

钼酸铵氧化钼复盐溶解性能研究

张永强¹, 陈锡宏²

(1. 燕山大学环境与化学工程学院, 河北秦皇岛 066004 2. 秦皇岛腈纶厂)

摘要 研究了难溶复盐钼酸铵氧化钼的标准溶度积常数和不同温度下的溶解度, 测定了同离子效应对溶解度的影响, 并用红外光谱分析了其解离形式。实验结果表明 25 ℃ 的 $K_{sp} = c^4(\text{NH}_4^+) \cdot c^2(\text{MoO}_4^{2-}) \cdot c^3(\text{MoO}_3) = 2.13 \times 10^{-13}$, 溶解度随温度的升高显著增加, 在有氯化铵存在下溶解度明显减小。所得结果对生产具有指导作用。

关键词 钼酸铵; 氧化钼; 氯化铵

中图分类号: TQ136.12 文献标识码: A 文章编号: 1006-4990(2005)12-0020-02

The study on the solubility of compound salt ammonium molybdate · molybdenum trioxide

Zhang Yongqiang¹, Chen Xihong²

(1. College of Environmental and Chemical Engineering, Yanshan University Hebei Qinhuangdao 066004, China;

2. Qinhuangdao Acrylic Fibre Factory)

Abstract The standard solubility product and solubility of compound salt ammonium molybdate · molybdenum trioxide at 0 ~ 100 ℃ condition are studied. The same ion effect on its solubility is determined. Its dissociation mode is determined by infrared spectroscopy. The experiment results show that $K_{sp} = c^4(\text{NH}_4^+) \cdot c^2(\text{MoO}_4^{2-}) \cdot c^3(\text{MoO}_3) = 2.13 \times 10^{-13}$ at 25 ℃. The solubility and solubility product of the compound salt increase with the temperature rising and the solubility decreases in the presence of NH_4Cl solution.

Key words ammonium molybdate; molybdenum trioxide; ammonium chloride

文献 [1] 中介绍了用低品位钼精矿生产氧化钼的新工艺路线, 其主要特点是从浸出液中直接沉淀出钼酸铵氧化钼难溶复盐, 经过滤、洗涤, 在 450 ~ 500 ℃ 下煅烧, 即得工业氧化钼产品, 钼的质量分数不低于 60%, 钼的回收率大于 96%。本文研究该难溶复盐的溶解性能, 以便获得基础数据并对生产工艺提供理论指导。

1 实验材料与方法

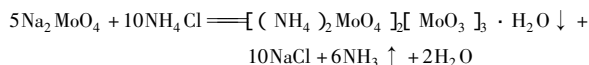
1.1 实验材料

721 分光光度计, 超级恒温水浴。钼酸钠, 氯化铵, 浓硫酸, 硫酸铜, 硫氰酸钾, 硫脲, 均为化学纯。

1.2 实验方法

1.2.1 钼酸铵氧化钼复盐的制备

复盐 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 \cdot 2[\text{MoO}_3]_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 由钼酸钠溶液与固体氯化铵混合物加热反应生成, 反应式为:



此复盐在水中是难溶物, 溶液的 pH、反应物含

量等对沉淀速率有较大影响。

1.2.2 检量线的绘制

采用钼酸钠标样, 在硫酸介质中以硫酸铜 - 硫脲为还原剂, 钼与硫氰酸盐形成橙黄色的络合物, 进行钼的比色测定, 绘制质量浓度 - 吸光度标准曲线, 见图 1。

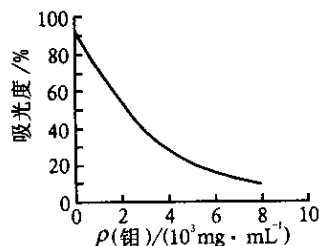


图 1 质量浓度 - 吸光度标准曲线

1.2.3 溶液中钼含量的测定

分别在 0 ~ 100 ℃ 对复盐进行溶解, 恒温 24 h, 用分光光度法测定溶液的吸光度, 对照标准曲线确定钼含量, 计算复盐的溶解度和溶度积。

2 实验结果分析与讨论

2.1 复盐的解离形式

取难溶复盐的饱和溶液进行红外光谱分析,结果如图 2 所示。由图 2 可知,680 cm^{-1} 处为氧化钼的吸收峰,2 084 cm^{-1} 处为多钼酸根离子的吸收峰,1 636 cm^{-1} 与 3 444 cm^{-1} 处为铵离子及其氢键的吸收峰,说明溶液中存在 MoO_3 , NH_4^+ , MoO_4^{2-} , 则其解离形式为:

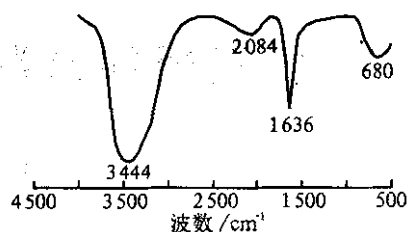
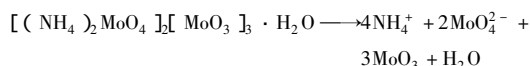


