



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103276211 B

(45) 授权公告日 2015. 02. 18

(21) 申请号 201310183501. 3

(22) 申请日 2013. 05. 17

(73) 专利权人 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 齐涛 陈德胜 王丽娜 胡国平
赵宏欣 仲斌年 赵龙胜 曲景奎

(74) 专利代理机构 北京法思腾知识产权代理有限公司 11318

代理人 杨小蓉 杨青

(51) Int. Cl.

C22B 3/10 (2006. 01)

C22B 3/26 (2006. 01)

C22B 34/22 (2006. 01)

C01G 49/06 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 103025899 A, 2013. 04. 03, 说明书 0003-0004、0011-0027 段 .

CN 101538649 A, 2009. 09. 23, 说明书第 2 页第 2-16 行 .

WO 2011/094858 A1, 2011. 08. 11, 全文 .

审查员 王燕

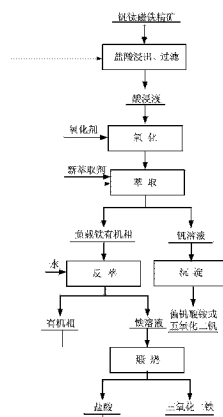
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法

(57) 摘要

本发明属于湿法冶金领域,具体地,本发明涉及一种从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法。本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法包括以下步骤:1) 将钒钛磁铁精矿与盐酸进行酸溶、浸出;2) 利用氧化剂将步骤 1) 获得的酸浸液中 Fe²⁺氧化成 Fe³⁺;3) 将步骤 2) 获得的氧化后的酸浸液利用萃取剂萃取铁,获得有机相和含钒萃余液;4) 将步骤 3) 获得的有机相进行反萃,获得萃取剂和酸性含铁溶液;5) 将步骤 4) 获得的酸性含铁溶液进行煅烧,获得盐酸和三氧化二铁;6) 处理步骤 3) 得到的含钒萃余液获得钒酸铵或五氧化二钒。本发明从钒钛磁铁精矿中提取铁、钒方法,产品附加值高,钒回收率大大增加,不会导致环境的污染。



CN 103276211 B

1. 一种从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法包括以下步骤：

1) 将钒钛磁铁精矿与盐酸在 100 ~ 150℃ 下进行酸溶、浸出，过滤获得酸浸液，其中酸溶浸出反应的液固比为 1:1 ~ 10:1，反应时间 1 ~ 10 小时；

2) 利用氧化剂将步骤 1) 获得的酸浸液中 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+} ；

3) 从步骤 2) 获得的氧化后的酸浸液中萃取铁，获得有机相和含钒萃余液，其中，所述萃取剂为 4- 甲基 -2- 戊酮；

4) 将步骤 3) 获得的有机相进行反萃，获得萃取剂和酸性含铁溶液；

5) 将步骤 4) 获得的酸性含铁溶液进行煅烧，获得盐酸和三氧化二铁；

6) 处理步骤 3) 得到的含钒萃余液获得钒酸铵或五氧化二钒。

2. 根据权利要求 1 所述的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法，其特征在于，步骤 3) 所述萃取步骤的有机相与水相体积比为 0.5:1 ~ 5:1。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法，其特征在于，步骤 3) 所述萃取级数为 2 ~ 5 级。

4. 根据权利要求 1 所述的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法，其特征在于，步骤 1) 所述盐酸的质量百分比浓度为 10% ~ 36%。

5. 根据权利要求 1 所述的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法，其特征在于，步骤 2) 所述氧化剂为双氧水、氯酸钠或氯酸钾中的一种。

6. 根据权利要求 1 所述的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法，其特征在于，步骤 4) 使用去离子水进行反萃，其中，有机相与水相体积比为 0.5:1 ~ 5:1。

7. 根据权利要求 1 所述的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法，其特征在于，步骤 4) 获得的萃取剂返回步骤 3) 重复使用。

8. 根据权利要求 1 所述的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法，其特征在于，步骤 5) 所述煅烧温度为 400 ~ 800℃，煅烧时间为 1 ~ 5 小时。

9. 根据权利要求 1 所述的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法，其特征在于，步骤 5) 获得的盐酸返回步骤 1) 重复使用。

10. 根据权利要求 1 所述的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法，其特征在于，步骤 6) 所述处理方法为沉淀法。

一种从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法

技术领域

[0001] 本发明属于湿法冶金领域,具体地,本发明涉及一种从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法。

