

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200910094102.3

[43] 公开日 2009 年 7 月 15 日

[51] Int. Cl.

C22B 3/08 (2006.01)

C22B 3/22 (2006.01)

C22B 34/22 (2006.01)

[22] 申请日 2009.2.17

[21] 申请号 200910094102.3

[71] 申请人 昆明理工大学

地址 650093 云南省昆明市五华区学府路 253
号昆明理工大学

[72] 发明人 魏 祂 李存兄 樊 刚 李曼廷

[74] 专利代理机构 昆明今威专利代理有限公司

代理人 赵 云

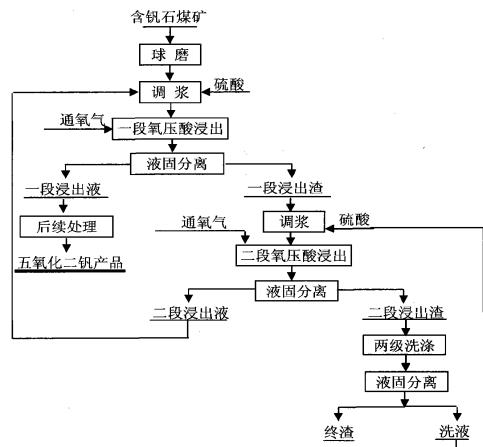
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称

一种从含钒石煤矿中浸取钒的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种从含钒石煤矿中浸取钒的方法，属于稀有高熔点金属的湿法提取冶金技术领域。该方法采用两段氧压酸浸的工艺通过将石煤矿磨细处理后，与硫酸溶液调浆，进入压力釜中进行通氧气酸浸，在氧气和硫酸的作用下，矿样中的低价钒被氧化转化至可溶性的四价钒，将传统“焙烧—浸出”工艺中的焙烧、收尘、浸出等工序集中在加压浸出过程中完成，使工艺简化，过程强化，因此反应时间被大幅度减少，实现含钒石煤矿的高效直接浸出，经两段氧压酸浸出后钒浸出率可达 86% 以上。



1. 一种从含钒石煤矿中浸取钒的方法，其特征在于：先将含钒石煤矿破碎磨细后，用硫酸调浆进行一段氧压酸浸出，一段浸出结束后，对浆料进行固液分离，得到一段含钒浸出液和一段浸出渣；一段含钒浸出液经处理后得到五氧化二钒产品，对一段浸出渣用硫酸调浆进行二段氧压酸浸出，固液分离后得到二段浸出液和二段浸出渣，将二段浸出液返回一段浸出工序，二段浸出渣经两级洗涤、过滤后得到终渣。

2. 根据权利要求1所述的一种从含钒石煤矿中浸取钒的方法，其特征在于：(1)所述的一段氧压酸浸出的工艺条件为，含钒石煤矿与浓度为 $180\text{g/L}\sim 250\text{g/L}$ 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比1:1.2~3，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 $0.8\text{MPa}\sim 3.0\text{MPa}$ ，转化温度 $120\text{~}180^\circ\text{C}$ ，浸出反应 $60\sim 240$ 分钟，固液分离得到一段含钒浸出液和一段浸出渣；(2)所述的二段氧压酸浸出的工艺条件为，将一段浸出渣与浓度为 $250\text{g/L}\sim 340\text{g/L}$ 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比1:1.2~3，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 $0.8\text{MPa}\sim 2.5\text{MPa}$ ，转化温度 $120^\circ\text{C}\sim 180^\circ\text{C}$ ，浸出反应 $60\sim 240$ 分钟，固液分离后得到二段浸出液和二段浸出渣。

3. 根据权利要求2所述的一种从含钒石煤矿中浸取钒的方法，其特征在于：含钒石煤矿原料的钒品位为 $0.3\%\sim 3.0\%$ ，破碎磨细的粒度为200目占 $85\%\sim 95\%$ 。

