



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108149022 A

(43)申请公布日 2018.06.12

(21)申请号 201810122261.9

(22)申请日 2018.02.07

(71)申请人 中国科学院过程工程研究所

地址 100190 北京市海淀区中关村北二条1号

(72)发明人 刘彪 杜浩 王少娜 王欣然

(74)专利代理机构 北京品源专利代理有限公司

11332

代理人 巩克栋

(51)Int.Cl.

C22B 7/00(2006.01)

C22B 1/04(2006.01)

C22B 34/22(2006.01)

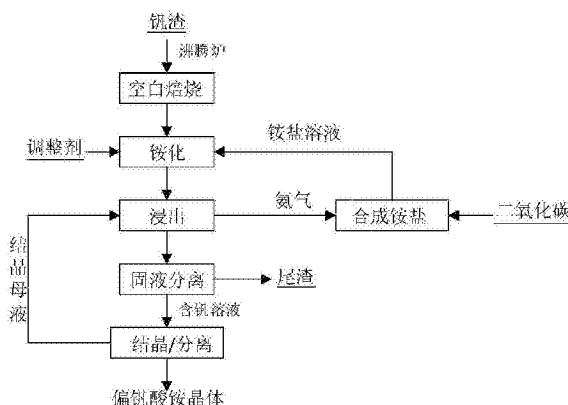
权利要求书2页 说明书8页 附图1页

(54)发明名称

一种钒渣空白焙烧铵化提钒的方法

(57)摘要

本发明涉及一种钒渣空白焙烧铵化提钒的方法,所述方法为:将钒渣加入沸腾炉进行空白焙烧;将空白焙烧得到的焙烧熟料与铵盐溶液以及调整剂混合后进行铵化反应,反应完成后进行浸出,固液分离后得到含钒溶液。本发明采用沸腾炉作为钒渣焙烧的设备,配合加入适量的调整剂,提高了传热效率,缩短了焙烧时间,降低了生产能耗,同时消除了含硅物相的不利影响,提高钒的铵化转化率,改善了固液分离性能。本发明消除了在高温焙烧的过程中不易发生粘结和烧结现象,使氧气与钒渣颗粒充分接触,大幅提高钒转化率,同时减少铵盐的用量,降低生产成本;可以实现铵盐介质的循环利用,整个工艺过程无废水排放,具有良好的应用前景。



1. 一种钒渣空白焙烧铵化提钒的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:
 - (1) 将钒渣加入沸腾炉进行空白焙烧;
 - (2) 将步骤(1)空白焙烧得到的焙烧熟料与铵盐溶液以及调整剂混合后进行铵化反应,反应完成后进行浸出,固液分离后得到含钒溶液。
2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤(1)所述钒渣的粒度为50-300目。
3. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,步骤(1)所述空白焙烧的温度为800-950℃;
优选地,步骤(1)所述空白焙烧的时间为0.2-0.45h。
4. 如权利要求1-3任一项所述的方法,其特征在于,步骤(1)所述空白焙烧时沸腾炉的鼓风量与钒渣的质量的比值为(3-10):1;
优选地,步骤(1)所述空白焙烧过程中沸腾炉内的空气流速为0.5-2.0m/s。
5. 如权利要求1-4任一项所述的方法,其特征在于,步骤(2)所述铵盐为碳酸铵和/或碳酸氢铵;
优选地,步骤(2)所述铵盐溶液的浓度为30-50wt%。
6. 如权利要求1-5任一项所述的方法,其特征在于,步骤(2)所述铵盐溶液和焙烧熟料的液固比为(0.2-0.4):1;
优选地,步骤(2)所述铵化反应进行的温度为40-60℃;
优选地,步骤(2)所述铵化反应进行的时间为1-5h。
7. 如权利要求1-6任一项所述的方法,其特征在于,步骤(2)所述调整剂为氢氧化钠和/或碳酸钠;
优选地,所述调整剂的添加量为钒渣质量的2-5%。
8. 如权利要求1-7任一项所述的方法,其特征在于,步骤(2)所述浸出的温度为80-98℃;
优选地,步骤(2)所述浸出的时间为1-3h;
优选地,步骤(2)所述浸出过程中分解产生的氨气与二氧化碳反应合成铵盐,返回上一步骤用于对焙烧熟料的铵化。
9. 如权利要求1-8任一项所述的方法,其特征在于,对步骤(2)得到的含钒溶液进行冷却结晶,固液分离后得到偏钒酸按产品和结晶母液;
优选地,所述结晶过程中添加0.2-1.0g/L的偏钒酸铵晶种;
优选地,所述结晶终点温度为30-40℃;
优选地,所述结晶母液返回至上一步骤对物料进行浸出。
10. 如权利要求1-9任一项所述的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:
 - (1) 将粒度为50-300目的钒渣加入沸腾炉,控制鼓风量与钒渣的质量的比值为(3-10):1,沸腾炉内的空气流速为0.5-2.0m/s,升温至800-950℃空白焙烧0.2-0.45h;
 - (2) 将步骤(1)空白焙烧得到的焙烧熟料与铵盐溶液和调整剂混合,在40-60℃下进行铵化反应1-5h;所述铵盐溶液为碳酸铵和/或碳酸氢铵溶液,浓度为30-50wt%,和焙烧熟料的液固比为(0.2-0.4):1;所述调整剂为氢氧化钠和/或碳酸钠,添加量为钒渣质量的2-5%;
 - (3) 步骤(2)所述铵化反应完成后在80-98℃浸出1-3h,固液分离后得到含钒溶液;浸出