图 2 复合钼酸盐水溶液的红外光谱图

2.2 复盐在不同温度水中的溶解度

在 0, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 $^{\circ}\text{C}$ 下测定了复盐在溶解平衡时的溶解度,实验结果见表 1。

表 1 复盐在不同温度下的溶解度和溶度积

温度/ $^{\circ}\text{C}$	$\rho(\text{钼})/(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	$c(\text{MoO}_4^{2-})/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	$c(\text{NH}_4^+)/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	$c(\text{MoO}_3)/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	$S/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	K_{sp}
0	0.245	2.55×10^{-3}	5.10×10^{-3}	3.82×10^{-3}	1.28×10^{-3}	2.46×10^{-22}
25	2.41	2.51×10^{-2}	5.02×10^{-2}	3.76×10^{-2}	1.26×10^{-2}	2.13×10^{-13}
30	3.11	3.24×10^{-2}	6.48×10^{-2}	4.86×10^{-2}	1.62×10^{-2}	2.12×10^{-12}
40	3.86	4.02×10^{-2}	8.04×10^{-2}	6.03×10^{-2}	2.01×10^{-2}	1.48×10^{-11}
50	5.02	5.23×10^{-2}	1.04×10^{-1}	7.84×10^{-2}	2.61×10^{-2}	1.54×10^{-10}
60	9.33	9.72×10^{-2}	1.94×10^{-1}	1.46×10^{-1}	4.86×10^{-2}	4.16×10^{-8}
70	11.9	0.124	0.248	0.186	6.20×10^{-2}	3.74×10^{-7}
80	16.4	0.171	0.342	0.256	8.54×10^{-2}	6.71×10^{-6}
90	22.0	0.229	0.458	0.344	1.15×10^{-1}	9.39×10^{-5}
100	30.2	0.314	0.629	0.472	1.57×10^{-1}	1.62×10^{-3}

从实验数据可以看出,该复盐溶解度随温度的升高显著增大,特别是当温度超过 50 $^{\circ}\text{C}$ 后,溶解度迅速升高。因此,在生产中应控制溶液温度低于 50 $^{\circ}\text{C}$,以保证钼酸铵的沉淀率。

2.3 不同氯化铵加入量时复盐的溶解度

以 50 $^{\circ}\text{C}$ 和 70 $^{\circ}\text{C}$ 为例测定加入不同氯化铵的量时复盐的溶解度,结果见表 2 和表 3。

表 2 50 $^{\circ}\text{C}$ 氯化铵溶液中复盐的溶解度和溶度积

$m(\text{NH}_4\text{Cl}):$ $m(\text{Mo})$	$\rho(\text{钼})/(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	$S/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	K_{sp}
1.1:1	4.15	2.16×10^{-2}	2.83×10^{-11}
1.3:1	3.36	1.75×10^{-2}	4.26×10^{-12}

表 3 70 $^{\circ}\text{C}$ 氯化铵溶液中复盐的溶解度和溶度积

$m(\text{NH}_4\text{Cl}):$ $m(\text{Mo})$	$\rho(\text{钼})/(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	$S/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	K_{sp}
1.1:1	7.73	4.03×10^{-2}	7.66×10^{-9}
1.3:1	6.55	3.41×10^{-2}	1.69×10^{-9}

从表 2、表 3 中可以看出,在复盐的饱和溶液中加入 NH_4Cl ,由于产生了同离子效应,使复盐的溶解度大为减小。因此,在实际生产中,可以利用同离子效应在溶液中加入适量 NH_4Cl ,以减小溶液中溶解

的钼含量,提高沉淀率。但是加入 NH_4Cl 的量不宜过多,否则不仅增加成本,而且造成沉淀废水对环境的污染。

3 结论

红外光谱分析了钼酸铵氧化钼复盐沉淀在水中的解离形式。测量了不同温度下复盐的 K_{sp} 和溶解度。25 $^{\circ}\text{C}$ 的 $K_{sp} = c^4(\text{NH}_4^+) \cdot c^2(\text{MoO}_4^{2-}) \cdot c^3(\text{MoO}_3) = 2.13 \times 10^{-13}$,随着温度的升高, K_{sp} 和溶解度都呈现急剧的递增趋势,特别是当温度大于 50 $^{\circ}\text{C}$ 后,溶解度迅速升高。利用同离子效应,可以大大降低溶液中溶解的钼含量。实验结果对于该复盐及其相关产品的生产具有重要的指导意义。

参考文献:

- [1] 张永强,李瑛. 用低品位钼精矿生产三氧化钼工艺的研究 [J]. 无机盐工业, 2000, 32(3): 3-4

收稿日期 2005-07-27

作者简介:张永强(1963—),男,副教授,在读博士,已发表论文 12 篇。

联系方式 zyzq@88mail.ysu.edu.cn