



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 109666789 B

(45)授权公告日 2020.04.14

(21)申请号 201910138610.0

G22B 34/22(2006.01)

(22)申请日 2019.02.25

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 109666789 A

CN 104357660 A, 2015.02.18,
CN 103898329 A, 2014.07.02,
CN 107586948 A, 2018.01.16,
CN 105420519 A, 2016.03.23,
CN 105671340 A, 2016.06.15,
CN 107287451 A, 2017.10.24,

(43)申请公布日 2019.04.23

(73)专利权人 东北大学
地址 110169 辽宁省沈阳市浑南区创新路
195号

审查员 石哲敏

(72)发明人 姜涛 温婧 高慧阳 李林
薛向欣

(74)专利代理机构 北京易捷胜知识产权代理事
务所(普通合伙) 11613
代理人 韩国胜

(51) Int. Cl.
G22B 1/02(2006.01)

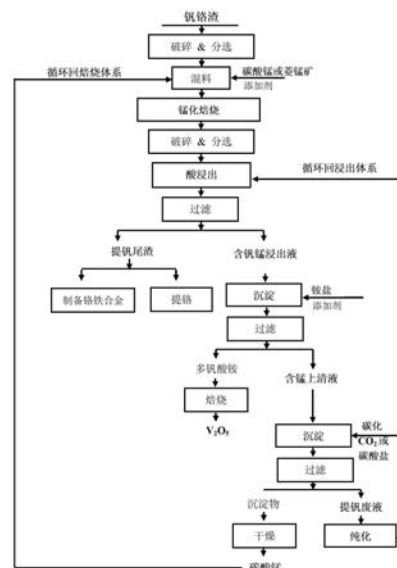
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54)发明名称

一种利用钒铬渣和碳酸锰制备五氧化二钒的方法

(57)摘要

本发明涉及一种利用钒铬渣和碳酸锰制备五氧化二钒的方法,该方法是将钒铬渣与碳酸锰混合得到混合物料,将混合物料高温焙烧得到焙烧熟料;在酸溶液中浸出,过滤,得到含钒浸出液和含铬浸出渣;调节所得含钒浸出液pH值及沉淀温度和时间将钒沉淀,过滤,得到多钒酸铵沉淀及含锰上清液;焙烧得到的多钒酸铵沉淀制得五氧化二钒产品;含锰上清液碳化,过滤,得到碳酸锰沉淀及沉钒废液;碳酸锰循环回焙烧体系作为焙烧添加剂参与下一轮焙烧;沉钒废液除杂后循环回浸出体系作为浸出介质。本发明方法实现了高铬钒渣中钒铬的高效分离,制得的五氧化二钒纯度很高,同时添加剂碳酸锰可循环使用,沉钒废液可循环利用,有效节约了生产成本。



CN 109666789 B

1. 一种利用钒铬渣和碳酸锰制备五氧化二钒的方法,其特征在于,其包括如下步骤:

S1、焙烧:将钒铬渣与碳酸锰混合得到混合物料,将混合物料高温焙烧得到焙烧熟料;

S2、浸出:将步骤S1得到的所述焙烧熟料进行浸出,之后过滤,得到含钒浸出液和含铬浸出渣;

S3、沉钒:将步骤S2所得含钒浸出液加入沉钒添加剂并调节pH值至2~3进行沉钒,将钒沉淀,过滤得到多钒酸铵沉淀及含锰上清液;

S4、制得产品:将步骤S3得到的多钒酸铵沉淀焙烧制得五氧化二钒产品;

S5、回收锰:对步骤S3得到的含锰上清液进行碳化,之后过滤,得到碳酸锰沉淀和提钒废液;

S6、锰循环:所述碳酸锰沉淀循环回焙烧体系作为添加剂参与下一轮焙烧;

S7、提钒废液循环:步骤S5得到的提钒废液除杂后作为步骤S2中的浸出介质循环回浸出体系;