过程中分解产生的氨气与二氧化碳反应合成铵盐,返回步骤(2)用于对焙烧熟料的铵化;

(4) 向步骤(3)得到含钒溶液中添加0.2-1.0g/L的偏钒酸铵晶种进行冷却结晶,结晶终点温度为30-40℃,结晶完成后固液分离后得到偏钒酸铵产品和结晶母液;所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

一种钒渣空白焙烧铵化提钒的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及钒化工冶金技术领域,具体涉及一种从钒渣中浸出提钒的方法,尤其涉及一种钒渣空白焙烧铵化提钒的方法。

背景技术

[0002] 传统钒渣提钒法为焙烧-水浸法提钒,其中钒渣钠化焙烧-水浸提钒为提钒的主流方法。该方法是采用钠盐添加剂(如食盐、芒硝、纯碱等)帮助三价钒氧化为五价钒并使其转化为可溶性的钒酸盐。钠化焙烧过程需要消耗大量的钠盐,钒回收率低,单次焙烧钒回收率为70%左右,经多次焙烧后钒的回收率也仅为80%;需多次焙烧,能耗偏高;在焙烧过程中会产生有害的SO₂、HCl、Cl₂等侵蚀性气体,污染环境;同时高温焙烧过程容易产生物料烧结、窑体结圈现象,阻碍了钒的进一步氧化,钒转化率降低,同时降低了生产效率。沉钒过程中产生大的沉钒废水,这些废水处理代价较高。

[0003] 针对钠化焙烧存在的问题,CN103937978A、CN04003442A、CN103952565A、CN104831090A、CN105779758A等提出含钒原料空白焙烧-铵浸的提钒方法,即钒原料不添加任何钠盐或钙盐,直接进行氧化焙烧,焙烧熟料采用铵盐浸出得到偏钒酸铵,从而实现对钒的提取。该方法具有钒回收率高、工艺成本低、流程短、过程清洁等优势,已成为清洁提钒的发展新方向。

[0004] 众所周知,焙烧法提钒工艺中能耗最高的操作单元就是焙烧单元,为了达到设定的焙烧温度(通常高达800-1000℃)和停留时间,需要消耗大量的煤气或天然气。例如,实验室采用马弗炉焙烧通常需要保温1-3h;工业生产过程中采用回转窑焙烧(几乎所有的提钒企业均采用该焙烧方法),物料在回转窑中的停留时间达到3-5h,消耗了大量的能量,生产成本居高不下。如果改变现有的焙烧方法或焙烧设备,改进焙烧过程的气-固反应动力学,缩短焙烧时间,将能够大幅降低焙烧能耗,是对现有焙烧工艺提钒技术的重大创新。因此,亟需开发一种高效的钒渣空白焙烧提钒方法。

