



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112342399 A

(43) 申请公布日 2021.02.09

(21) 申请号 202011108322.X

(22) 申请日 2020.10.16

(71) 申请人 北京科技大学

地址 100083 北京市海淀区学院路30号

(72) 发明人 闫柏军 董自慧

(74) 专利代理机构 北京高沃律师事务所 11569

代理人 赵琪

(51) Int.Cl.

C22B 7/04 (2006.01)

C22B 34/12 (2006.01)

C22B 34/22 (2006.01)

C22B 34/32 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法,包括:用草酸和强酸的混合水溶液对钒渣进行浸出,得到含钒、钛、铬的浸出液。本发明利用草酸的酸性和络合性协同强酸的酸性和腐蚀性来浸出钒渣中的钒、钛、铬,达到了高效提取钒渣中钒、钛、铬的目的;利用草酸的还原性和络合性与浸出液中的铁、锰、钙、镁等杂质反应生成了沉淀,实现了杂质的去除,进而得到了主要成分为钒、钛、铬的浸出液。实施例的结果显示,采用本发明的方法提取钒渣中的钒、钛、铬,浸出率分别可达99.6%、99.8%、99.2%,浸出液中杂质铁、锰、钙、镁的质量含量分别为0.81%、0.93%、0.64%、0.77%。



1. 一种同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法,包括:
用草酸和强酸的混合水溶液对钒渣进行浸出,得到含钒、钛、铬的浸出液。
2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述钒渣的粒度为150~400目。
3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述混合水溶液中草酸的质量浓度为3~8%。
4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述混合水溶液中强酸的质量浓度为10~30%。
5. 根据权利要求3或4所述的方法,其特征在于,所述草酸和强酸的混合水溶液的体积与钒渣的质量比为(4~12)mL:1g。
6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述强酸为盐酸和/或硫酸。
7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述浸出的温度为90~130℃。
8. 根据权利要求1或7所述的方法,其特征在于,所述浸出的时间为0.7~2h。
9. 根据权利要求1或7所述的方法,其特征在于,所述浸出的压力为0.14~0.60MPa。

一种同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及冶金化工技术领域,尤其涉及一种同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法。

背景技术

[0002] 钒渣是钒钛磁铁矿经高炉冶炼、转炉吹炼得到的炉渣,是一种重要的提钒原料,主要成分包括钒、钛、铬、铁、锰、硅、钙、镁等。目前钒渣提钒的工艺主要是钠化焙烧-水浸提钒和钙化焙烧-酸浸提钒。其中,钠化焙烧-水浸工艺是将钒渣与钠盐混合焙烧生成可溶性的钒酸钠,再经水浸得到钒酸钠溶液,该工艺钒回收率小于80%,并且不能同时提取钒和铬,尾渣中毒性六价铬易造成环境污染。而钙化焙烧-酸浸工艺是将钒渣与钙盐混合焙烧生成酸溶性的钒酸钙,再经酸浸得到含钒溶液,该工艺的钒浸出率同样较低,且同样没有实现钛和铬的同时提取。以上两种工艺均是将钒渣通过氧化焙烧破坏晶格,之后经水浸或酸浸生成水溶性或酸溶性的钒酸盐,从而达到回收钒的目的。但是焙烧工艺自身的特点导致了上述两种工艺存在钒回收率低、钛和铬不能同时提取以及能耗高等问题。因此,亟需开发一种无需焙烧且能够同时浸出钒渣中钒、钛、铬的工艺。

[0003] 虽然现有技术中公开了通过氧化酸浸提取钒渣中钒、钛、铬的工艺,但仍存在钒、钛浸出率低的问题。如东北大学张国权等人研究了无焙烧加压浸出转炉钒渣提钒、铬,在温度为140~150℃,压力为0.6~1.2MPa的条件下进行氧化酸浸,用稀硫酸直接浸出钒渣提取钒、铬,其中,钒浸出率为88.96%,铬浸出率为92.35%,钛浸出率为26.06%,锰浸出率为80.68%,铁浸出率为88.68%(张国权.无焙烧加压浸出转炉钒渣提钒的基础研究[D].东北大学,2017)。该方法虽然实现了钒、铬、钛的同时浸出,但铁、锰、钙、镁等也会同时进入溶液中,造成难以分离的问题,并且该方法中钒、钛的浸出率低。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法,采用本发明的方法达到了同时提取钒渣中钒、钛、铬的目的,并且钒、钛、铬的浸出率高,浸出液中杂质含量低。