在步骤S1中,所述钒铬渣中钒含量以 V_2O_5 计为5%~20%,铬含量以 Cr_2O_3 计为5~15%,所述钒铬渣的粒度为200~300目,所述碳酸锰为碳酸锰试剂或菱锰矿的至少一种;所述钒铬渣与碳酸锰的用量比为按钒铬渣中钒以 V_2O_5 计与碳酸锰中锰的摩尔比为1:0.5~3;在步骤S1中,高温焙烧的温度为800~950℃,时间为60~300min,升温速率为2~10℃/min;

在步骤S2中,所述浸出的过程在水浴锅或加热套中进行;按去离子水与焙烧熟料的液固比按mL/g为2~20:1进行浸出,并在浸出过程中通过添加酸溶液控制浸出体系pH值为2~3;所述酸为硫酸、盐酸、硝酸的至少一种;所述酸为浓酸或稀释过的酸;浸出的温度为20℃~100℃;浸出过程时间为30min~180min;浸出固液分离后用pH为2~3、温度为60℃~100℃的热水反复冲洗滤饼;

在步骤S5中,所述碳化为在含锰上清液的添加二氧化碳气体、碳酸钠溶液、碳酸铵溶液中的至少一种,其中所述二氧化碳来源于钒铬渣与碳酸锰混合焙烧过程中释放的二氧化碳或工业用二氧化碳;碳化过程中通过添加碱溶液使碳化体系pH维持在6~8;所述碱溶液为氢氧化钠溶液、氨水、碳酸钠、碳酸铵溶液中的至少一种;所述碳化温度为20~100℃;碳化时间为10min~120min;过滤分离得到的碳酸锰沉淀用水反复冲洗。

2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤S3中,所述沉钒添加剂为硫酸铵、碳酸铵、碳酸氢铵中的至少一种;所述沉钒添加剂加入量为铵盐中的铵与浸出液中钒的摩尔比为1.0~3.0;沉钒过程通过加酸维持体系pH值为2~3;所述酸为硫酸、盐酸、硝酸的至少一种;所述温度为60℃~100℃,所述沉钒的时间为20min~180min;沉淀完全固液分离后用水反复冲洗滤饼。

3. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤S4中,所述多钒酸铵要预先在80℃~120℃烘干;烘干时间为5h~24h;焙烧的温度为500~600℃;焙烧时间为30min~300min。

4. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤S6中,所述碳酸锰沉淀在返回焙烧体系之前进行烘干,烘干温度为80℃~120℃;烘干时间为5h~24h。

5. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,在步骤S7中,所述沉钒废液除去的杂质是氨氮。

6. 如权利要求1-5中任一项所述的方法,其特征在于,还包括

S8、提钒尾渣利用:步骤S2所得含铬浸出渣用以制备铬铁合金或进一步提取铬。

一种利用钒铬渣和碳酸锰制备五氧化二钒的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种钒铬渣和碳酸锰制备五氧化二钒的方法,属于钒化工技术与资源循环利用技术领域。

背景技术

[0002] 钒和铬是重要的稀有金属,其化合物广泛用于冶金、化工、建材等诸多领域。钒铬渣是高铬型钒钛磁铁矿冶炼过程中的副产物,其中钒与铬都有相对较高的品味,因此是一种潜在的钒铬提取原料。目前钒渣提钒的主要工艺为钠化焙烧水浸工艺以及钙化焙烧酸浸工艺,而这两种工业目前普遍适用于低铬型钒渣。对于钒铬渣提钒工艺,钠化焙烧和钙化焙烧面临着不可避免的问题。

[0003] 钒铬渣的钠化焙烧水浸工艺虽然成本较低,工艺较简单,但焙烧过程由于钠盐熔融会造成物料烧结,炉内结圈。同时钒与铬在钠化后生成溶于水的钒酸钠与铬酸钠,同时转移入液相,由于钒铬性质较相似导致钒铬分离较困难。除此之外,钠化焙烧水浸得到的提钒尾渣碱金属含量高,导致铁元素无法有效利用。提钒尾渣和废水中含大量高价的六价铬对环境污染极大。