发明内容

[0005] 鉴于现有技术中存在的问题,本发明提供了一种钒渣空白焙烧铵化提钒的方法,利用沸腾炉作为钒渣空白焙烧设备,配合加入调整剂,解决了传统方法中钒渣焙烧方法焙烧时间长、焙烧能耗高的问题,提高了生产效率,降低了生产成本,同时提高钒的铵化转化率,改善了固液分离性能,具有良好的应用前景。

[0006] 为达此目的,本发明采用以下技术方案:

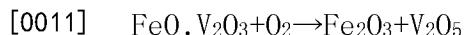
[0007] 本发明提供一种钒渣空白焙烧铵化提钒的方法,所述方法包括以下步骤:

[0008] (1) 将钒渣加入沸腾炉进行空白焙烧;

[0009] (2) 将步骤(1)空白焙烧得到的焙烧熟料与铵盐溶液以及调整剂混合后进行铵化反应,反应完成后进行浸出,固液分离后得到含钒溶液。

[0010] 钒渣中的主要成分为钒尖晶石,空白焙烧即在高温条件下,钒渣中的钒尖晶石与

空气中的氧气反应生成五氧化二钒，五氧化二钒可以与碳酸氢铵或碳酸铵反应生成偏钒酸铵，从而实现钒的提取，焙烧反应方程式如下：



[0012] 与现在工业生产中广泛采用回转窑焙烧相比，沸腾炉焙烧具有显著的优势：(1) 的炉内温度均匀，固体颗粒分布均匀，气-固反应传质效果极佳，因此，设备生产效率更高，焙烧时间更短，可大幅降低焙烧能耗；(2) 焙烧过程中物料颗粒处于悬浮状态，颗粒与颗粒之间的粘结机会显著降低，可有效避免物料高温粘结问题，对于工业生产具有重要的实际意义。此外，要想实现高效、稳定生产，需根据物料特性，将物料粒度、鼓风量、气体流速及焙烧时间控制在合适的范围内。

[0013] 由于沸腾炉焙烧时间较回转窑更短，钒渣中有含硅物相未充分分解，影响钒的铵化反应，因此本发明选择在铵化的过程中加入调整剂，充分消除含硅物相以提高钒的铵化转化率。同时，中性条件下含硅物相的存在会使得固液分离变的困难，因此加入调整剂能够调节后续固液分离过程，改善分离性能。

[0014] 根据本发明，步骤(1)所述钒渣的粒度为50-300目，例如可以是50目、70目、100目、120目、150目、180目、200目、230目、250目、280目或300目，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本发明不再穷尽列举。

[0015] 根据本发明，步骤(1)所述空白焙烧的温度为800-950℃，例如可以是800℃、820℃、850℃、880℃、900℃、930℃或950℃，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本发明不再穷尽列举。

[0016] 根据本发明，步骤(1)所述空白焙烧的时间为0.2-0.45h，例如可以是0.2h、0.25h、0.3h、0.35h、0.4h或0.45h，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本发明不再穷尽列举。

[0017] 根据本发明，步骤(1)所述空白焙烧时沸腾炉的的鼓风量(Nm^3/h ,标准状态下)与钒渣的质量(kg)的比值为(3-10):1，例如可以是3:1、4:1、5:1、6:1、7:1、8:1、9:1或10:1，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本发明不再穷尽列举。

[0018] 根据本发明，步骤(1)所述空白焙烧过程中沸腾炉内的空气流速为0.5-2.0m/s，例如可以是0.5m/s、0.8m/s、1m/s、1.2m/s、1.5m/s、1.8m/s或2m/s，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本发明不再穷尽列举。

[0019] 根据本发明，步骤(2)所述铵盐为碳酸铵和/或碳酸氢铵。

[0020] 根据本发明，步骤(2)所述铵盐溶液的浓度为30-50wt%，例如可以是30wt%、33wt%、35wt%、38wt%、40wt%、42wt%、45wt%、48wt%或50wt%，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本发明不再穷尽列举。

[0021] 根据本发明，步骤(2)所述铵盐溶液和焙烧熟料的液固比为(0.2-0.4):1，例如可以是0.2:1、0.25:1、0.3:1、0.35:1或0.4:1，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本发明不再穷尽列举。