背景技术

[0002] 钒钛磁铁矿为我国重大特色多金属矿产资源,储量巨大,且钒、钛、铁、铬等多金属共生,资源综合利用价值很高。我国已探明储量超过 100 亿吨,远景储量达 300 亿吨以上,主要分布在四川攀西地区、河北承德及辽宁朝阳地区。攀西是我国钒钛资源最为富集的地区,现已探明的钒钛磁铁矿远景储量超过 100 亿吨,保有储量为 67.3 亿吨,其中含钒(V_2O_5)1475 万吨,钛(TiO_2)5.93 亿吨,分别占全国钒、钛储量的 63%和 90.5%,分列世界第三位和第一位。河北承德已探明钒钛磁铁矿资源储量 3.57 亿吨,超贫钒钛磁铁矿资源量 75.59 亿吨。辽西地区初步探明全部为低铁高钒钛的超贫钒钛磁铁矿,储量约为 30 亿吨。

[0003] 钒钛磁铁矿选矿分离后得到铁精矿和钛精矿,钒钛磁铁精矿采用高炉冶炼提铁和钒,而现有以钢铁为导向的传统冶炼和加工技术资源利用率偏低,钒的回收率 $\leq 47\%$,资源浪费严重。在现有高炉炼铁—转炉炼钢提钒工艺中,钒进入铁相,并在转炉提钒过程中形成钒铁的尖晶石结构进入渣相形成钒渣。目前,钒渣的现行钠化焙烧工艺已经较为成熟,但提钒过程需 850℃高温多次焙烧,能耗高,焙烧过程中产生的三废污染严重。钙化焙烧—酸浸提钒作为一种较清洁的提钒工艺,受到了广泛关注。与钠化提钒不同,钒渣用石灰质原料石灰、石灰石、白云石等作为添加剂焙烧,使钒转化为钒酸钙再用稀酸或碱溶液浸出,浸出液中的钒用水解沉钒法或离子交换法来回收,钙化焙烧可避免传统钠化焙烧的氯污染,但在现有技术条件下钒转化率仍不足 80%,造成钒的总回收率仍不足 50%。综上可看出,现有从钒钛磁铁精矿中提取钒的方法以高温火法过程为主,能耗较高,且钒的回收率较低。本发明利用湿法冶金方法处理钒钛磁铁精矿,使用盐酸处理钒钛磁铁精矿,利用萃取工艺高效提取铁同时回收钒。

发明内容

[0004] 本发明的目的是针对目前从钒钛磁铁精矿提取铁和钒的工艺中,存在回收率低、能耗高、环境污染严重、产品附加值低等缺点,提供一种高效—清洁从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒产品的方法,同时具有工业操作性、环境友好等优点。

[0005] 本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法包括以下步骤:

[0006] 1) 将钒钛磁铁精矿与盐酸在 100 ~ 150℃下进行酸溶、浸出,过滤获得酸浸液,其中酸溶浸出反应的液固比为 1:1 ~ 10:1,反应时间 1 ~ 10 小时;

[0007] 2) 利用氧化剂将步骤 1) 获得的酸浸液中 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+} ;

[0008] 3) 从步骤 2) 获得的氧化后的酸浸液中萃取铁,获得有机相和含钒萃余液;

[0009] 4) 将步骤 3) 获得的有机相进行反萃,获得酸性含铁溶液;

[0010] 5) 将步骤 4) 获得的酸性含铁溶液进行煅烧,获得盐酸和高纯氧化铁,;

[0011] 6) 处理步骤 3) 得到的含钒萃余液获得钒酸铵或五氧化二钒。

[0012] 本发明提出盐酸直接浸取钒钛磁铁精矿分离铁钒与钛、再使用萃取法提铁同时回收钒的方法, 盐酸酸浸反应效率高, 能高效浸取铁、钒, 酸浸液经萃取、煅烧后制备高纯氧化铁, 含钒萃余液可制备钒酸铵或五氧化二钒, 从而有效提取铁和钒。本发明使用条件温和的湿法冶金方法处理钒钛磁铁精矿提取铁和钒, 流程短, 能耗低, 钒回收率高, 解决了传统高炉-转炉工艺能耗高、设备投资大和钒渣钠化焙烧工艺钒提取率低、能耗大、污染重等难题。

[0013] 根据本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法, 步骤 3) 所述萃取步骤的有机相与水相体积比为 0.5:1 ~ 5:1, 所述萃取级数优选为 2 ~ 5 级。

[0014] 根据本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法, 步骤 1) 所述盐酸的质量百分比浓度为 10% ~ 36%。