4. 根据权利要求2所述的一种从含钒石煤矿中浸取钒的方法，其特征在于：所述的一段含钒浸出液采用回收残酸-萃取-反萃-氧化沉钒-热解的工序处理后得到五氧化二钒产品。

5. 根据权利要求3或4所述的一种从含钒石煤矿中浸取钒的方法，其特征在于：所述的二段浸出渣经两级洗涤、过滤后得到终渣，终渣作为弃渣或作为建筑材料的原材料。

一种从含钒石煤矿中浸取钒的方法

技术领域

本发明涉及一种从含钒石煤矿中浸取钒的方法，属于稀有高熔点金属的湿法提取冶金技术领域。

背景技术

钒是一种重要的战略资源，随着工业科技的进步和发展，钒在钢铁、有色金属合金、石油化工和有机合成工业中有着越来越广泛的用途。我国提取钒的资源主要有两种，一是钒钛磁铁矿，二是含钒石煤。前者是我国生产五氧化二钒的主要资源；而后者在我国有丰富的储量，其特点是发热量低、灰分高，往往伴生多种金属元素，如钒、钼、银、钇、硒、钼、镍，其中钒是最具有工业开采价值的金属元素，因而也成为提取五氧化二钒的一种重要资源。

在传统技术中，为了使石煤中的低价钒转变为可溶的高价钒，通常采用焙烧—浸出的方法，而石煤焙烧的目的是使石煤中的低价不溶性钒尽可能多的转化为五价钒，并与钠盐结合生成水溶性钒酸盐，一般认为食盐（NaCl）在焙烧过程中的反应为：



有水蒸气参加反应时可表示为：



在实际焙烧过程中，由于焙烧气氛中总是含有一定量的水分，因此以上反应往往同时发生。在焙烧时还可以加入氧化钙（钙盐），钙盐与五价钒结合生成可溶于硫酸溶液或碳酸盐溶液的钒酸钙。石煤提钒焙烧工序使用的添加剂有钠盐（以 NaCl 为主，极少使用 Na_2CO_3 和 Na_2SO_4 ）、钙盐（如 CaO、 CaCO_3 等）、钙盐+钠盐的混合添加剂和不加任何添加剂焙烧四种。不管采取何种添加剂，焙烧过程不可避免地产生烟气或 Cl_2 、HCl 等有害气体，环境污染严重，且钒的转化浸出率低，一般在 50%~60%。

目前从石煤中提取钒也有厂家采用全湿法的方法来处理石煤矿，但多局限于常压浸出，不能稳定地获得较高的钒浸出率，有高达 85% 以上，也有 50% 左右。在常压下浸出石煤矿，由于反应温度较低，浸出过程反应速率较低，因此浸出时间一般较长，通常在 10 小时以上，生产效率不高。

上述焙烧—浸出工艺的不足是钒浸出率低、过程产生烟气和有害气体，环境污染严重；而常压浸出工艺的不足是浸出时间较长，生产效率较低。

发明内容

为了克服了上述已有技术方法中的不足，本发明提供了一种全新的湿法处理

石煤矿的冶炼方法，本方法具有工艺流程简单、反应时间短、对环境友好的特点，并可实现浸出过程的连续进行，钒浸出率高。

实现本发明的上述目的所采取的技术方案是：

先将含钒石煤矿破碎磨细后，用硫酸调浆进行一段氧压酸浸出，一段浸出结束后，对浆料进行固液分离，得到一段含钒浸出液和一段浸出渣；一段含钒浸出液经处理后得到五氧化二钒产品，对一段浸出渣用硫酸调浆进行二段氧压酸浸出，固液分离后得到二段浸出液和二段浸出渣，将二段浸出液返回一段浸出工序，二段浸出渣经两级洗涤、过滤后得到终渣。

实现本发明的具体工艺步骤如下：

(1) 将钒品位为 0.3%~3.0% 的含钒石煤矿破碎磨细至 200 目占 85%~95%；

(2) 含钒石煤矿与浓度为 180g/L~250g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 1.2~3，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 0.8MPa~3.0MPa，转化温度 120~180℃，浸出反应 60~240 分钟，进行一段氧压酸浸出；一段氧压酸浸出结束后，对浆料进行固液分离，得到一段含钒浸出液和一段浸出渣；

