



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103014377 B

(45) 授权公告日 2014. 07. 23

(21) 申请号 201110282072. 6

CN 102051486 A, 2011. 05. 11,

(22) 申请日 2011. 09. 21

审查员 武剑

(73) 专利权人 攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司

地址 617000 四川省攀枝花市东区桃源街  
90 号

(72) 发明人 殷兆迁 李千文 孙朝晖 曹鹏  
申彪

(74) 专利代理机构 北京润平知识产权代理有限公司 11283

代理人 王浩然 周建秋

(51) Int. Cl.

C22B 34/22 (2006. 01)

C22B 3/44 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101724757 A, 2010. 06. 09,

CN 101724756 A, 2010. 06. 09,

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

一种钒液的提纯方法

(57) 摘要

本发明提供了一种钒液的提纯方法, 该钒液含有钒酸根离子、硅酸根离子、铝离子和钙离子, 该方法包括以下步骤: 将钒液与除杂剂 A 和除杂剂 B 进行接触, 以使钒液中的硅酸根离子与除杂剂 A 形成沉淀, 使钒液中的铝离子和钙离子与除杂剂 B 形成沉淀。根据本发明提供的钒液提纯方法, 能够使提纯后的钒液中的  $PO_4^{3-} < 0.005g/L$ 、 $SiO_4^{2-} < 0.005g/L$ 、 $Ca^{2+} < 0.005g/L$ 、 $Al^{3+} < 0.01g/L$ , 且具有工艺简单易用、钒液成分要求宽松、设备要求低、操作方便、成本低、具有很好的社会效益和经济效益。

1. 一种钒液的提纯方法,该钒液含有钒酸根离子、硅酸根离子、铝离子和钙离子,该方法包括将钒液与除杂剂 A 和除杂剂 B 进行接触,并将接触后所得产物进行固液分离;其中,所述除杂剂 A 为能够与硅酸根离子生成沉淀或者能够促使硅酸根离子形成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质,所述除杂剂 B 为能够与铝离子和钙离子生成沉淀或者能够促使铝离子和钙离子形成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质;

其中,所述除杂剂 A 为铝盐、铁盐、镁盐和铵盐中的任意两种的混合物;所述除杂剂 B 为碳酸钠、碳酸氢钠、碳酸钾和碳酸氢钾中的一种或多种;

其中,所述钒液为钒矿直接浸出过滤所得的钒液、粗钒产品溶解所得的钒液、铁水吹钒钒渣浸出钒液和石煤提钒钒液中的一种或多种。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述除杂剂 A 的用量使得接触后所得钒液中游离的硅酸根离子浓度小于 0.005 克/升。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法,其中,所述除杂剂 A 的用量由下述公式 (1) 确定:

$$W1 = k1 \times (2C_0 \times V) / m \quad (1)$$

其中, W1 表示以与硅酸根离子反应的金属阳离子计的除杂剂 A 的摩尔数,  $C_0$  表示钒液中硅酸根离子的摩尔浓度,单位为摩尔/升, V 表示钒液的体积,单位为升, m 表示除杂剂 A 中与硅酸根离子反应的金属阳离子的价态,  $k1 = 0.9-1.1$ 。

4. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述钒液还含有磷酸根离子,所述除杂剂 A 为能够与硅酸根离子和磷酸根离子生成沉淀或者能够促使硅酸根离子和磷酸根离子形成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质,所述除杂剂 A 的用量还使得接触后所得钒液中游离的磷酸根离子浓度小于 0.005 克/升。

5. 根据权利要求 4 所述的方法,其中,所述除杂剂 A 的用量由下述公式 (2) 确定:

$$W2 = k2 \times \{ (2C_0 \times V) / m + (3C_1 \times V) / m \} \quad (2)$$

其中, W2 表示以与硅酸根离子和磷酸根离子反应的金属阳离子计的除杂剂 A 的摩尔数,  $C_0$  表示钒液中硅酸根离子的摩尔浓度,单位为摩尔/升,  $C_1$  表示钒液中磷酸根离子的摩尔浓度,单位为摩尔/升, V 表示钒液的体积,单位为升, m 表示除杂剂 A 中与硅酸根离子和磷酸根离子反应的金属阳离子的价态,  $k2 = 0.9-1.1$ 。

6. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述铝盐为硫酸铝,所述铁盐为硫酸铁,所述镁盐为硫酸镁,所述铵盐为硫酸铵。

7. 根据权利要求 1、2 或 4 所述的方法,其中,所述接触的条件包括温度为 60℃ 至钒液的沸腾温度,时间为 0.5-1.5 小时, pH 为 8-11。

8. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述除杂剂 B 的用量使得接触后所得钒液中游离的铝离子浓度小于 0.01 克/升和钒液中游离的钙离子浓度小于 0.005 克/升。

9. 根据权利要求 1 或 8 所述的方法,其中,所述除杂剂 B 的用量由下述公式 (3) 确定:

$$W3 = k3 \times \{ (3C_2 \times V) / n + (2C_3 \times V) / n \} \quad (3)$$

其中, W3 表示以与铝离子和钙离子反应形成沉淀的阴离子计的除杂剂 B 的摩尔数,  $C_2$  表示钒液中铝离子的摩尔浓度,单位为摩尔/升,  $C_3$  表示钒液中钙离子的摩尔浓度,单位为摩尔/升, V 表示钒液的体积,单位为升, n 表示除杂剂 B 中与铝离子和钙离子反应形成沉淀的阴离子的价态,  $k3 = 0.9-1.1$ 。

10. 根据权利要求 9 所述的方法,其中,所述除杂剂 B 为碳酸钠。

11. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述钒液中总钒含量为 5-80g/L,磷酸根离子含量为 0.035-0.055g/L,硅酸根离子含量为 1.18-1.25g/L,铝离子含量为 0.03-0.05g/L,钙离子含量为 0.115-0.129g/L。

## 一种钒液的提纯方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种钒液的提纯方法。

### 背景技术

[0002] 含钙、铝、硅、磷较低的钒产品是附加值较高的钒产品。它用于不同的行业有不同的技术要求,通常可运用于冶金、化工、医药、能源、环保、航空航天等行业,并具有不可替代的作用。

[0003] 在含钒熟料浸出提钒的过程中,一些杂质也随着钒一起浸出到溶液中,含钒浸出液中通常含有铁、锰、铬、硅、磷、铝、钙等杂质离子,影响到沉钒和产品的质量,这些杂质离子在浸出液 pH 值的调整下,大部分杂质离子发生水解反应而沉淀进入沉淀渣中,但是,磷、硅、钙和铝水解后仍生成可溶性化合物留在浸出液中,严重影响到沉钒和产品质量,必须除尽。因而需要专门的净化处理,常规的去磷方法通常有溶剂萃取或离子交换,但去除效果均不理想,因此,如何将杂质磷、硅、钙和铝从含钒熟料浸出液中除去,以满足产品质量的要求具有非常重要的意义。

[0004] 含钒熟料浸出液中的杂质磷主要以磷酸根离子的形式存在。国内工业上常采用氯化钙水溶液,使磷酸根离子生成磷酸钙,同时破坏胶体,使悬浮物凝聚沉降,从而除去含钒熟料浸出液中的磷酸根离子,但该方法存在有效除磷酸根离子的 pH 值范围较窄,pH 控制较难的问题;德国使用石膏乳作为除磷剂,但是存在用量较大的问题;也有采用磷酸铵镁沉淀法的,使磷酸根离子以磷酸镁或磷酸铵镁的形态从溶液中沉淀,此方法需要长时间(长达 48 小时)的静置过程,使得生产效率降低。

[0005] 含钒熟料浸出液中的杂质硅主要以正硅酸根离子的形式存在,具有胶体性质。一般采用加入无机盐电解质凝聚剂使之形成沉淀除去,凝聚剂有硫酸铝、明矾、氯化镁和氯化钙等。

[0006] CN 101182036A 的中国发明专利申请公开了一种制备高纯度五氧化二钒工艺,该工艺用盐酸调节解析液 pH 值 8-9,采用硫酸铝为净化剂,搅拌反应 40 ~ 50 小时,静置 48 ~ 72 小时;将静置后的混合液固液分离,滤液用盐酸调 pH 值 8-9,在常温搅拌的情况下,加入氯化铵反应 3-4 天;静置后所得偏钒酸铵晶体离心脱水,同时用蒸馏水离心洗涤;脱水后得偏钒酸铵在电煅炉内在 500-550℃ 下灼烧 6-8 小时,冷却后得高纯度五氧化二钒,所得产品纯度 99.5% 以上。该工艺仅局限于对钒矿经焙烧流、离子交换后的钒液净化,未涉及到钒渣熟料浸出钒液、钒矿直接浸出钒液、粗钒产品溶解所得的钒液等钒液成分较复杂的钒液净化;且调节 pH 值仅限于盐酸、净化 pH 值仅限于 8-9,净化剂仅为硫酸铝;反应时间较长,工艺复杂。