[0015] 根据本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法, 步骤 2) 所述氧化剂优选为双氧水、氯酸钠或氯酸钾中的一种。

[0016] 根据本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法, 步骤 3) 所述萃取步骤的萃取剂优选为 4-甲基-2-戊酮。

[0017] 根据本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法, 步骤 4) 优选使用去离子水对有机相进行反萃, 其中, 有机相与水相体积比为 0.5:1 ~ 5:1。

[0018] 根据本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法, 其特征在于, 步骤 4) 获得的萃取剂可以返回步骤 3) 重复使用。

[0019] 根据本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法, 步骤 5) 采用常规煅烧工艺, 煅烧温度为 400 ~ 800°C, 煅烧时间为 1 ~ 5 小时。

[0020] 根据本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法, 步骤 5) 获得的盐酸可以返回步骤 1) 重复使用。

[0021] 根据本发明的从钒钛磁铁精矿中提取铁和钒的方法, 步骤 6) 优选使用常规沉淀法处理含钒萃余液, 获得钒酸铵或五氧化二钒。

[0022] 本发明的优点在于:

[0023] (1) 本发明从钒钛磁铁精矿中提取铁、钒的方法, 产品附加值高, 钒回收率大大增加。

[0024] (2) 本发明萃取效率高, 反萃不需要添加任何溶剂或介质, 较容易反萃。

[0025] (3) 本发明的钒钛磁铁精矿中铁的回收率 >90%, 钒的回收率 >85%。

[0026] (4) 本发明的方法不仅适用于钒钛磁铁精矿, 更适用于高钒型低品位钒钛磁铁混合精矿, 能够实现铁和钒的高效-清洁提取和利用。

附图说明

[0027] 图 1 为本发明实施例的工艺流程图。

具体实施方式

[0028] 实施例 1

[0029] (1) 原料钒钛磁铁精矿主要成分: TFe 的质量含量为 39.85%, TiO₂ 的质量含量为

28.74%, V_2O_5 的质量含量为 0.95%, 将钒钛磁铁精矿磨细至 -200 目 80% ;

[0030] (2) 将磨细的钒钛磁铁精矿与 10% 盐酸混合, 液固比为 10:1, 在 150°C 下浸出 5 小时, 获得酸浸液 ;

[0031] (3) 用氯酸钾将步骤(2)获得的酸浸液中 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} ;

[0032] (4) 将步骤(3)获得氧化后得酸浸液与 4-甲基-2-戊酮按体积比 0.5:1, 萃取 5 次, 获得有机相和含钒萃余液 ;

[0033] (5) 将步骤(4)获得的有机相与去离子水混合, 其中有机相:水相 =5:1, 反萃 2 次, 获得 4-甲基-2-戊酮和酸性含铁溶液, 萃取剂返回步骤(3)重复使用 ;

[0034] (6) 将步骤(5)获得的酸性含铁溶液进行煅烧, 获得盐酸和高纯氧化铁, 盐酸返回步骤(1)重复使用, 氧化铁的纯度为 98.9%, 铁的回收率为 97% ;

[0035] (7) 将步骤(4)得到含钒萃余液利用氨水调节 pH 值 7, 得到固体经后处理得到纯度为 99.1% 的五氧化二钒, 钒钛磁铁精矿中钒的回收率为 89.1%。

[0036] 实施例 2

[0037] (1) 原料钒钛磁铁精矿主要成分: TFe 的质量含量为 44.23%, TiO_2 的质量含量为 23.25%, V_2O_5 的质量含量为 1.31%, 将钒钛磁铁精矿磨细至 -200 目 80% ;

[0038] (2) 将磨细的钒钛磁铁精矿与 25% 盐酸混合, 液固比为 5:1, 在 120°C 下浸出 3 小时, 获得酸浸液 ;

[0039] (3) 用氯酸钠将步骤(2)获得的酸浸液中 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} ;

[0040] (4) 将步骤(3)获得氧化后的酸浸液与 4-甲基-2-戊酮按体积比 5:1, 萃取 2 次, 获得有机相和含钒萃余液 ;

[0041] (5) 将步骤(4)获得的有机相与去离子水混合, 其中有机相:水相 =0.5:1, 反萃 5 次, 获得 4-甲基-2-戊酮和酸性含铁溶液, 萃取剂返回步骤(3)重复使用 ;

[0042] (6) 将步骤(5)获得的酸性含铁溶液进行煅烧, 获得盐酸和高纯氧化铁, 盐酸返回步骤(1)重复使用, 高纯氧化铁的纯度为 95.3%, 铁的回收率为 92.5% ;

