

溶剂萃取法从石煤酸浸液中提取 V_2O_5 的新工艺研究

陈庆根

(厦门紫金矿冶技术有限公司, 福建 厦门 361101)

摘要:研究了新型萃取试剂从酸浸液中提取五氧化二钒的新工艺。结果表明:有机相(A)15% + 煤油75% + 添加剂10%组成的有机溶剂萃取率为99.55%;用80g/L氯化钠作反萃剂,反萃率为98.49%。酸浸液经萃取一反萃后,水相五氧化二钒浓度从9.8g/L富集到115.30g/L,并且主要杂质均被除去,有利于后续提钒工艺地进行。

关键词:五氧化二钒;萃取;反萃;石煤

中图分类号:TF111.3 文献标识码:A 文章编号:1000-6532(2010)01-0019-04

从石煤中提取五氧化二钒,焙烧酸浸法^[1-3]比水浸法浸出率高10%~20%,但在酸浸的过程中,浸出液中杂质含量也随之增加,如铁、镁、钙纷纷进入溶液,从而给净化和沉钒带来很大麻烦。由于杂质的增加,采用石煤焙烧酸浸法提取的五氧化二钒

产品很难达到优质冶金级产品。目前浸出液处理有两种常用的方法,其一,浸出液直接沉钒,然后将粗钒提纯;其二,调节pH除杂,然后沉钒。方法一虽然回收率高但是产品质量较低,方法二虽然纯度高,但是除杂过程中全钒损失严重。因此,浸出液处理

the bentonite fiber bonding mechanism[J]. Minerals Engineering, 2001(6):647~659.

[5] S. Komar, Kawatra, S. Jayson, Ripke. Laboratory studies for improving green ball strength in bentonite-bonded magnetite concentrate pellets[J]. Int. J. Mineral Processing, 2003, 72:429~441.

[6] S. Komar, Kawatra, S. Jayson, Ripke. Effects of bentonite fi-

ber formation in iron ore pelletization[J]. Int. J. Mineral Processing, 2002, 65:141~149.

[7] 张新兵,朱梦伟. 膨润土对我国球团生产的影响[J]. 烧结球团, 2003(6):3~6.

[8] 李春生,许凤林,刘清辉,等. 影响膨润土溶胀性能因素的研究[J]. 矿产保护与利用, 2007(1):23~26.

Experimental Research on Adding Sodium Bentonite into Pellet in Pelletizing Plant of Jinan Iron Steel Co.

HU Pan¹, MO Chao-wen², YAN Ying-jiao¹, ZHANG Ying-cai¹

(1. Technology Center of Jinan Iron and Steel Co., Jinan, Shandong, China;

2. Pelletizing Plant of Jinan Iron and Steel Co., Jinan, Shandong, China)

Abstract: Owing to higher viscosity and lower dose of the sodium bentonite, therefore, use of sodium bentonite is one of the effective measures for decreasing consumption of bentonite in the pelletizing process. Aiming at the practical situation of higher consumption of bentonite in the pelletizing plant, on the basis of investigating production base of bentonite, the chemical composition and physical property of sodium bentonite are analyzed. The pelletizing tests for eight kinds of sodium bentonite samples are carried out and the major technical indexes of these pellets are determined. The test results show that using sodium bentonite can effectively decrease dose of bentonite in pelletizing process. On the premise of ensuring quality of green pellet, the substitution proportion of Na-bentonite to Ca-bentonite can reach around 1:1.6. Among 8 samples the result of No. 5 Na-bentonite is optimal.

Key words: Pellet; Sodium bentonite; Substitution proportion; Comprehensive evaluation

收稿日期:2009-07-27

作者简介:陈庆根(1979-),男,硕士,工程师,主要从事湿法冶金及环保处理工艺研究工作。

已成为制备高质量五氧化二钒的关键。

从酸浸液中提取五氧化二钒,目前较多采用离子交换法和溶剂萃取法^[4-6]。两种方法的基本原理都是首先将浸出液中的五氧化二钒富集,然后沉钒。虽然两种方法都能达到相同的回收效果,但是离子交换法采用的树脂原料价格昂贵,并且很容易中毒,再生能力很差,另外,采用离子交换法五氧化二钒的生产很难上规模;而溶剂萃取法具有操作简单,生产效率高等特点。本文根据某石煤钒矿的自身特点,拟采用一种新型有机溶剂进行萃取试验,以确定适合该矿山特点的萃取工艺条件。