[0007] CN 101724756A 的中国发明专利申请公开了一种含钒熟料浸出液的除磷除硅方法,该方法对含钒熟料经浸出后得到的含钒熟料浸出液进行以下步骤:将含钒熟料浸出液的温度设置在 60℃ 至沸腾的温度范围内;调节含钒熟料浸出液的 pH 值;利用酸和碱根据将要加入的净化剂的种类调节含钒熟料浸出液的 pH 值;加入净化剂,加入的净化剂的量根据

含钒熟料浸出液中所检测到的磷和硅的量以及含钒熟料浸出液中的磷和硅与净化剂的反应式来确定；将所得的含钒熟料浸出液冷却、过滤，得到低磷低硅钒液。但是，该方法仅局限于含钒熟料浸出液的钒液除杂，具有一定的局限性，并且只能同时除去磷酸根离子和硅酸根离子，其他的钙离子、铝离子却不能去除。

[0008] 可以看出传统的钒液净化除杂具有一定的局限性，仅局限于钒矿经焙烧流、离子交换后的钒液净化除杂或者是钒渣熟料浸出钒液的净化除杂，未涉及到钒矿直接浸出钒液、铁水吹钒钒渣浸出钒液、石煤提钒钒液和粗钒产品溶解所得的钒液等钒液成分较复杂的钒液净化除杂，且除去的杂质离子有限。因此开发一种适合钒液成分较宽泛较复杂的提纯方法是非常有必要的。

### 发明内容

[0009] 本发明的目的在于，克服现有技术中钒液的净化除杂的局限性，提供一种涉及钒液的范围较宽泛，并且能够同时除去多种离子杂质的钒液提纯方法。

[0010] 针对现有技术的不足，本发明的发明人进行了大量的研究，结果发现，在钒液中加入能够与硅酸根离子生成沉淀或者能够促使硅酸根离子形成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质作为除杂剂 A 和能够与铝离子和钙离子生成沉淀或者能够促使铝离子和钙离子生成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质作为除杂剂 B，可以同时除去钒液中的磷酸根离子、硅酸根离子、钙离子和铝离子，且提纯后的钒液中的游离的磷酸根离子、硅酸根离子、钙离子和铝离子含量均控制在较低含量下。

[0011] 本发明提供了一种钒液的提纯方法，该钒液含有钒酸根离子、硅酸根离子、铝离子和钙离子，该方法包括将钒液与除杂剂 A 和除杂剂 B 进行接触，并将接触后所得产物进行固液分离；其中，所述除杂剂 A 为能够与硅酸根离子生成沉淀或者能够促使硅酸根离子形成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质，所述除杂剂 B 为能够与铝离子和钙离子生成沉淀或者能够促使铝离子和钙离子生成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质。

[0012] 本发明方法提供的钒液提纯方法，能够同时除去钒液中的磷酸根离子、硅酸根离子、钙离子和铝离子多种金属离子，且提纯后的钒液中的磷酸根离子、硅酸根离子、钙离子和铝离子含量为： $\text{PO}_4^{3-} < 0.005\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} < 0.005\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} < 0.005\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} < 0.01\text{g/L}$ ；具有工艺简单易用、钒液成分要求宽松、设备要求低、操作方便、成本低、具有很好的社会效益和经济效益。

### 具体实施方式

[0013] 本发明提供了一种钒液的提纯方法，该钒液含有钒酸根离子、硅酸根离子、铝离子和钙离子，该方法包括将钒液与除杂剂 A 和除杂剂 B 进行接触，并将接触后所得产物进行固液分离；其中，所述除杂剂 A 为能够与硅酸根离子生成沉淀或者能够促使硅酸根离子形成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质，所述除杂剂 B 为能够与铝离子和钙离子生成沉淀或者能够促使铝离子和钙离子形成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质。