[0043] (7) 将步骤(4)得到含钒萃余液利用氨水调节 pH 值 1, 得到固体经后处理得到纯度为 98.5% 的五氧化二钒, 钒钛磁铁精矿中钒的回收率为 86.5%。

[0044] 实施例 3

[0045] (1) 原料钒钛磁铁精矿主要成分: TFe 的质量含量为 50.5%, TiO_2 的质量含量为 15.66%, V_2O_5 的质量含量为 0.80%, 将钒钛磁铁精矿磨细至 -200 目 80% ;

[0046] (2) 将磨细的钒钛磁铁精矿与 36% 盐酸混合, 液固比为 1:1, 在 100°C 下浸出 10 小时, 获得酸浸液 ;

[0047] (3) 用双氧水将步骤(2)获得的酸浸液中 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} ;

[0048] (4) 将步骤(3)获得氧化后得酸浸液与 4-甲基-2-戊酮按体积比 3:1, 萃取 3 次, 获得有机相和含钒萃余液 ;

[0049] (5) 将步骤(4)获得的有机相与去离子水混合, 其中有机相:水相 =2:1, 反萃 3 次, 获得 4-甲基-2-戊酮和酸性含铁溶液, 萃取剂返回步骤(3)重复使用 ;

[0050] (6) 将步骤(5)获得的酸性含铁溶液进行煅烧, 获得盐酸和高纯氧化铁, 盐酸返回步骤(1)重复使用, 高纯氧化铁的纯度为 98.2%, 铁的回收率为 94.1% ;

[0051] (7) 将步骤(4)得到含钒萃余液利用氨水调节 pH 值 5, 得到固体经后处理得到纯

度为 97.9% 的五氧化二钒, 钒钛磁铁精矿中钒的回收率为 87.3%。

[0052] 实施例 4

[0053] (1) 原料钒钛磁铁精矿主要成分: TFe 的质量含量为 51.25%, TiO_2 的质量含量为 14.58%, V_2O_5 的质量含量为 0.59%, 将钒钛磁铁精矿磨细至 -200 目 80%;

[0054] (2) 将磨细的钒钛磁铁精矿与 30% 盐酸混合, 液固比为 2:1, 在 130°C 下浸出 1 小时, 获得酸浸液;

[0055] (3) 用氯酸钠将步骤(2)获得的酸浸液中 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} ;

[0056] (4) 将步骤(3)获得氧化后得酸浸液与 4-甲基-2-戊酮按体积比 2:1, 萃取 4 次, 获得有机相和含钒萃余液;

[0057] (5) 将步骤(4)获得的有机相与去离子水混合, 其中有机相:水相=4:1, 反萃 2 次, 获得 4-甲基-2-戊酮和酸性含铁溶液, 萃取剂返回步骤(3)重复使用;

[0058] (6) 将步骤(5)获得的酸性含铁溶液进行煅烧, 获得盐酸和高纯氧化铁, 盐酸返回步骤(1)重复使用, 高纯氧化铁的纯度为 98.8%, 铁的回收率为 95.5%;

[0059] (7) 将步骤(4)得到含钒萃余液利用氨水调节 pH 值 3, 得到固体经后处理得到纯度为 98.2% 的五氧化二钒, 钒钛磁铁精矿中钒的回收率为 86.5%。

[0060] 实施例 5

[0061] (1) 原料钒钛磁铁精矿主要成分: TFe 的质量含量为 47.89%, TiO_2 的质量含量为 19.85%, V_2O_5 的质量含量为 0.95%, 将钒钛磁铁精矿磨细至 -200 目 80%;

[0062] (2) 将磨细的钒钛磁铁精矿与 10% 盐酸混合, 液固比为 5:1, 在 100°C 下浸出 10 小时, 获得酸浸液;

[0063] (3) 用氯酸钠将步骤(2)获得的酸浸液中 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} ;

[0064] (4) 将步骤(3)获得氧化后得酸浸液与 4-甲基-2-戊酮按体积比 5:1, 萃取 5 次, 获得有机相和含钒萃余液;

[0065] (5) 将步骤(4)获得的有机相与去离子水混合, 其中有机相:水相=5:1, 反萃 3 次, 获得 4-甲基-2-戊酮和酸性含铁溶液, 萃取剂返回步骤(3)重复使用;

[0066] (6) 将步骤(5)获得的酸性含铁溶液进行煅烧, 获得盐酸和高纯氧化铁, 盐酸返回步骤(1)重复使用, 高纯氧化铁的纯度为 97.8%, 铁的回收率为 96.3%;