[0005] 为了实现上述发明目的,本发明提供以下技术方案:

[0006] 本发明提供了一种同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法,包括:

[0007] 用草酸和强酸的混合水溶液对钒渣进行浸出,得到含钒、钛、铬的浸出液。

[0008] 优选地,所述钒渣的粒度为150~400目。

[0009] 优选地,所述混合水溶液中草酸的质量浓度为3~8%。

[0010] 优选地,所述混合水溶液中强酸的质量浓度为10~30%。

[0011] 优选地,所述草酸和强酸的混合水溶液的体积与钒渣的质量比为(4~12)mL:1g。

[0012] 优选地,所述强酸为盐酸和/或硫酸。

[0013] 优选地,所述浸出的温度为90~130℃。

[0014] 优选地,所述浸出的时间为0.7~2h。

[0015] 优选地,所述浸出的压力为0.14~0.60MPa。

[0016] 本发明提供了一种同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法,包括:用草酸和强酸的混合水溶液对钒渣进行浸出,得到含钒、钛、铬的浸出液。本发明利用草酸的酸性和络合性协同强酸的酸性和腐蚀性来浸出钒渣中的钒、钛、铬,达到了高效提取钒渣中钒、钛、铬的目的;利用草酸的还原性和络合性与浸出液中的杂质铁、锰、钙、镁反应生成了草酸亚铁、草酸锰、草酸钙、草酸镁沉淀,实现了杂质的去除,进而得到了主要成分为钒、钛、铬的浸出液。强酸在用于浸取钒渣时,选择性较差,得到的浸出液杂质含量高,并且钒、钛、铬的浸出率低,而本发明通过添加草酸解决了强酸选择性差的问题,草酸可与溶液中的杂质络合生成沉淀,进而实现杂质的去除,同时利用草酸的络合性以及强酸的酸性和腐蚀性破坏钒渣晶格结构,从而实现了钒渣中钒、钛、铬的高效共提取。实施例的结果显示,采用本发明的方法提取钒渣中的钒、钛、铬,浸出率分别可达99.6%、99.8%、99.2%,浸出液中杂质铁、锰、钙、镁的质量含量分别为0.81%、0.93%、0.64%、0.77%。

[0017] 本发明提供的同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法不需要独立的除杂工序,流程短,能耗低,具有良好的经济效益和应用前景。

附图说明

[0018] 图1为本发明提供的同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法的工艺流程图。

具体实施方式

[0019] 本发明提供了一种同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法,包括:

[0020] 用草酸和强酸的混合水溶液对钒渣进行浸出,得到含钒、钛、铬的浸出液。

[0021] 本发明对所述钒渣的种类及来源没有特殊的限定,本发明提供的同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法适用于本领域技术人员熟知的各种钒渣。在本发明中,所述钒渣优选包括高品位钒渣、低品位钒渣、高钙钒渣、低钙钒渣、高铬钒渣或低铬钒渣。

[0022] 在本发明中,所述钒渣的粒度优选为150~400目,更优选为200~300目,最优选为200~250目。本发明将所述钒渣的粒度控制在上述范围,有利于钒渣在草酸和强酸的混合水溶液中充分溶解,从而提高钒渣中钒、钛、铬的浸出率。在本发明中,当所述钒渣的粒度不符合上述条件时,本发明优选先对钒渣进行研磨。本发明对所述钒渣的研磨方式没有任何特殊的限定,采用本领域技术人员熟知的研磨方式即可。

[0023] 在本发明中,所述混合水溶液中草酸的质量浓度优选为3~8%,更优选为5~6%。本发明将混合水溶液中草酸的质量浓度控制在较低的范围,分解压力小,避免了高浓度草酸对设备的腐蚀。此外,该浓度范围的草酸单独用于浸出钒渣时并不能够实现钒渣中钒、钛、铬的高效共提取,而本发明通过草酸与强酸协同浸出钒渣达到了高效共提取钒渣中钒、钛、铬的目的。本发明对草酸的来源没有特殊的限定,采用本领域技术人员熟知的市售产品即可。

