

RIJKSLANDBOUWPROEFSTATION TE MAASTRICHT.

Verwerking van molybdeenresten, verkregen bij de phosphorzuur-bepalingen.

DOOR

DR. A. D. BERKHOUT.

In laboratoria, waarin veel phosphorzuurbepalingen uitgevoerd worden, moeten aanzienlijke hoeveelheden molybdeenverbindingen gebruikt worden, aangezien de meest gangbare methoden, t. w. die volgens Grete, volgens von Lorenz, Pemberton en de z.g. molybdeenmethode, alle van door middel van molybdeenverbindingen verkregen neerslagen gebruik maken.

Bij de groote schaarschte aan ammoniummolybdaat, ten gevolge waarvan dit produkt nagenoeg niet te verkrijgen is, en, indien nog verkrijgbaar, slechts tegen buitengewoon hoogen prijs (de laatste 5 jaren is de prijs van dit produkt reeds van ruim f 4.— tot circa f 15.— per K.G. gestegen), mag het nuttig geacht worden nog eens de aandacht te vestigen op de wenschelijkheid alle resten van die phosphorzuurbepalingen, waarbij molybdeen gebruikt wordt, zorgvuldig te bewaren teneinde ze te verwerken, hetgeen langs eenvoudigen en billijken weg kan geschieden, zooals uit het onderstaande zal blijken.

Verwerken der resten, verkregen bij de methode volgens Grete.

Volgens deze methode wordt, ter bepaling van het phosphorzuur, niet meer molybdeen gebruikt, dan voor het neerslaan van het phosphorzuur noodig is, zoodat hier volstaan kan worden met de verwerking van dit praecipitaat.

2,6 K.G. van het met een weinig water uitgewasschen luchtdroge gele neerslag, worden in een flesch van ruim 10 L. inhoud gebracht en, onder omschudden, opgelost in een mengsel van 2 L. ammonia van 25 pct. en 4 L. water. Zoodra alles is opgelost, wordt direct 4 L. magnesiainmixtuur toegevoegd. Deze magnesiainmixtuur bevat per 4 L. 320 gram gekristalliseerd technisch zuiver magnesiumchloride, 640 gram technisch zuiver ammoniumchloride en 1280 c.c. 10-procentige ammonia. Onder deze omstandigheden scheidt zich, naast het magnesiumammonium-

2095379

phosphaat, geen ammoniummolybdaat af. Na meerdere dagen gestaan te hebben, wordt afgezogen en met een weinig 2,5-procentige ammonia uitgewasschen. (Het magnesiumammoniumphosphaat-neerslag kan, na in verdund ruw salpeterzuur te zijn opgelost en gefiltreerd, gebruikt worden voor verwerking van molybdeenresten, welke zich nog in oplossing bevinden, zooals b.v. in de laatste moederloog, ontstaande bij de hier beschreven wordende verwerking der Grete-resten). Het volkomen heldere filtraat wordt op een waterbad tot zoodanige concentratie ingedampt, dat, bij afkoeling juist geen of nog slechts weinig ammoniumchloride uitkristalliseert. Het verdient aanbeveling tijdens het indampen eenige malen 100 c.c. 10-procentige ammonia toe te voegen. Het afgescheiden ammoniummolybdaat (1e produkt) wordt in een porseleinen mortier goed fijngemaakt en afgezogen, waarbij met een weinig water nagewasschen wordt totdat zich geen chloriden meer in het neerslag bevinden, waarna dit ammoniummolybdaat, na drogen bij kamertemperatuur tot een luchtdroog poeder, voor de Grete- of molybdeenmethode direct weer kan gebruikt worden. Het filtraat, boven verkregen na afzuiging van het z.g. 1e produkt, wordt op een waterbad verder ingedampt tot zich bij afkoeling een brijachtige massa, hoofdzakelijk uit ammoniummolybdaat, ammoniumchloride en magnesiumchloride bestaande afscheidt.

Deze wordt fijngewreven, waarna zooveel water wordt toegevoegd tot het niet opgeloste hoofdzakelijk uit ammoniummolybdaat bestaat. Nu wordt afgezogen en dit 2e produkt, hetwelk in den regel nog eenige procenten chloriden bevat, door omkristallisatie uit kokend water, na voorafgaande toevoeging van een weinig 10-procentige ammonia, gezuiverd. De hierbij ten slotte overblijvende, sterk chloriden-houdende moederloog, wordt gevoegd bij het filtraat van bovengenoemd 2e produkt, daarna met overmaat ruw salpeterzuur aangezuurd tot alles is opgelost en met zooveel van de bovengenoemde oplossing van magnesiumammoniumphosphaat in verdund salpeterzuur behandeld als noodig is om het zich nog in oplossing bevindende molybdeen bij verwarming geheel te doen praecipiteeren, welk praecipitaat weer met andere molybdeenresten van de methode Grete wordt verwerkt.

Daar het niet onmogelijk is, dat kleine hoeveelheden lijm zich bevinden in het verwerkte residu van de Gretemethode, verdient het aanbeveling, de verwerking afzonderlijk te doen plaats hebben en het aldus verkregen ammoniummolybdaat uitsluitend te gebruiken voor het maken van de lijmmolybdeenoplossing, welke de methode Grete voorschrijft.

De geringe hoeveelheid lijm, welke zich in het molybdaat kan bevinden, maakt dit ongeschikt voor de bereiding van de molybdeenoplossingen van die methoden, welke berusten op weging van het gele molybdeenneerslag, zooals die van von Lorenz.