[0022] 根据本发明，步骤(2)所述铵化反应进行的温度为40-60℃，例如可以是40℃、43℃、45℃、48℃、50℃、53℃、55℃、57℃或60℃，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本发明不再穷尽列举。

[0023] 根据本发明，步骤(2)所述铵化反应进行的时间为1-5h，例如可以是1h、1.5h、2h、

2.5h、3h、3.5h、4h、4.5h或5h,以及上述数值之间的具体点值,限于篇幅及出于简明的考虑,本发明不再穷尽列举。

[0024] 根据本发明,步骤(2)所述调整剂为氢氧化钠和/或碳酸钠。

[0025] 根据本发明,所述调整剂的添加量为钒渣质量的2-5%,例如可以是2%、2.5%、3%、3.5%、4%、4.5%或5%,以及上述数值之间的具体点值,限于篇幅及出于简明的考虑,本发明不再穷尽列举。

[0026] 对本发明而言,调整剂的加入以及对其添加量的控制是选用沸腾炉焙烧钒渣的必要条件,当调整剂的添加量不足时,难以完全消除含硅物料的影响,对钒的铵化转化率以及分离性能提高的有限;当调整剂的添加量过量时,使得溶液呈现相对较强的碱性,则钒渣中其他组分,如Al、Mn等杂质元素也会发生浸出,提高了钒液的处理成本,降低产品品质。

[0027] 根据本发明,步骤(2)所述浸出的温度为80-98℃,例如可以是80℃、82℃、85℃、88℃、90℃、93℃、95℃或98℃,以及上述数值之间的具体点值,限于篇幅及出于简明的考虑,本发明不再穷尽列举。

[0028] 本发明在浸出过程中可以直接加热进行,也可以以加入热液的方式对物料进行浸出,所述热液为经过加热达到预定温度的水(工艺水)。

[0029] 根据本发明,步骤(2)所述浸出的时间为1-3h,例如可以是1h、1.5h、2h、2.5h或3h,以及上述数值之间的具体点值,限于篇幅及出于简明的考虑,本发明不再穷尽列举。

[0030] 根据本发明,步骤(2)所述浸出过程中分解产生的氨气与二氧化碳反应合成铵盐,返回上一步骤用于对焙烧熟料的铵化。

[0031] 根据本发明,对步骤(2)得到的含钒溶液进行冷却结晶,固液分离后得到偏钒酸按产品和结晶母液。

[0032] 根据本发明,所述结晶过程中添加0.2-1.0g/L的偏钒酸铵晶种,结晶的终点温度为30-40℃。

[0033] 本发明结晶后得到的结晶母液返回至上一步骤对物料进行浸出。

[0034] 本发明采用本领域常用的手段进行固液分离的操作,例如可以是过滤、抽滤、离心等,但非仅限于此,应根据实际的情况进行具体选择。

[0035] 作为优选的技术方案,本发明所述钒渣空白焙烧铵化提钒的方法包括以下步骤:

[0036] (1)将粒度为50-300目的钒渣加入沸腾炉,控制鼓风量与钒渣的质量的比值为(3-10):1,沸腾炉内的空气流速为0.5-2.0m/s,升温至800-950℃空白焙烧0.2-0.45h;

[0037] (2)将步骤(1)空白焙烧得到的焙烧熟料与铵盐溶液和调整剂混合,在40-60℃下进行铵化反应1-5h;所述铵盐溶液为碳酸铵和/或碳酸氢铵溶液,浓度为30-50wt%,和焙烧熟料的液固比为(0.2-0.4):1;所述调整剂为氢氧化钠和/或碳酸钠,添加量为钒渣质量的2-5%;

[0038] (3)步骤(2)所述铵化反应完成后在80-98℃浸出1-3h,固液分离后得到含钒溶液;浸出过程中分解产生的氨气与二氧化碳反应合成铵盐,返回步骤(2)用于对焙烧熟料的铵化;

[0039] (4)向步骤(3)得到含钒溶液中添加0.2-1.0g/L的偏钒酸铵晶种进行冷却结晶,结晶终点温度为30-40℃,结晶完成后固液分离后得到偏钒酸按产品和结晶母液;所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

[0040] 与现有技术方案相比,本发明至少具有以下有益效果:

[0041] (1) 本发明采用沸腾炉作为钒渣焙烧的设备,利用其传热效率高、传质效果好的优点,缩短了焙烧时间,提高了生产效率,降低了生产能耗,较现有回转窑焙烧方法生产效率可提高3倍以上。

[0042] (2) 本发明在采用沸腾炉进行焙烧的过程中加入适量的调整剂,有效的消除了含硅物相的不利影响,提高钒的铵化转化率,改善了固液分离性能。

[0043] (3) 采用本发明的工艺对钒渣进行焙烧时,物料颗粒在沸腾炉内处于悬浮翻动状态,颗粒与颗粒之间碰撞机会较回转窑更少,因此,在高温焙烧的过程中不易发生粘结和烧结现象,焙烧过程中氧气可以与钒渣颗粒充分接触,大幅提高钒转化率。

[0044] (4) 本发明采用低液固比的铵盐溶液对钒渣进行铵化,不仅可以减小铵化反应设备,而且可以减少铵盐的用量,降低生产成本。

[0045] (5) 本发明浸出过程中铵盐分解产生氨气,氨气采用二氧化碳进行吸收重新合成碳酸氢铵,可以实现铵盐介质的循环利用,整个工艺过程清洁环保,无废水排放。

附图说明

[0046] 图1为本发明一种具体实施方式提供的工艺流程图。

[0047] 下面对本发明进一步详细说明。但下述的实例仅仅是本发明的简易例子,并不代表或限制本发明的权利保护范围,本发明的保护范围以权利要求书为准。

具体实施方式

[0048] 下面结合附图并通过具体实施方式来进一步说明本发明的技术方案。

[0049] 如图1所示,本发明提供的一种钒渣空白焙烧铵化提钒的方法的工艺流程可以为:将钒渣加入沸腾炉进行空白焙烧;然后将得到的焙烧熟料与铵盐溶液以及调整剂混合后进行铵化反应,反应完成后进行浸出固液分离后得到含钒溶液和尾渣;对所得含钒浸出液进行结晶分离,得到偏钒酸铵产品;浸出过程中产生的氨气与二氧化碳反应后合成铵盐,所得铵盐用于对焙烧熟料进行铵化。

[0050] 为更好地说明本发明,便于理解本发明的技术方案,本发明的典型但非限制性的实施例如下:

实施例1

[0052] (1) 将1kg粒度为100-200目的钒渣加入沸腾炉内,控制沸腾炉的鼓风量为 $4\text{Nm}^3/\text{h}$ (标准状态下),空气流速为 1.0m/s ,升温至 900°C 空白焙烧 0.4h ,焙烧后的熟料在空气中自然冷却;

[0053] (2) 向步骤(1)得到的焙烧熟料中加入碳酸氢铵溶液进行铵化,同时加入钒渣质量3%的碳酸钠调整剂,控制碳酸氢铵溶液的浓度为50wt%,温度为 50°C ,溶液和焙烧熟料的液固比为0.4:1,铵化时间为3h;

[0054] (3) 铵化反应完成后,向混合物料中加入热液进行浸出,在 90°C 下浸出3h,浸出时分解产生的氨气与二氧化碳合成碳酸氢铵后返回铵化工序,浸出后过滤得到含偏钒酸铵的浸出液;

[0055] (4) 向步骤(3)得到的浸出液中加入浓度为 0.5g/L 的偏钒酸铵晶种,然后降温至40

℃结晶得到偏钒酸铵晶体,过滤后所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

[0056] 将尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为93.2%。所得产品纯度99.3%。

[0057] 实施例2

[0058] (1) 将0.1kg粒度为150-200目的钒渣加入沸腾炉内,控制沸腾炉的鼓风量为1Nm³/h(标准状态下),空气流速为1.8m/s,升温至800℃空白焙烧0.45h,焙烧后的熟料在空气中自然冷却;

[0059] (2) 向步骤(1)得到的焙烧熟料中加入碳酸氢铵溶液进行铵化,同时加入钒渣质量2%的碳酸钠调整剂,控制碳酸氢铵溶液的浓度为30wt%,温度为40℃,溶液和焙烧熟料的液固比为0.4:1,铵化时间为1h;