[0024] 本发明利用草酸的酸性和络合性协同强酸的酸性和腐蚀性破坏钒渣晶格结构,从而实现了高效共提取钒渣中钒、钛、铬的目的;利用草酸的还原性和络合性与浸出液中的杂质铁、锰、钙、镁反应生成了草酸亚铁、草酸锰、草酸钙、草酸镁沉淀,实现了杂质的去除,进而得到了主要成分为钒、钛、铬的浸出液;草酸解决了强酸选择性差的问题,可与溶液中的杂质络合生成沉淀,从而实现杂质的去除。

[0025] 在本发明中,所述强酸优选为盐酸和/或硫酸,更优选为硫酸。在本发明中,所述混合水溶液中强酸的质量浓度优选为10~30%,更优选为15~25%,最优选为20%~24%。本发明将混合水溶液中强酸的质量浓度控制在上述范围,既实现了钒渣中钒、钛、铬的高效共提取,又避免了高浓度强酸对设备的腐蚀。本发明对强酸的来源没有特殊的限定,采用本领域技术人员熟知的市售产品即可。

[0026] 本发明以强酸为主要浸出剂来提取钒渣中的钒、钛、铬,强酸的酸性和腐蚀性可以破坏钒渣晶格结构,使钒渣中的各组分进入到溶液中,同时结合草酸的酸性、还原性和络合性,实现了钒渣中钒、钛、铬的高效共提取以及杂质的去除。

[0027] 在本发明中,所述草酸和强酸的混合水溶液的制备优选为:将草酸和强酸共同加入到去离子水中。在本发明的具体实施例中,所述盐酸优选为浓盐酸,所述硫酸优选为浓硫酸。

[0028] 本发明用草酸和强酸的混合水溶液对钒渣进行浸出,得到含钒、钛、铬的浸出液。

[0029] 在本发明中,所述草酸和强酸的混合水溶液的体积与钒渣的质量比优选为(4~12)mL:1g,更优选为(6~12)mL:1g,最优选为(8~12)mL:1g。本发明将所述草酸和强酸的混合水溶液的体积与钒渣的质量比控制在上述范围,既保证了钒渣中钒、钛、铬的高效共提取,又不浪费原料。

[0030] 在本发明中,所述浸出的温度优选为90~130℃,更优选为100~120℃。本发明将浸出的温度控制在上述范围,有利于实现钒渣中钒、钛、铬的高效共提取。

[0031] 在本发明中,所述浸出的时间优选为0.7~2h,更优选为1.3~1.7h,最优选为1.5~1.7h。

[0032] 在本发明中,所述浸出的压力优选为0.14~0.60MPa,更优选为0.15~0.40MPa。本发明将浸出的压力控制在上述范围,有利于实现钒渣中钒、钛、铬的高效共提取。

[0033] 在本发明中,所述浸出优选在搅拌的条件下进行。在本发明中,所述搅拌的速率优选为200~400r/min,更优选为300~350r/min。本发明将搅拌的速率控制在上述范围内,有利于浸出的快速进行。

[0034] 浸出完成后,本发明优选将所述浸出的产物进行过滤得到含钒、钛、铬的浸出液和浸出渣,其中,浸出渣为杂质沉淀。

[0035] 本发明提供的同时提取钒渣中钒、钛、铬的方法的工艺流程图如图1所示,用草酸和强酸的混合水溶液对钒渣进行浸出,浸出完成后再进行过滤,进而得到了含钒、钛、铬的浸出液和浸出渣。

[0036] 本发明利用草酸的酸性和络合性协同强酸的酸性和腐蚀性来浸出钒渣中的钒、钛、铬,达到了高效共提取钒渣中钒、钛、铬的目的;利用草酸的还原性和络合性与浸出液中的铁、锰、钙、镁等杂质反应生成了沉淀,实现了杂质的去除,进而得到了主要成分为钒、钛、铬的浸出液。

[0037] 下面将结合本发明中的实施例,对本发明中的技术方案进行清楚、完整地描述。显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0038] 实施例1