[0014] 根据本发明，将钒液与除杂剂 A 和除杂剂 B 进行接触的方式可以是将钒液、除杂剂

A 和除杂剂 B 同时加入反应器中进行接触；也可以是将钒液与除杂剂 A 加入反应器中，不经过过滤后直接向反应器中加入除杂剂 B 进行接触；也可以是将钒液与除杂剂 B 加入反应器中，不经过过滤后直接向反应器中加入除杂剂 A 进行接触；也可以先将钒液加入反应器中，再先后或同时向反应器中加入除杂剂 A 和除杂剂 B；还可以先将除杂剂 A 和除杂剂 B 加入反应器中，再向反应器中加入钒液。本发明优选同时将钒液、除杂剂 A 和除杂剂 B 加入反应器中或者先将钒液加入反应器中，再同时或先后向反应器中加入除杂剂 A 和除杂剂 B，且除杂剂 A 和除杂剂 B 加入的时间间隔小于 5 分钟。在上述优选情况下过滤形成的沉淀较易分离出来。所述除杂剂 A 和除杂剂 B 加入的时间间隔是指一者加料完毕至另一者开始加入的时间段。

[0015] 根据本发明，所述钒液的成分要求比较宽松，可以为含钒酸根离子的钒液，优选为含钒酸根离子的碱性或中性钒液，更优选为含钒熟料浸出过滤所得的钒液、钒矿直接浸出过滤所得的钒液、粗钒产品溶解所得的钒液、铁水吹钒钒渣浸出钒液和石煤提钒钒液中的一种。

[0016] 根据本发明，所述除杂剂 A 为能够与钒液中游离的硅酸根离子生成沉淀或者能够促使硅酸根离子形成沉淀或胶体的物质，优选所述除杂剂 A 为铝盐、铁盐、镁盐和铵盐中的任意两种的混合物，更优选所述铝盐可以为硫酸铝、氯化铝和硝酸铝，更进一步优选所述铝盐优选为硫酸铝；更优选所述铁盐可以为硫酸铁、氯化铁和硝酸铁，更进一步优选所述铁盐优选为硫酸铁；更优选所述镁盐可以为硫酸镁、氯化镁和硝酸镁，更进一步优选所述镁盐优选为硫酸镁；更优选所述铵盐可以为硫酸铵、氯化铵、硝酸铵，更进一步优选所述铵盐优选为硫酸铵。

[0017] 根据本发明，所述除杂剂 A 的用量使得接触后所得钒液中游离的硅酸根离子浓度小于 0.005 克 / 升，具体地，加入所述除杂剂 A 的量以所述钒液中所检测到的硅酸根离子的量与所述除杂剂 A 反应式来确定。所述除杂剂 A 的用量由下述公式 (1) 确定：

$$[0018] \quad W1 = k1 \times (2C_0 \times V) / m \quad (1)$$

[0019] 其中，W1 表示以与硅酸根离子反应的金属阳离子计的除杂剂 A 的摩尔数， $C_0$  表示钒液中硅酸根离子的摩尔浓度，单位为摩尔 / 升，V 表示钒液的体积，单位为升，m 表示除杂剂 A 中与硅酸根离子反应的金属阳离子的价态， $k1 = 0.9-1.1$ 。

[0020] 根据本发明，所述钒液还含有磷酸根离子，所述除杂剂 A 为能够与硅酸根离子和磷酸根离子生成沉淀或者能够促使硅酸根离子和磷酸根离子形成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质，所述除杂剂 A 的用量还使得接触后所得钒液中游离的磷酸根离子浓度小于 0.005 克 / 升，具体地，所述除杂剂 A 的用量由下述公式 (2) 确定：

$$[0021] \quad W2 = k2 \times \{ (2C_0 \times V) / m + (3C_1 \times V) / m \} \quad (2)$$

[0022] 其中，W2 表示以与硅酸根离子和磷酸根离子反应的金属阳离子计的除杂剂 A 的摩尔数， $C_0$  表示钒液中硅酸根离子的摩尔浓度，单位为摩尔 / 升， $C_1$  表示钒液中磷酸根离子的摩尔浓度，单位为摩尔 / 升，V 表示钒液的体积，单位为升，m 表示除杂剂 A 中与硅酸根离子和磷酸根离子反应的金属阳离子的价态， $k2 = 0.9-1.1$ 。