[0060] (3) 铵化反应完成后,向混合物料中加入热液进行浸出,在80℃下浸出2.5h,浸出时分解产生的氨气与二氧化碳合成碳酸氢铵后返回铵化工序,浸出后过滤得到含偏钒酸铵的浸出液;

[0061] (4) 向步骤(3)得到的浸出液中加入浓度为0.2g/L的偏钒酸铵晶种,然后降温至30℃结晶得到偏钒酸铵晶体,过滤后所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

[0062] 将尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为91.0%。所得产品纯度99.5%。

[0063] 实施例3

[0064] (1) 将0.5kg粒度为100-150目的钒渣加入沸腾炉内,控制沸腾炉的鼓风量为2Nm³/h(标准状态下),空气流速为0.8m/s,升温至950℃空白焙烧0.2h,焙烧后的熟料在空气中自然冷却;

[0065] (2) 向步骤(1)得到的焙烧熟料中加入碳酸氢铵溶液进行铵化,同时加入钒渣质量5%的碳酸钠调整剂,控制碳酸氢铵溶液的浓度为45wt%,温度为60℃,溶液和焙烧熟料的液固比为0.2:1,铵化时间为1h;

[0066] (3) 铵化反应完成后,向混合物料中加入热液进行浸出,在90℃下浸出1h,浸出时分解产生的氨气与二氧化碳合成碳酸氢铵后返回铵化工序,浸出后过滤得到含偏钒酸铵的浸出液;

[0067] (4) 向步骤(3)得到的浸出液中加入浓度为1.0g/L的偏钒酸铵晶种,然后降温至40℃结晶得到偏钒酸铵晶体,过滤后所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

[0068] 将尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为90.0%。所得产品纯度99.7%。

[0069] 实施例4

[0070] (1) 将10kg粒度为100-150目的钒渣加入沸腾炉内,控制沸腾炉的鼓风量为30Nm³/h(标准状态下),空气流速为1.2m/s,升温至850℃空白焙烧0.4h,焙烧后的熟料在空气中自然冷却;

[0071] (2) 向步骤(1)得到的焙烧熟料中加入碳酸氢铵溶液进行铵化,同时加入钒渣质量3%的氢氧化钠调整剂,控制碳酸氢铵溶液的浓度为40wt%,温度为45℃,溶液和焙烧熟料的液固比为0.3:1,铵化时间为4h;

[0072] (3) 铵化反应完成后,向混合物料中加入热液进行浸出,在85℃下浸出2.5h,浸出

时分解产生的氨气与二氧化碳合成碳酸氢铵后返回铵化工序,浸出后过滤得到含偏钒酸铵的浸出液;

[0073] (4)向步骤(3)得到的浸出液中加入浓度为0.5g/L的偏钒酸铵晶种,然后降温至35℃结晶得到偏钒酸铵晶体,过滤后所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

[0074] 将尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为95.0%。所得产品纯度99.4%。

[0075] 实施例5

[0076] (1)将8kg粒度为50-100目的钒渣加入沸腾炉内,控制沸腾炉的鼓风量为64Nm³/h(标准状态下),空气流速为2m/s,升温至920℃空白焙烧0.35h,焙烧后的熟料在空气中自然冷却;

[0077] (2)向步骤(1)得到的焙烧熟料中加入碳酸氢铵溶液进行铵化,同时加入钒渣质量5%的氢氧化钠调整剂,控制碳酸氢铵溶液的浓度为45wt%,温度为55℃,溶液和焙烧熟料的液固比为0.35:1,铵化时间为2h;

[0078] (3)铵化反应完成后,向混合物料中加入热液进行浸出,在95℃下浸出2h,浸出时分解产生的氨气与二氧化碳合成碳酸氢铵后返回铵化工序,浸出后过滤得到含偏钒酸铵的浸出液;

[0079] (4)向步骤(3)得到的浸出液中加入浓度为0.2g/L的偏钒酸铵晶种,然后降温至40℃结晶得到偏钒酸铵晶体,过滤后所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

[0080] 将尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为92.0%。所得产品纯度99.2%。

[0081] 实施例6

[0082] (1)将1000kg粒度为150-200目的钒渣加入沸腾炉内,控制沸腾炉的鼓风量为5000Nm³/h(标准状态下),空气流速为1.6m/s,升温至900℃空白焙烧0.3h,焙烧后的熟料在空气中自然冷却;