[0067] (7) 将步骤(4)得到含钒萃余液利用氨水调节 pH 值 4, 得到固体经后处理得到纯度为 97.2% 的五氧化二钒, 钒钛磁铁精矿中钒的回收率为 88.5%。

[0068] 当然, 本发明还可以有多种实施例, 在不背离本发明精神及其实质的情况下, 熟悉本领域的技术人员可根据本发明的公开做出各种相应的改变和变形, 但这些相应的改变和变型都应属于本发明的权利要求的保护范围。

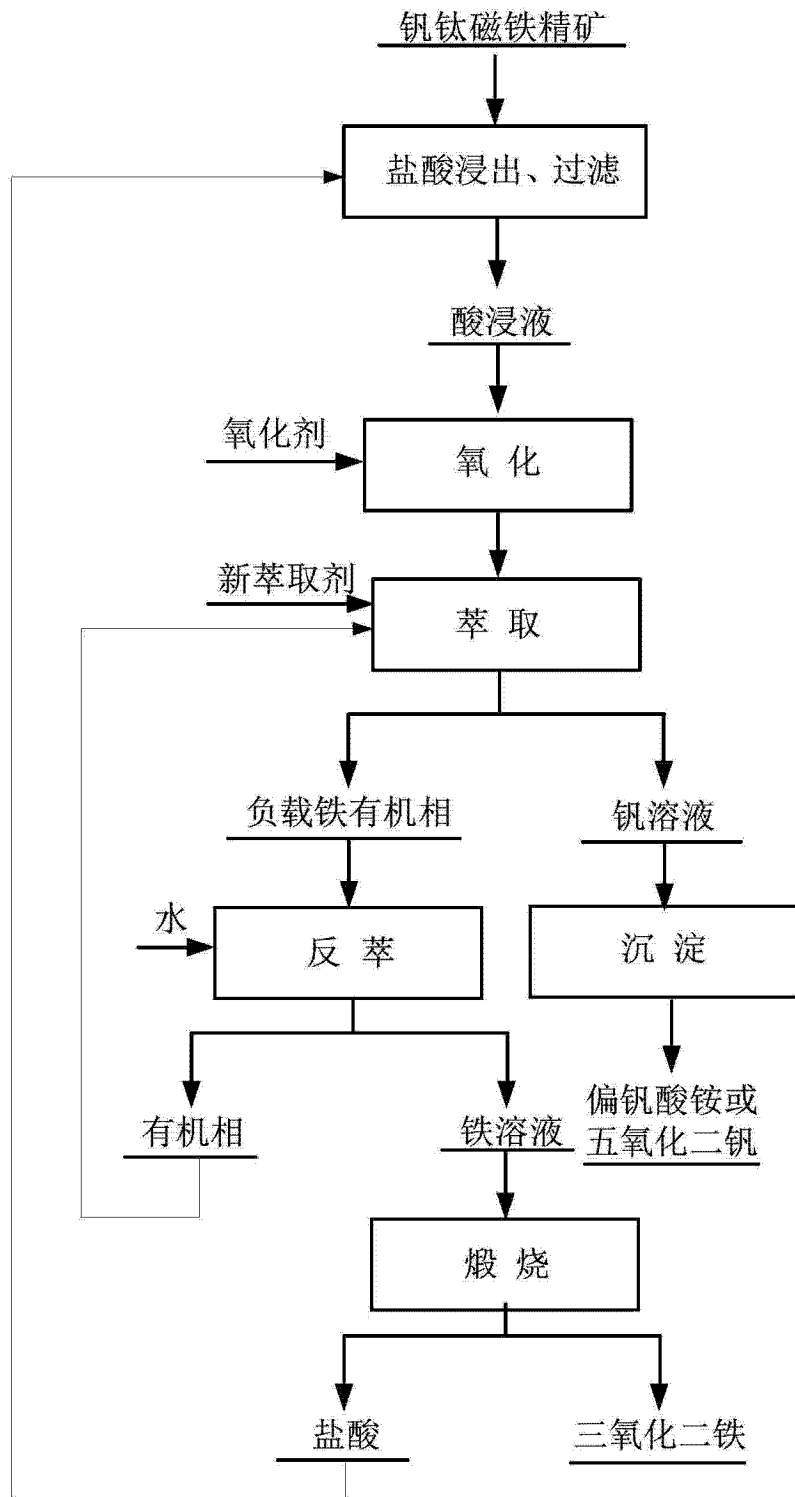


图 1