[0023] 根据本发明，所述除杂剂 B 为能够与铝离子和钙离子反应生成沉淀或者能够促使铝离子和钙离子形成沉淀或胶体的物质，优选所述除杂剂 B 为碳酸盐、草酸盐和醋酸盐中的一种，更优选为碳酸盐。所述碳酸盐可以为碳酸钠、碳酸氢钠、碳酸钾和碳酸氢钾中的一

种,更优选为碳酸钠。

[0024] 根据本发明,所述除杂剂 B 的用量使得接触后所得钒液中游离的铝离子浓度小于 0.01 克/升和钙离子浓度小于 0.005 克/升,具体地,加入所述除杂剂 B 的量以所述钒液中所检测到的钙离子、铝离子的量与所述除杂剂 B 反应式来确定。所述除杂剂 B 的用量由下述公式 (3) 确定:

$$[0025] \quad W_3 = k_3 \times (3C_2 \times V) / n + (2C_3 \times V) / n \quad (3)$$

[0026] 其中,  $W_3$  表示以与铝离子、钙离子反应形成沉淀的阴离子计的除杂剂 B 的摩尔数,  $C_2$  表示钒液中铝离子的摩尔浓度,单位为摩尔/升,  $C_3$  表示钒液中钙离子的摩尔浓度,单位为摩尔/升,  $V$  表示钒液的体积,单位为升,  $n$  表示除杂剂 B 中与铝离子、钙离子反应的阴离子的价态,  $k_3 = 0.9-1.1$ 。

[0027] 根据本发明,将钒液同时与除杂剂 A 和除杂剂 B 进行接触,并将接触后所得产物进行固液分离;所述接触的条件使得所述钒液中的游离的硅酸根离子浓度小于 0.005g/L、钒液中游离的磷酸根离子浓度小于 0.005g/L、钒液中游离的铝离子浓度小于 0.01 克/升和钙离子浓度小于 0.005 克/升。

[0028] 根据本发明,所述接触的条件包括温度为 60℃ 至钒液的沸腾温度,时间为 0.5-1.5 小时,优选为 1 小时, pH 为 8-11。

[0029] 根据本发明,所述固液分离可以为本领域所公知的方法进行,可以采用固液分离器、筛、布氏漏斗进行固液分离,本发明优选采用布氏漏斗抽滤进行固液分离。

[0030] 根据本发明的一种具体实施方式,所述钒液的提纯方法包括以下步骤:

[0031] (1) 对含钒原料进行处理,过滤得含有钒酸根离子的钒液;

[0032] (2) 将钒液与除杂剂 A 和除杂剂 B 进行接触;接触的条件为:温度为将钒液加热到 60℃ 至钒液沸腾的温度,根据除杂剂 A 和除杂剂 B 的种类和用量用酸或碱调节钒液的 pH = 8-11,反应 0.5-1.5 小时,冷却到常温,过滤,得到滤液。

[0033] 本发明的方法可以适用于各种含有钒酸根、磷酸根、硅酸根、铝离子和钙离子的含钒溶液,优选情况下,所述钒液中总钒含量为 5-80g/L,磷酸根离子含量为 0.035-0.055g/L,硅酸根离子含量为 1.18-1.25g/L,铝离子含量为 0.03-0.05g/L,钙离子含量为 0.115-0.129g/L。

[0034] 满足上述条件的所述钒液例如可以为含钒熟料浸出过滤所得的钒液、钒矿直接浸出过滤所得的钒液、粗钒产品溶解所得的钒液、铁水吹钒钒渣浸出钒液和石煤提钒钒液中的一种或多种。

[0035] 根据本发明,可以对含钒原料进行各种处理来获得上述钒液。所述对含钒原料进行处理,可以按本领域技术人员所公知的方法进行,优选为将含钒原料处理为碱性或中性的含有钒酸根离子的钒液,具体地,对含钒熟料,可以用水等浸出剂浸出过滤得到钒液;对于钒矿,可以直接将钒矿浸出过滤得到钒液;同理,对于铁水吹钒钒渣,则可以直接将铁水吹钒钒渣浸出过滤得到钒液;对于石煤,也是可以直接将石煤浸出过滤得到钒液;如果是粗钒产品,则可以将粗钒产品溶解而得到钒液。