[0083] (2)向步骤(1)得到的焙烧熟料中加入碳酸氢铵溶液进行铵化,同时加入钒渣质量2%的氢氧化钠调整剂,控制碳酸氢铵溶液的浓度为40wt%,温度为50℃,溶液和焙烧熟料的液固比为0.2:1,铵化时间为5h;

[0084] (3)铵化反应完成后,向混合物料中加入热液进行浸出,在98℃下浸出1h,浸出时分解产生的氨气与二氧化碳合成碳酸氢铵后返回铵化工序,浸出后过滤得到含偏钒酸铵的浸出液;

[0085] (4)向步骤(3)得到的浸出液中加入浓度为0.8g/L的偏钒酸铵晶种,然后降温至32℃结晶得到偏钒酸铵晶体,过滤后所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

[0086] 将尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为91.0%。所得产品纯度99.6%。

[0087] 实施例7

[0088] (1)将5kg粒度为200-250目的钒渣加入沸腾炉内,控制沸腾炉的鼓风量为15Nm³/h(标准状态下),空气流速为1.0m/s,升温至830℃空白焙烧0.45h,焙烧后的熟料在空气中自然冷却;

[0089] (2)向步骤(1)得到的焙烧熟料中加入碳酸氢铵溶液进行铵化,同时加入钒渣质量

4%的碳酸钠调整剂,控制碳酸氢铵溶液的浓度为30wt%,温度为60℃,溶液和焙烧熟料的液固比为0.4:1,铵化时间为2.5h;

[0090] (3) 铵化反应完成后,向混合物料中加入热液进行浸出,在80℃下浸出3h,浸出时分解产生的氨气与二氧化碳合成碳酸氢铵后返回铵化工序,浸出后过滤得到含偏钒酸铵的浸出液;

[0091] (4) 向步骤(3)得到的浸出液中加入浓度为0.6g/L的偏钒酸铵晶种,然后降温至36℃结晶得到偏钒酸铵晶体,过滤后所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

[0092] 将尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为90.0%。所得产品纯度99.5%。

[0093] 实施例8

[0094] (1) 将100kg粒度为100-300目的钒渣加入沸腾炉内,控制沸腾炉的鼓风量为600Nm³/h(标准状态下),空气流速为1.5m/s,升温至880℃空白焙烧0.3h,焙烧后的熟料在空气中自然冷却;

[0095] (2) 向步骤(1)得到的焙烧熟料中加入碳酸氢铵溶液进行铵化,同时加入钒渣质量4%的氢氧化钠调整剂,控制碳酸氢铵溶液的浓度为50wt%,温度为50℃,溶液和焙烧熟料的液固比为0.4:1,铵化时间为2h;

[0096] (3) 铵化反应完成后,向混合物料中加入热液进行浸出,在90℃下浸出3h,浸出时分解产生的氨气与二氧化碳合成碳酸氢铵后返回铵化工序,浸出后过滤得到含偏钒酸铵的浸出液;

[0097] (4) 向步骤(3)得到的浸出液中加入浓度为0.9g/L的偏钒酸铵晶种,然后降温至39℃结晶得到偏钒酸铵晶体,过滤后所得结晶母液返回至步骤(3)中用于对物料进行浸出。

[0098] 将尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为94.0%。所得产品纯度99.3%。

[0099] 对比例1

[0100] 与实施例1相比,本对比例除了在步骤(2)所述的铵化过程中不添加调整剂外,其他工艺和条件完全相同。

[0101] 将本对比例得到的尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为81%,且过滤过程中固液难以实现有效分离,所得产品纯度94%。

[0102] 对比实施例1可知,调整剂可有效改善钒的浸取效果,提高钒的转化率,同时改善固液分离性能。

[0103] 对比例2

[0104] 与实施例1相比,本对比例除了在步骤(2)所述的铵化过程中加入钒渣质量1%的碳酸钠调整剂外,其他工艺和条件完全相同。

[0105] 将本对比例得到的尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为81%,且过滤过程中固液分离困难,所得产品纯度95%。