[0004] 而钒铬渣的钙化焙烧酸浸提钒是一种相对较清洁的提钒方式,但钒转化率低于钠化焙烧,有一部分原因是浸出过程中形成硫酸钙沉淀包裹含钒物相,使得钒浸出率略低。同时尾渣中含有硫元素,如果对尾渣进行合金化会使合金中硫含量过高,达不到产品要求。为此需要进一步寻找一种新的提钒方式,要求能有效避免钠化焙烧水浸和钙化焙烧酸浸工艺的弊端。

发明内容

[0005] (一)要解决的技术问题

[0006] 为了解决现有技术的上述问题,本发明提供一种利用钒铬渣制备五氧化二钒的方法,其可实现高铬钒渣中钒与铬的高效分离提取,同时实现焙烧添加剂和沉钒废水的循环利用,降低了生产成本,并解决了水体污染问题。

[0007] (二)技术方案

[0008] 为了达到上述目的,本发明采用的主要技术方案包括:

[0009] 一种利用钒铬渣和碳酸锰制备五氧化二钒的方法,其包括如下步骤:

[0010] S1、焙烧:将钒铬渣与碳酸锰混合得到混合物料,将混合物料高温焙烧得到焙烧熟料;

[0011] S2、浸出:将步骤S1得到的所述焙烧熟料进行浸出,之后过滤,得到含钒浸出液和含铬浸出渣;

[0012] S3、沉钒:将步骤S2所得含钒浸出液加入沉钒添加剂,并加入酸溶液调节pH值至2~3进行沉钒,将钒沉淀,过滤得到多钒酸铵沉淀及含锰上清液;

[0013] S4、制得产品:将步骤S3得到的多钒酸铵沉淀焙烧制得五氧化二钒产品;

[0014] S5、回收锰：对步骤S3得到的含锰上清液进行碳化，之后过滤，得到碳酸锰沉淀和提钒废液；

[0015] S6、锰循环：所述碳酸锰沉淀循环回焙烧体系作为添加剂参与下一轮焙烧；

[0016] S7、提钒废液循环：步骤S5得到的提钒废液除杂后作为步骤S2中的浸出介质循环回浸出体系。

[0017] 如上所述的方法，优选地，在步骤S1中，所述钒铬渣中钒含量以 V_2O_5 计为5%~20%，铬含量以 Cr_2O_3 计为5~15%，所述钒铬渣的粒度为200~300目，所述碳酸锰为碳酸锰试剂或菱锰矿的至少一种；所述钒铬渣与碳酸锰的用量比为按钒铬渣中钒以 V_2O_3 计与碳酸锰中锰的摩尔比为1:0.5~3。

[0018] 如上所述的方法，优选地，在步骤S1中，所述高温焙烧的温度为800~950℃，时间为60~300min。

[0019] 本发明的锰焙烧温度优选为800~950℃，当低于800℃焙烧时，钒渣中仅有少量的钒能够被氧化锰化为在当前浸出体系下可溶的钒酸锰，浸出率较低；而高于950℃焙烧时，物料中低熔点的物相会局部发生熔融，将钒包裹起来不利于浸出。焙烧过程物料随炉从室温升温到指定温度，或在炉温达到指定温度后将物料放入；焙烧恒温时间为60~300min，当焙烧时间低于60min钒的氧化锰化不充分，而焙烧超过300min会造成成本的大量损耗。焙烧过程结束后物料随炉冷却或直接取出；焙烧熟料经破碎粒度为250~300目，这个粒度范围有利于钒的浸出。

[0020] 如上所述的方法，优选地，在步骤S2中，所述浸出的过程在水浴锅或加热套中进行；浸出过程中按去离子水与焙烧熟料的液固比按mL/g为2~20:1向浸出容器中加入去离子水，待去离子水温度达到20℃~100℃时，加入焙烧熟料。由于焙烧熟料接近中性，因此在浸出过程中通过添加酸溶液控制浸出体系pH值为2~3；所述酸为硫酸、盐酸、硝酸的至少一种；所述酸为浓酸或稀释过的酸；浸出的温度为20℃~100℃；浸出体系与焙烧熟料的液固比按mL/g为2~20:1；浸出过程时间为30min~180min；浸出固液分离后用pH为2~3、温度为60℃~100℃的热水反复冲洗滤饼。