(3) 一段含钒浸出液经回收残酸-萃取-反萃-氧化沉钒-热解等工序处理后得到五氧化二钒产品，一段浸出渣进入二段氧压酸浸出工序；

(4) 将一段浸出渣与浓度为 250g/L~340g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 1.2~3，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 0.8MPa~2.5MPa，转化温度 120℃~180℃，浸出反应 60~240 分钟，进行二段氧压酸浸出；二段氧压酸浸出结束后，固液分离后得到二段浸出液和二段浸出渣；

(5) 二段浸出液返回一段氧压酸浸出工序，二段浸出渣经两级洗涤、过滤后得到终渣，终渣为弃渣，或成为做建筑材料的原材料。

本发明的有益效果为：因含钒石煤矿直接进入压力釜进行通氧气酸浸，在氧气和硫酸的作用下，矿样中的低价钒被氧化至可溶性的四价钒，将传统“焙烧—浸出”工艺中的焙烧、收尘、浸出等工序集中在加压浸出过程中完成，使工艺简化，过程强化，因此反应时间被大幅度减少，实现含钒石煤矿的高效直接浸出。

附图说明

图 1 是从含钒石煤矿中浸取钒的工艺流程图。

具体实施例

实施例一

石煤含钒 1.84%，矿样磨细至 200 目占 85%。

一段氧压酸浸出：含钒石煤矿与浓度为 200g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 1.2，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 1.2MPa，转化温度 150℃，浸出反应 180 分钟，固液分离得到一段含钒浸出液和一段浸出渣。一段含钒浸出液经回收残酸-萃取-反萃-氧化沉钒-热解等工序处理后得到五氧化二钒产品，一段浸出渣进入二段氧压酸浸出工序。

二段氧压酸浸出：将一段浸出渣与浓度为 300g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 1.5，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 1.2MPa，转化温度 150℃，浸出反应 180 分钟，固液分离后得到二段浸出液和二段浸出渣。二段浸出液返回一段氧压酸浸出工序，二段浸出渣经两级洗涤、过滤后得到终渣，终渣为弃渣，或成为做建筑材料的原材料。

钒的两段浸出率为 91.7%。

实施例二

石煤含钒 0.507%，矿样磨细至 200 目占 95%。

一段氧压酸浸出：含钒石煤矿与浓度为 180g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 1.5，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 1.5MPa，转化温度 120℃，浸出反应 120 分钟，固液分离得到一段含钒浸出液和一段浸出渣。一段含钒浸出液经回收残酸-萃取-反萃-氧化沉钒-热解等工序处理后得到五氧化二钒产品，一段浸出渣进入二段氧压酸浸出工序。

二段氧压酸浸出：将一段浸出渣与浓度为 250g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 2，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 1.5MPa，转化温度 120℃，浸出反应 120 分钟，固液分离后得到二段浸出液和二段浸出渣。二段浸出液返回一段氧压酸浸出工序，二段浸出渣经两级洗涤、过滤后得到终渣，终渣为弃渣，或成为做建筑材料的原材料。

钒的两段浸出率为 86.96%。

实施例三

石煤含钒 1.07%，矿样磨细至 200 目占 85%。

一段氧压酸浸出：含钒石煤矿与浓度为 250g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 3，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 2.0MPa，转化温度 180℃，浸出反应 240 分钟，固液分离得到一段含钒浸出液和一段浸出渣。一段含钒浸出液经回收残酸-萃取-反萃-氧化沉钒-热解等工序处理后得到五氧化二钒产品，一段浸出渣进入二段氧压酸浸出工序。

二段氧压酸浸出：将一段浸出渣与浓度为 300g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 1.5，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 1.8MPa，转化温度 160℃，浸出反应 180 分钟，固液分离后得到二段浸出液和二