[0106] 对比实施例1和对比例1可知,当调整剂的添加量不足时,难以完全消除含硅物料的影响,对钒的铵化转化率以及分离性能提高的有限。

[0107] 对比例3

[0108] 与实施例1相比,本对比例除了在步骤(2)所述的铵化过程中加入钒渣质量8%的

氢氧化钠调整剂外,其他工艺和条件完全相同。

[0109] 将本对比例得到的尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为85%,所得钒产品纯度仅为93%。

[0110] 对比实施例1和对比例1可知,当调整剂的添加量过量时,虽然转浸率尚可,但是产品纯度明显偏低,为了消除新出现的杂质,需要设计额外的步骤以及添加额外的试剂进行除杂,增加了工艺流程,同时造成对原料的浪费,增加生产成本。

[0111] 对比例4

[0112] 与实施例1相比,本对比例除了在步骤(1)中采用回转窑进行焙烧外,其他工艺和条件完全相同。

[0113] 将本对比例得到的尾渣经热水洗涤、烘干、称重后分析尾渣中的钒含量,经检测钒的转浸率为72%,产品纯度98.5%。

[0114] 对比实施例1可知,在其他条件完全相同的前提下,采用沸腾炉焙烧,钒的转浸率可以达到93.2%,而采用回转窑,钒的转浸率仅为72%,说明同样焙烧时间下,回转窑的焙烧反应效率远低于沸腾炉。

[0115] 以上详细描述了本发明的优选实施方式,但是,本发明并不限于上述实施方式中的具体细节,在本发明的技术构思范围内,可以对本发明的技术方案进行多种简单变型,这些简单变型均属于本发明的保护范围。

[0116] 另外需要说明的是,在上述具体实施方式中所描述的各个具体技术特征,在不矛盾的情况下,可以通过任何合适的方式进行组合,为了避免不必要的重复,本发明对各种可能的组合方式不再另行说明。

[0117] 此外,本发明的各种不同的实施方式之间也可以进行任意组合,只要其不违背本发明的思想,其同样应当视为本发明所公开的内容。

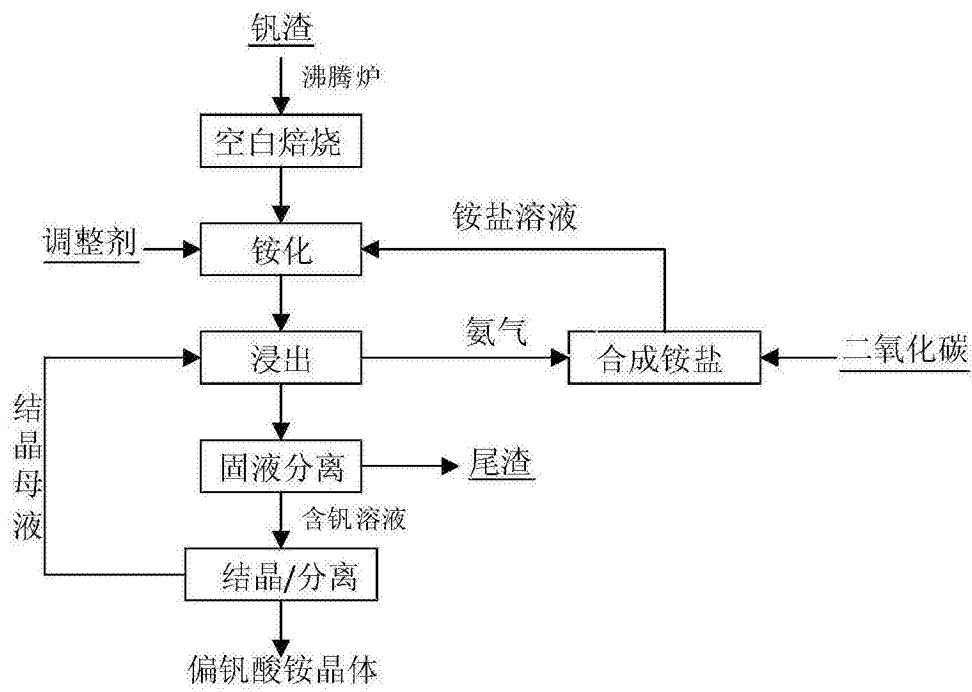


图1