[0021] 如上所述的方法，优选地，在步骤S3中，所述沉钒过程可在水浴锅或加热套中进行，所述沉钒添加剂为硫酸铵、碳酸铵、碳酸氢铵中的至少一种；所述沉钒添加剂加入量为铵盐中的铵与浸出液中钒的摩尔比为1.0~3.0；沉钒过程通过加酸溶液维持体系pH值为2~3；所述酸溶液为硫酸、盐酸、硝酸的至少一种；所述酸为浓酸或稀释过的酸；所述温度为60℃~100℃，所述沉钒的时间为20min~180min；沉淀完全固液分离后用水反复冲洗滤饼。沉钒时间低于20min时钒沉淀率较低，高于180min后钒沉淀率不会有明显增加反而会造成大量能耗。沉钒过程中保持搅拌。钒沉淀后，过滤分离固液得到多钒酸铵沉淀及沉锰上清液；沉淀完全后用水反复冲洗滤饼。

[0022] 如上所述的方法，优选地，在步骤S4中，所述多钒酸铵要预先在80℃~120℃条件下烘干5h~24h；焙烧时的温度为500~600℃；焙烧时间为30min~300min。

[0023] 此步骤可在马弗炉中进行。研究发现当焙烧温度低于500℃时多钒酸铵不能完全分解生成五氧化二钒，导致五氧化二钒纯度较低，焙烧温度高于600℃时五氧化二钒会发生熔融，产品非粉末状。

[0024] 如上所述的方法，优选地，在步骤S5中，所述碳化为在含锰上清液中添加二氧化碳

气体、碳酸钠溶液、碳酸铵溶液中的至少一种,其中所述二氧化碳可来源于钒铬渣与碳酸锰混合焙烧过程中释放的二氧化碳或工业用二氧化碳;碳化过程中通过添加碱溶液使碳化体系pH维持在6~8;所述碱溶液为氢氧化钠溶液、氨水、碳酸钠、碳酸铵溶液中的至少一种;所述碳化温度为20~100℃;碳化时间为10min~120min;过滤分离得到的碳酸锰沉淀用水反复冲洗。

[0025] 如上所述的方法,优选地,在步骤S6中,所述碳酸锰沉淀在返回焙烧体系之前进行烘干,烘干温度为80℃~120℃;烘干时间为5h~24h。

[0026] 如上所述的方法,在步骤S7中,所述沉钒废液除去的杂质主要是氨氮。其中氨氮可用生物法、离子交换法、膜分离法、化学沉淀法、氧化法、吹脱法等方法除去。

[0027] 进一步地,如上所述方法,还包括S8、提钒尾渣利用:步骤S2所得含铬浸出渣用以制备铬铁合金或进一步提取铬。

[0028] (三)有益效果

[0029] 本发明的有益效果是:

[0030] 本发明方法以钒铬渣为原料,通过锰化焙烧将钒转化为溶于酸溶液的钒酸锰,将铬以铁铬固溶体形式留在渣相中,实现钒铬的高效分离,并有效避免钠化焙烧水浸和钙化焙烧酸浸工艺的弊端。

[0031] 同时本发明的工艺有三条循环路线:

[0032] (1)焙烧过程中释放的二氧化碳气体可收集作为含锰上清液碳化沉锰的碳化剂循环回用;

[0033] (2)沉锰产物碳酸锰可作为焙烧添加剂返回焙烧体系;

