺条件

四钼酸铵: 水 = 1:3~4 (重量)。

水洗温度: 30~40℃。

c. 操作方法

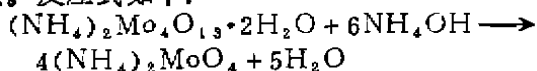
将晶状或粉状四钼酸铵称重, 置于水洗锅中, 第一次水洗加入为四钼酸铵重量1.5倍的水, 充分搅拌, 静置沉降, 泌出洗水; 第二次水洗加入为四钼酸铵重量相等的水, 充分搅拌, 静置沉降, 泌出洗水; 第三次水洗, 加入为四钼酸铵重量0.5~1倍的水, 充分搅拌, 用离心机甩干。母液水和洗水集中, 用盐酸调至 pH=1~0.5, 回收钼酸。

(四) 粗品钼酸铵的精制

1. 粗品钼酸铵重溶

a. 原理

四钼酸铵在氨性溶液中转变成正钼酸铵。反应式如下:



b. 工艺条件

溶液比重 = 1.15~1.16。

溶液 pH = 8.5~9.0。

工艺配方: 粗品四钼酸铵: 水: 氨 = 1: 2.5: 0.6~0.8

c. 操作方法

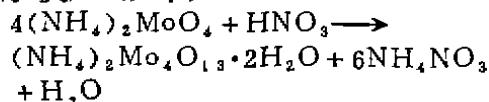
将称准的粗品四钼酸铵放入溶解锅中, 然后加入计量好的纯水和氨水, 搅拌完全溶解, 并调至溶液比重为 1.15~1.16, pH =

8.5~9.0 静置沉降 (必要时加入适量除杂剂如 MgCl_2 或 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$), 过滤。

2. 酸析

a. 原理

正钼酸铵溶液预热至温度 30~40℃ 时, 用硝酸酸析。随着酸度逐渐增加, 当调至 pH = 2~2.4 时, 正钼酸铵变成四钼酸铵析出。反应式如下:



b. 工艺条件及操作方法

将正钼酸铵滤清液放入酸析锅中, 在充分搅拌下徐徐加入硝酸。加硝酸应先快后慢, 最后调至 pH = 2~2.4, 让其静置沉降 2 小时后才固液分离, 离心甩干。母液用硝酸调至 pH = 1~0.5, 回收钼酸。

3. 精品四钼酸铵干燥、过筛和包装

精品四钼酸铵在加热下除去水分, 使 MoO_3 含量 $\geq 84\%$, 干燥温度控制在 100℃ 以下, 粉碎后过 40 孔/25.5mm 筛, 得成品包装。

三、原料规格及消耗定额

用钼铅矿制取钼酸铵采用的主要原料的规格及消耗定额如表 7 所示。

表 7 原料规格及消耗定额

原料名称	规格 含量 %	消耗定额 (t/t 钼酸铵)	
		I	II
钼 铅 矿	Mo = 11	6~6.5	
粗品钼酸钠 (用钼铅矿生产)	Mo = 38		1.6~1.65
氯化铵	98	0.8~0.85	0.8~0.85
盐 酸	工业级	1.8~2.0	1.8~2.0
氨 水	工业级	1.6~1.8	1.6~1.8
硫化钠	工业级	1.1~1.20	
氯化镁	工业级	1.1~1.20	
硝 酸	工业级	1.1~1.2	1.1~1.2

食品添加剂 磷酸钾

四、结束语

1. 采用本工艺技术从钼铅矿制取钼酸铵, 在投产后已生产了8吨多符合出口标准的钼酸铵, 全部销售出口, 获得一定的经济效益和社会效益。工艺技术是合理的, 经济上也是合算的。

2. 钼铅矿含有Mo、Pb、V、As多种元素, 可以综合利用, 提取钼后的残渣, 可作铅矿, 用沉淀法除砷、硫后所得沉淀物含As 20%以上, 可用作制农药的原料。

3. 本工艺技术用硫化钠浸出钼时, 钼的收率可达98%以上, 可以处理低品位钼矿, 值得推广应用。

参考文献(略)

Experiments on Ammonium Molybdate Preparation from Molybdenum Lead Ore

Zou Zhushi

(Guangzhou Photo Chemicals Factory)

Abstract

Principles and methods of preparation of ammonium molybdate from molybdenum-lead ore are introduced. Directions regarding the comprehensive use of molybdenum-lead ore are pointed out.

新型食品添加剂碳酸钾

廖 耿

(广州化学试剂二厂 光明食品添加剂厂)

摘要: 本文报导了用工业碳酸钾提纯为食品添加剂碳酸钾的中型试验, 本试验采用化学方法除去有害杂质, 成功地制备出质量达到“美国食品化学法典”标准要求的碳酸钾, 填补华南地区空白。

一、前言

食品添加剂碳酸钾为白色晶体, 无臭, 带强碱味, 吸湿性强, 极易溶于水, 水溶液呈强碱性。在100℃时失去结晶水。

该产品适用于面制食品, 作为面条品质改良剂, 可增加面条的延展性和弹性, 易煮熟, 滑利爽口, 且可抑制面条变酸。作为缓

冲剂或碱性剂, 用于面包、馒头、糕点等发酵面团, 以中和其酸性。对要求低钠的食品, 碳酸钾可替代碳酸钠用于有关膳食。

食品添加剂碳酸钾虽被国家列入添加剂使用名单, 但至今广东省内尚未有厂家生产食用级碳酸钾, 故此, 广州市科委将“食品添加剂系列产品开发—碳酸钾等”列入一九九二年广州市行业重点科技项目, 并将该项目

68-50

T/202