[0036] 根据本发明,根据将要加入的除杂剂的种类和用量,选用酸或碱来调节钒液的 pH = 8-11,所述酸或碱没有特别的限制,可以为本领域技术人员所熟知的一些酸或碱,例如,所述酸可以为盐酸、硝酸和硫酸,优选为盐酸;所述碱可以为氢氧化钠、氢氧化钾、碳酸钠和

碳酸钾,优选为氢氧化钠。

[0037] 下面结合实施例对本发明作进一步的说明。

[0038] 实施例 1-4 所用钒液为含钒熟料浸出过滤所得的普通钒液 A, 实施例 5 所用钒液为钒矿直接浸出过滤所得的钒液 B, 实施例 6 所用钒液为粗钒产品溶解所得的钒液 C, 实施例 7 所用钒液为铁水吹钒钒渣浸出钒液 D, 实施例 8 所用钒液为石煤提钒钒液 E; 实施例 1-8 的主要化学成分如表 1 所示, 单位为  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

[0039] 表 1

[0040]



|   | TV    | $PO_4^{3-}$ | $Mg^{2+}$ | $Na^+$ | $SiO_4^{2-}$ | TFe   | TCr  | Mn    | $Al^{3+}$ | $Ca^{2+}$ | pH    |
|---|-------|-------------|-----------|--------|--------------|-------|------|-------|-----------|-----------|-------|
| A | 33.86 | 0.052       | 0.002     | 28.04  | 1.19         | 0.010 | 1.51 | 0.001 | 0.05      | 0.122     | 10.45 |
| B | 8.56  | 0.045       | 0.004     | 7.56   | 1.18         | 0.02  | 0.85 | 0.002 | 0.04      | 0.118     | 10.35 |
| C | 45.89 | 0.048       | 0.003     | 33.5   | 1.20         | 0.01  | 0.05 | 0.001 | 0.03      | 0.125     | 10.85 |
| D | 27.56 | 0.055       | 0.001     | 29.18  | 1.25         | 0.010 | 1.05 | 0.003 | 0.048     | 0.129     | 10.55 |
| E | 75.21 | 0.035       | 0.002     | 23.5   | 1.22         | 0.01  | 0.04 | 0.001 | 0.05      | 0.115     | 10.22 |

[0041] 实施例 1

[0042] 本实施例用于说明本发明提供的钒液提纯方法。

[0043] 往 500mL 洁净烧杯中加入 300mL 表 1 中含钒熟料浸出过滤所得的普通钒液 A, 搅

拌,加热至钒液的沸腾温度,同时加入 12g 除杂剂 A 和除杂剂 B(4g 硫酸铝  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、6g 的硫酸镁  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  与 2g 碳酸钠),调节钒液的  $\text{pH} = 8$  后反应 0.5h,冷却至常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.003\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.003\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.008\text{g/L}$  的钒液。

[0044] 对比例 1

[0045] 采用 CN 101724756A 公开的一种含钒熟料浸出液的除磷除硅方法来提纯钒液。具体步骤如下:

[0046] 向 2000ml 洁净烧杯中加入 1000ml 表 1 中含钒熟料浸出过滤所得的普通钒液 A,加热至沸腾,调节钒液  $\text{pH}$  值至 8.5 后加入 5g 无水氯化镁和无水硫酸铝进行充分搅拌,反应 1h 充分反应,冷却常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.006\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.0084\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.122\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.05\text{g/L}$  的钒液。

[0047] 对比例 2

[0048] 按照实施例 1 的方法对表 1 中的普通钒液 A 进行提纯,不同的是,不向钒液中加入除杂剂 A,而是在加热至钒液的沸腾温度后直接向钒液中加入 1g 除杂剂 B(碳酸钠),调节滤液的  $\text{pH} = 8$  后反应 0.5h,冷却至常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.052\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 1.19\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.008\text{g/L}$  的钒液。

[0049] 实施例 2

[0050] 本实施例用于说明本发明提供的钒液提纯方法。

[0051] 往 500mL 洁净烧杯中加入 300mL 表 1 中含钒熟料浸出过滤所得的普通钒液 A,搅拌,加热至钒液的沸腾温度,同时加入 12g 除杂剂 A 和除杂剂 B(4g 硫酸铝  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、6g 的硫酸铁  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  与 2g 碳酸钠),用酸或碱调节使得钒液的  $\text{pH} = 8$ ,反应 1h,冷却至常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.003\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.009\text{g/L}$  的钒液。