[0034] (3)沉钒沉锰废水除杂后可返回浸出工程作为浸出介质。

[0035] 这三条循环路线实现了产品和原料的循环利用,有效节约了成本,并一定程度上减少了二氧化碳温室气体的排放。

[0036] 与现有工业化的钠化焙烧与钙化工艺相比钒铬分离效率更高;与钙化焙烧相比浸出过程中酸耗更少,有效节约了成本。

[0037] 本发明提供的方法,主要采用钒铬渣锰化焙烧,酸浸出钒并制备五氧化二钒的方法,实现高铬钒渣中钒与铬的高效分离提取,提取率较高。并且浸出液中锰可通过碳化的方式回收,再作为焙烧添加剂参与焙烧过程,极大地降低了成本。获得的沉钒废液可在除杂后循环返回浸出过程中利用,实现沉钒氨氮废水的循环利用,避免水体污染,且有效节约了生产成本。

附图说明

[0038] 图1为本发明方法的工艺流程图。

具体实施方式

[0039] 本发明中采用碳酸锰与钒铬渣进行混合焙烧,其中的碳酸锰的作用是作为锰添加剂将钒铬渣中稳定的钒氧化物锰化为酸溶性的钒酸锰并在酸浸过程中转移到液相中。在此过程中通过三条循环路线实现了工艺的闭路循环,有效节约了成本并减少了环境污染。与钠盐焙烧工艺相比,碳酸锰焙烧工艺钒铬分离效果好,提钒提锰废水和尾渣中高价铬极少,

对环境压力很小,环保达标。而与钙化焙烧工艺相比,钒铬分离效率更高,浸出过程中无硫酸盐沉淀生成,不会包裹含钒物相降低钒浸出率,同时尾渣中含硫较少,如果提钒尾渣走制备铬铁合金工艺,合金中硫含量达标。

[0040] 为了更好的解释本发明,以便于理解,下面结合附图,通过具体实施方式,对本发明作详细描述。

[0041] 实施例1

[0042] 一种利用钒铬渣制备五氧化二钒的方法,工艺流程如图1所示,包括如下步骤:

[0043] (1) 焙烧:将钒铬渣进行研磨后筛分,获得的钒铬渣的粒度为200~250目,加入碳酸锰进行混料,之后进行锰化焙烧,要求钒铬渣的粒度为200~250目,以便钒渣中钒的氧化锰化。其中,所用钒铬渣钒含量(以 V_2O_5 计)为14.42%,铬含量(以 Cr_2O_3 计)为9.45%,与碳酸锰混合均匀,按摩尔比,钒铬渣中钒以 V_2O_3 计与锰盐中锰的摩尔比为1:2;在850℃焙烧120min得到焙烧熟料;焙烧熟料经破碎粒度为250~300目;

[0044] (2) 浸出:浸出过程在水浴锅中进行,以去离子水与焙烧熟料液固比按mL/g为5向浸出容器加入去离子水,60℃时加入焙烧熟料,通过添加体积分数为10%的硫酸控制浸出体系pH值为2.5左右;浸出温度为60℃;浸出过程时间为90min;浸出后,过滤进行固液分离,用pH为2.5,温度为60℃的热水反复冲洗滤饼。浸出后通过测定含钒浸出液中钒与铬的含量得出钒浸出率为90.26%,铬浸出率为0.15%,实现了钒与铬的高效分离。

[0045] (3) 沉钒:沉钒过程在水浴锅中进行,所述沉钒添加剂为硫酸铵;沉钒添加剂加入量为铵盐中的铵与浸出液中钒的摩尔比为1.5;沉钒过程通过加体积分数为10%的硫酸溶液维持体系pH值为2;沉钒温度为95℃,沉淀时间为60min。钒沉淀后,过滤分离固液得到多钒酸铵沉淀及含锰上清液。沉钒后通过测定沉钒上清液中钒的含量,得到沉钒率为99.52%。

[0046] (4) 制得产品:将预先在120℃烘干12h的多钒酸铵在550℃焙烧120min,得到的五氧化二钒纯度为99.95%。

[0047] (5) 回收锰:向含锰上清液通入二氧化碳,气体流量为0.1L/min;碳化过程中通过添加10g/L的氢氧化钠溶液将碳化体系pH维持在6.8左右;碳化温度为40℃;碳化时间为60min;过滤分离固液,得到碳酸锰沉淀和提钒废液。