[0039] 将0.65g草酸和2.5mL浓硫酸(密度为 $1.84\text{g}/\text{cm}^3$)加入到12.5mL去离子水中,得到混合水溶液(混合水溶液中草酸的质量浓度为4.9%,混合水溶液中浓硫酸的质量浓度为26.9%),然后将上述混合水溶液与1.25g粒度为150目的高品位钒渣混合(混合水溶液的体积与钒渣的质量比为12:1),之后在温度为 100°C 、压力为 0.15MPa 、搅拌速率为 $300\text{r}/\text{min}$ 的条件下进行浸出,1.5h后,经过滤得到含钒、钛、铬的浸出液和浸出渣。

[0040] 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)对浸出液进行检测,测得钒的浸出率为99.6%,钛的浸出率为99.8%,铬的浸出率为99.2%,浸出液中的杂质铁、锰、钙、镁的质量含量分别为0.81%、0.93%、0.64%、0.77%。

[0041] 实施例2

[0042] 将0.6g草酸和2.5mL浓盐酸(密度为 $1.179\text{g}/\text{cm}^3$)加入12.5mL去离子水中,得到混合水溶液(混合水溶液中草酸的质量浓度为4.6%,混合水溶液中浓盐酸的质量浓度为19.1%),然后将上述混合水溶液与1.5g粒度为200目的低品位钒渣混合(混合水溶液的体积与钒渣的质量比为10:1),之后在温度为 110°C 、压力为 0.17MPa 、搅拌速率为 $350\text{r}/\text{min}$ 的条件下进行浸出,1.7h后,经过滤得到含钒、钛、铬的浸出液和浸出渣。

[0043] 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)对浸出液进行检测,测得钒的浸出率为99.3%,钛的浸出率为99.1%,铬的浸出率为98.7%,浸出液中的杂质铁、锰、钙、镁的质量含量分别为0.91%、0.94%、0.88%、0.95%。

[0044] 实施例3

[0045] 将0.7g草酸和1.5mL浓硫酸(密度为 $1.84\text{g}/\text{cm}^3$)加入12.5mL去离子水中,得到混合水溶液(混合水溶液中草酸的质量浓度为5.3%,混合水溶液中浓硫酸的质量浓度为18.1%),然后将上述混合液与2g粒度为200目的高钙钒渣混合(混合水溶液的体积与钒渣的质量比为7:1),之后在温度为 90°C 、压力为 0.14MPa 、搅拌速率为 $400\text{r}/\text{min}$ 的条件下进行浸出,1.8h后,经过滤得到含钒、钛、铬的浸出液和浸出渣。

[0046] 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)对浸出液进行检测,测得钒的浸出率为99.1%,钛的浸出率为90.3%,铬的浸出率为98.8%,浸出液中的杂质铁、锰、钙、镁的质量含量分别为0.94%、0.97%、0.78%、0.83%。

[0047] 由以上实施例可以看出,采用本发明的方法可以实现同时提取钒渣中钒、钛、铬的目的,并且钒、钛、铬的浸出率高,浸出液中杂质含量低,钒、钛、铬的浸出率分别可达99.6%、99.8%、99.2%,浸出液中杂质铁、锰、钙、镁的质量含量分别为0.81%、0.93%、0.64%、0.77%。

[0048] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

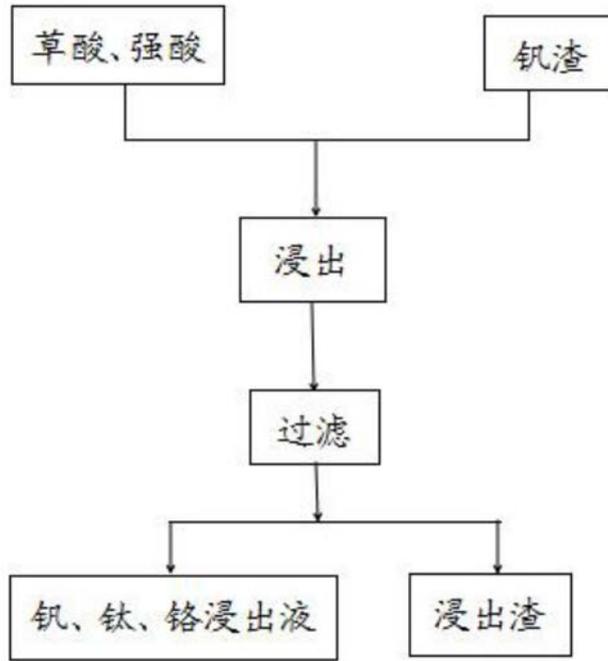


图1