[0052] 实施例 3

[0053] 本实施例用于说明本发明提供的钒液提纯方法。

[0054] 往 500mL 洁净烧杯中加入 300mL 表 1 中含钒熟料浸出过滤所得的普通钒液 A,搅拌,加热至钒液的沸腾温度,同时加入 12g 除杂剂 A 和除杂剂 B(4g 硫酸铁  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、6g 的硫酸镁  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  和 2g 碳酸钠),用酸或碱调节使得钒液的  $\text{pH} = 10$ ,反应 1.5h,冷却至常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.009\text{g/L}$  的钒液。

[0055] 实施例 4

[0056] 本实施例用于说明本发明提供的钒液提纯方法。

[0057] 往 500mL 洁净烧杯中加入 300mL 表 1 中含钒熟料浸出过滤所得的普通钒液 A,搅拌,加热至钒液的沸腾温度,同时加入 12g 除杂剂 A 和除杂剂 B(4g 硫酸铝  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、6g 的硫酸铵  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  和 2g 碳酸氢钠),用酸或碱调节使得钒液的  $\text{pH} = 9$ ,反应 1h,冷却至常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.003\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.008\text{g/L}$  的钒液。

[0058] 实施例 5

[0059] 本实施例用于说明本发明提供的钒液提纯方法。

[0060] 往 500mL 洁净烧杯中加入 300mL 表 1 中钒矿直接浸出过滤所得的钒液 B,搅拌,加

热至钒液的沸腾温度,同时加入 12g 除杂剂 A 和除杂剂 B(4g 硫酸铝  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、6g 的硫酸镁  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  和 2g 碳酸钠),用酸或碱调节使得钒液的  $\text{pH} = 8$ ,反应 0.5h,冷却至常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.003\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.009\text{g/L}$  的钒液。

[0061] 实施例 6

[0062] 本实施例用于说明本发明提供的钒液提纯方法。

[0063] 往 500mL 洁净烧杯中加入 300mL 表 1 中粗钒产品溶解所得的钒液 C,搅拌,加热至钒液的沸腾温度,同时加入 12g 除杂剂 A 和除杂剂 B(4g 硫酸铝  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、6g 的硫酸镁  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  和 2g 碳酸钠),用酸或碱调节使得钒液的  $\text{pH} = 8$ ,反应 0.5h,冷却至常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.003\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.009\text{g/L}$  的钒液。

[0064] 实施例 7

[0065] 本实施例用于说明本发明提供的钒液提纯方法。

[0066] 往 500mL 洁净烧杯中加入 300mL 表 1 中铁水吹钒钒渣浸出钒液 D,搅拌,加热至钒液的沸腾温度,同时加入 12g 除杂剂 A 和除杂剂 B(4g 硫酸铝  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、6g 的硫酸镁  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  和 2g 碳酸钠),用酸或碱调节使得钒液的  $\text{pH} = 8$ ,反应 0.5h,冷却至常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.003\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.008\text{g/L}$  的钒液。

[0067] 实施例 8

[0068] 本实施例用于说明本发明提供的钒液提纯方法。

[0069] 往 500mL 洁净烧杯中加入 300mL 表 1 中石煤提钒钒液 E,搅拌,加热至钒液的沸腾温度,同时加入 12g 除杂剂 A 和除杂剂 B(4g 硫酸铝  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、6g 的硫酸镁  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  和 2g 碳酸钠),用酸或碱调节使得钒液的  $\text{pH} = 8$ ,反应 0.5h,冷却至常温,过滤,得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.002\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.009\text{g/L}$  的钒液。

[0070] 实施例 9

[0071] 本实施例用于说明本发明提供的钒液提纯方法。

[0072] 按照实施例 8 的方法对石煤提钒钒液 E 进行提纯,不同的是,10g 除杂剂 A(4g 硫酸铝  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  和 6g 的硫酸镁  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) 由 10g 硫酸镁  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  代替,结果得到  $\text{PO}_4^{3-} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{SiO}_4^{2-} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{Ca}^{2+} = 0.004\text{g/L}$ 、 $\text{Al}^{3+} = 0.009\text{g/L}$  的钒液。