[0048] (6) 锰循环:将碳酸锰沉淀在120℃烘干12h,通过化学分析得到碳酸锰沉淀中锰含量为47%,纯度较高(碳酸锰纯试剂的锰含量为47.8%)。将该沉淀碳酸锰返回步骤(1)的焙烧体系参与下一轮焙烧过程。

[0049] (7) 除杂:步骤(5)所得提钒废液需要除去的杂质主要是氨氮。其中氨氮用化学沉淀法除去,除杂后作为步骤(2)中的浸出介质循环回浸出体系。

[0050] (8) 提钒尾渣利用:提钒尾渣中铬含量为11.68%,可作为制备铬铁合金或提取铬的原料。

[0051] 实施例2

[0052] 一种利用钒铬渣制备五氧化二钒的方法,包括如下步骤:

[0053] (1) 焙烧:将钒铬渣进行研磨后筛分,加入菱锰矿进行混料,之后进行锰化焙烧,钒铬渣的粒度为250~300目,以便钒渣中钒的氧化锰化。其中,所用钒铬渣钒含量(以 V_2O_5 计)为13.35%,铬含量(以 Cr_2O_3 计)为8.77%,与菱锰矿混合均匀,按摩尔比计,钒铬渣中钒以

V_2O_5 计与菱锰矿中锰的摩尔比为1:1;800℃焙烧300min得到焙烧熟料;焙烧熟料经破碎粒度为250~300目;

[0054] (2) 浸出:浸出过程在水浴锅中进行,以去离子水与焙烧熟料液固比按mL/g为10向浸出容器加入去离子水,80℃时加入焙烧熟料,通过添加体积分数为50%的硫酸控制浸出体系pH值为2.2左右;浸出温度为80℃;浸出体系与焙烧熟料的液固比按mL/g为10进行添加浸出;浸出过程时间为120min;浸出固液分离后用pH为2.2,温度为80℃的热水反复冲洗滤饼。浸出后通过测定含钒浸出液中钒与铬的含量,得出钒浸出率为89.77%,铬浸出率为0.09%,实现了钒与铬的高效分离。

[0055] (3) 沉钒:沉钒过程在加热套中进行,所述沉钒添加剂为氯化铵;沉钒添加剂加入量为铵盐中的铵与浸出液中钒的摩尔比为2;沉钒过程通过加体积分数为20%的盐酸溶液维持体系pH值为2.5;沉钒温度为80℃,沉钒时间为120min。钒沉淀后,过滤分离固液得到多钒酸铵沉淀及含锰上清液。沉钒后通过测定沉钒上清液中钒的含量得到沉钒率为98.78%。

[0056] (4) 制得产品:将预先在100℃烘干24h的多钒酸铵在600℃焙烧60min,得到的五氧化二钒纯度为99.88%。

[0057] (5) 回收锰:向含锰上清液加入200g/L的碳酸钠溶液进行碳化;碳化过程中通过添加200g/L的碳酸钠溶液将碳化体系pH维持在7.0左右;碳化温度为80℃;碳化时间为30min;之后过滤分离固液,得到碳酸锰沉淀和提钒废液。

[0058] (6) 锰循环:将碳酸锰沉淀在100℃烘干24h,通过化学分析得到碳酸锰沉淀中锰含量为46.7%,纯度较高(碳酸锰纯试剂的锰含量为47.8%)。将该沉淀碳酸锰返回焙烧体系参与下一轮焙烧过程。

[0059] (7) 除杂:步骤(5)所得沉钒废液需要除去的杂质主要是氨氮。其中氨氮用离子交换法除去。

[0060] (8) 提钒尾渣利用:提钒尾渣中铬含量为11.73%,可作为制备铬铁合金或提取铬的原料。

[0061] 实施例3

[0062] 一种利用钒铬渣制备五氧化二钒的方法,包括如下步骤:

[0063] (1) 焙烧:将钒铬渣进行研磨后筛分,加入碳酸锰进行混料,之后进行锰化焙烧,钒铬渣的粒度为200~300目,以便钒渣中钒的氧化锰化。其中,所用钒铬渣钒含量(以 V_2O_5 计)为15.48%,铬含量(以 Cr_2O_3 计)为6.55%,与菱锰矿混合均匀,按摩尔比,钒铬渣中钒以 V_2O_5 计与菱锰矿中锰的摩尔比为1:3;950℃焙烧60min得到焙烧熟料;焙烧熟料经破碎粒度为200~300目;

[0064] (2) 浸出:浸出过程在加热套中进行,以去离子水与焙烧熟料液固比按mL/g为20向浸出容器加入去离子水,40℃时加入焙烧熟料,通过添加体积分数为20%的硫酸控制浸出体系pH值为2.8左右;浸出温度为40℃;浸出体系与焙烧熟料的液固比按mL/g为20;浸出过程时间为60min;浸出固液分离后用pH为2.8,温度为40℃的热水反复冲洗滤饼。浸出后通过测定含钒浸出液中钒与铬的含量,得出钒浸出率为88.54%,铬浸出率为0.23%,实现了钒与铬的高效分离。

[0065] (3) 沉钒:沉钒过程在加热套中进行,将沉钒添加剂加入含钒浸出液,所用的沉钒添加剂为氯化铵;沉钒添加剂加入量为铵盐中的铵与浸出液中钒的摩尔比为3;沉钒过程通

过加体积分数为20%的硫酸溶液维持体系pH值为2;沉钒温度为100℃,沉淀时间为30min。钒沉淀后,过滤分离固液得到多钒酸铵沉淀及含锰上清液。沉钒后通过测定沉钒上清液中钒的含量得到沉钒率为99.97%。

[0066] (4) 制得产品:将预先在80℃烘干6h的多钒酸铵在500℃焙烧300min,得到的五氧化二钒纯度为99.94%。

[0067] (5) 回收锰:向含锰上清液加入300g/L的碳酸铵溶液进行碳化;碳化过程中通过添加300g/L的碳酸钠溶液将碳化体系pH维持在8.0左右;碳化温度为20℃;碳化时间为10min;过滤分离固液,得到碳酸锰沉淀和提钒废液。

[0068] (6) 锰循环:将碳酸锰沉淀在80℃烘干6h,通过化学分析得到碳酸锰沉淀中锰含量为46.1%,纯度较高(碳酸锰纯试剂的锰含量为47.8%)。将该沉淀碳酸锰返回焙烧体系参与下一轮焙烧过程。

[0069] (7) 除杂:步骤(5)所得沉钒废液需要除去的杂质主要是氨氮。其中氨氮用化学沉淀法除去。

[0070] (8) 提钒尾渣利用:提钒尾渣中铬含量为7.58%,可作为制备铬铁合金或提取铬的原料。

[0071] 对比例1

[0072] 对钒含量(以 V_2O_5 计)为14.42%,铬含量(以 Cr_2O_3 计)为9.45%的钒铬渣进行常规的钠化焙烧水浸处理时,含铬尾渣和废水较多,对环境污染极大;提钒尾渣中钠含量(以 Na_2O 计)高达13.46%,无法利用;浸出液中钠含量较高,若不对浸出液进行除杂预处理, V_2O_5 产品纯度仅为91.49%。

[0073] 对比例2

[0074] 对钒含量(以 V_2O_5 计)为14.42%,铬含量(以 Cr_2O_3 计)为9.45%的钒铬渣进行常规的钙化焙烧酸浸处理时,钒铬浸出率分别为87.74%和0.68%,钒浸出率低于本发明钒浸出率,铬浸出率高于本发明浸出率。钒铬分离效率与本发明相比较差。提钒尾渣硫含量较高为1.3%,将造成熔炼合金中硫含量不达标。

[0075] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例而已,并非是对本发明做其它形式的限制,任何本领域技术人员可以利用上述公开的技术内容加以变更或改型为等同变化的等效实施例。但是凡是未脱离本发明技术方案内容,依据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化与改型,仍属于本发明技术方案的保护范围。