段浸出渣。二段浸出液返回一段氧压酸浸出工序，二段浸出渣经两级洗涤、过滤后得到终渣，终渣为弃渣，或成为做建筑材料的原材料。

钒的两段浸出率为 95.05%。

实施例四

石煤含钒 1.55%，矿样磨细至 200 目占 90%。

一段氧压酸浸出：含钒石煤矿与浓度为 220g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 1.2，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 1.8MPa，转化温度 150℃，浸出反应 240 分钟，固液分离得到一段含钒浸出液和一段浸出渣。一段含钒浸出液经回收残酸-萃取-反萃-氧化沉钒-热解等工序处理后得到五氧化二钒产品，一段浸出渣进入二段氧压酸浸出工序。

二段氧压酸浸出：将一段浸出渣与浓度为 320g/L 的硫酸溶液调浆，控制固液质量体积比 1: 1.5，调浆后泵入到压力釜中，通入工业氧气，控制釜内压力 1.2MPa，转化温度 150℃，浸出反应 240 分钟，固液分离后得到二段浸出液和二段浸出渣。二段浸出液返回一段氧压酸浸出工序，二段浸出渣经两级洗涤、过滤后得到终渣，终渣为弃渣，或成为做建筑材料的原材料。

钒的两段浸出率为 96.74%。

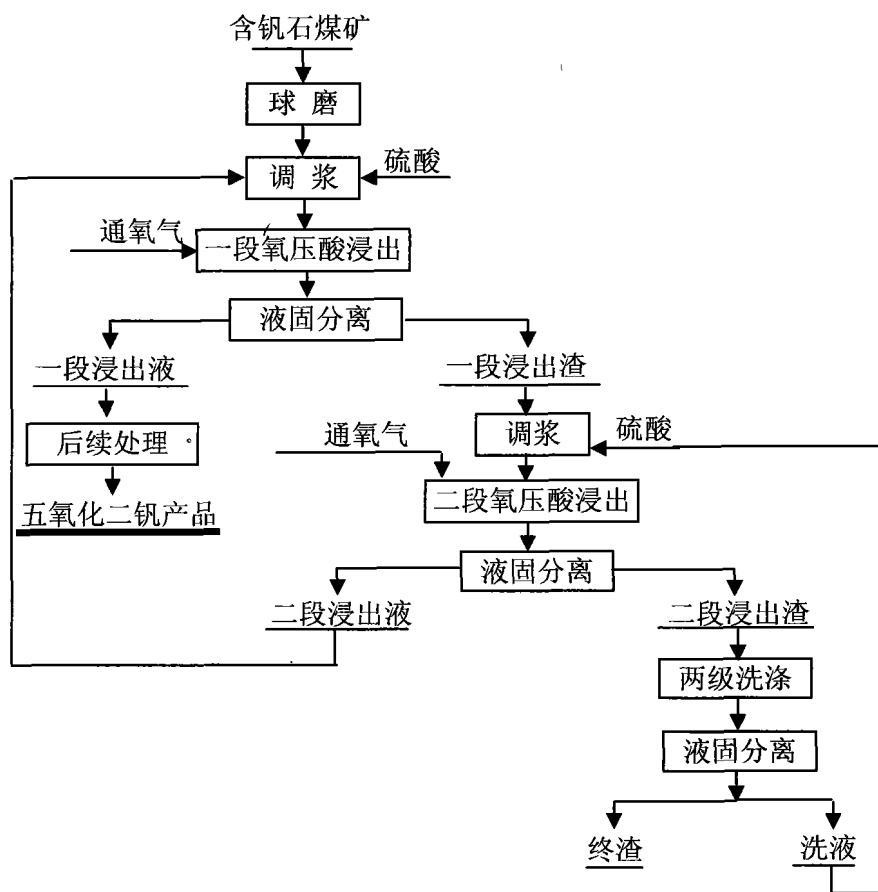


图 1