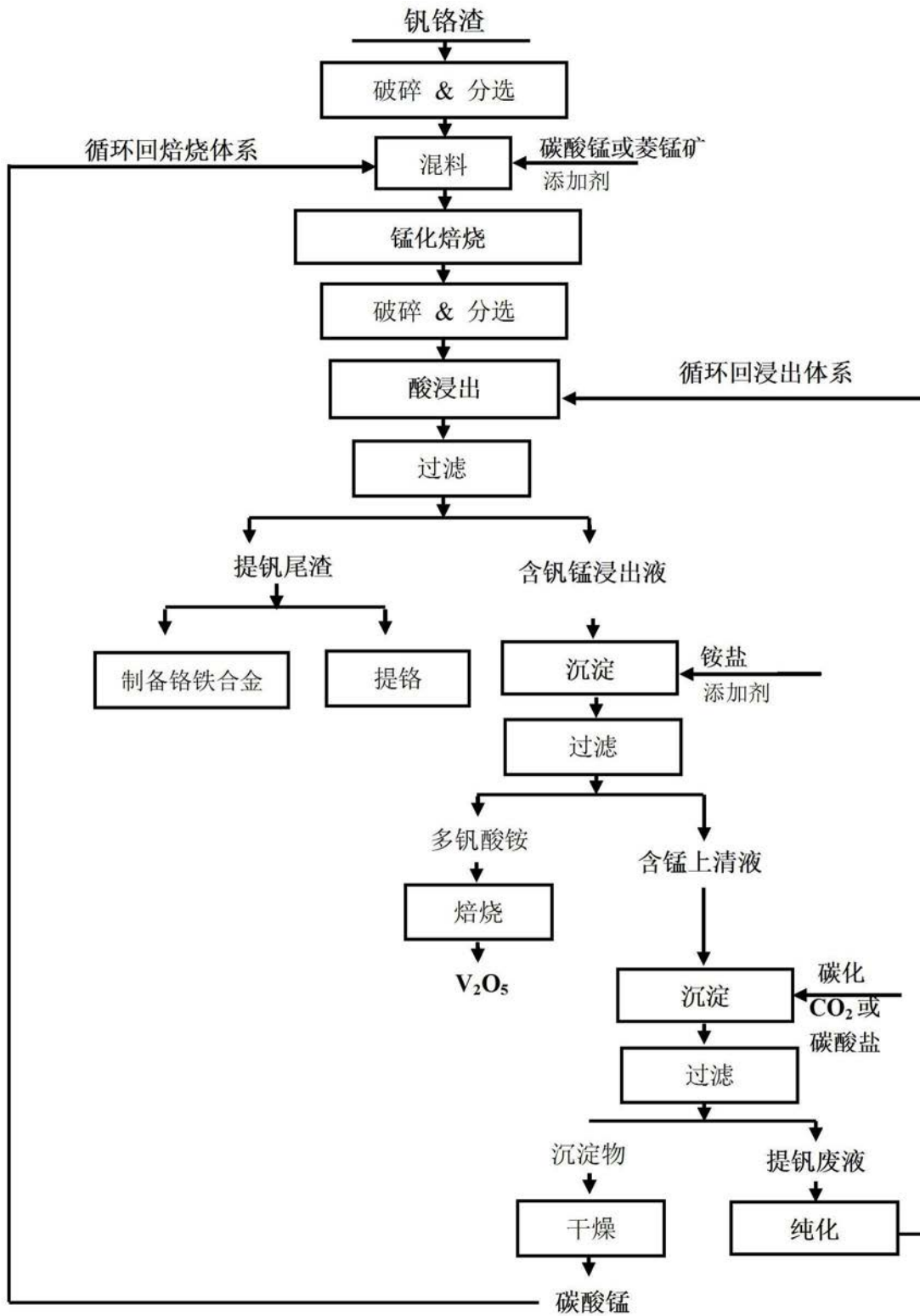


图1