1 试验原料及方法

试验原料为石煤焙烧—酸浸浸出液,其成分见表1。

表1 石煤焙烧—酸浸液成分/g · L⁻¹

V ₂ O ₅	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	MgO	Al ₂ O ₃	CaO	P ₂ O ₅
10	1.0	0.92	0.12	0.62	0.88	0.91

试验方法:将浸出液调节 pH 值,然后用分液漏斗单级萃取,分别确定萃取工艺后,再用分液漏斗进行5级模拟逆流萃取试验。

2 试验结果与讨论

2.1 有机溶剂和萃取容量的关系

通过改变有机溶剂成分,分别测定不同有机溶剂成分下有机相的饱和容量。试验结果见表2。

表2 有机溶剂和萃取容量之间的关系

试验序号	有机相组成/%			有机相容量 /g · L ⁻¹
	有机相(A)	煤油	添加剂	
1	5	95		18
2	10	90		26
3	15	85		39
4	20	80		42
5	15	80	5	45
6	15	75	10	50
7	20	75	5	53
8	20	70	10	55

注:有机相组成为体积百分比。

由表2可知,随着有机相(A)浓度增加,有机相的饱和容量增加。综合考虑,采用有机相(A)15% + 煤油75% + 10% 添加剂组成的复合有机相较为合理,以下萃取均采用此复合萃取试剂。

2.2 溶液萃取时间对萃取率的影响

试验条件:萃取料液五氧化二钒浓度9.8g/L, O/A = 1:1,澄清时间4min,萃取 pH = 2。考察萃取时间和萃取率的关系,试验结果见图1。

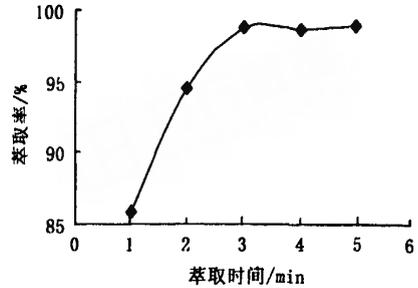


图1 萃取时间对萃取率的影响

由图1可知,随着萃取时间的延长,萃取率逐渐增加,但至4min后,继续延长萃取时间对萃取效果影响不大。另外,增加萃取时间,在提高单级萃取率的同时会加速有机相的乳化。所以,选择萃取时间4min较为合适。

2.3 萃取相对萃取率的影响

试验条件:萃取料液五氧化二钒浓度9.8g/L, 萃取时间4min,澄清时间4min,萃取 pH = 2。考察萃取相对萃取率的关系,试验结果见表3。

表3 相比与萃取率的关系

相比	萃余液五氧化二钒浓度/g · L ⁻¹	萃取率/%
1:1	0.049	99.50
1:2	0.10	97.96
1:3	0.14	95.72
1:4	0.23	90.61
1:5	0.35	82.14

由表3可知,随着萃取相比减少,五氧化二钒的萃取率减少。尽管相比为1:1时,五氧化二钒的萃取率接近100%,但是相比1:1萃取有机相损失很大,另外萃取没有起到富集五氧化二钒的目的。在相比1:4时,萃取率仅90.61%,但是可以通过增加萃取级数的方法富集五氧化二钒,最终得到较高的萃取率。

2.4 萃取 pH 值对萃取率的影响

试验条件:相比(O/A)1:4,萃取时间4min,澄清时间4min,萃取料液五氧化二钒浓度9.8g/L。考察萃取料液pH值对萃取率的影响,试验结果见图2。

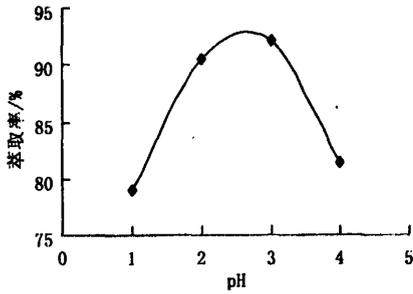


图2 萃取 pH 值对萃取率的影响

由图2可知,随着萃取料液 pH 值的增加,萃取率先增加后减少,在萃取料液 pH = 2.5 时,萃取效果最好。

2.5 澄清时间对萃取率的影响

试验条件:萃取料液五氧化二钒浓度 9.8g/L, O/A = 1:4, 萃取时间 4min, pH = 2.5。考察澄清时间与萃取率的关系,试验结果见图3。

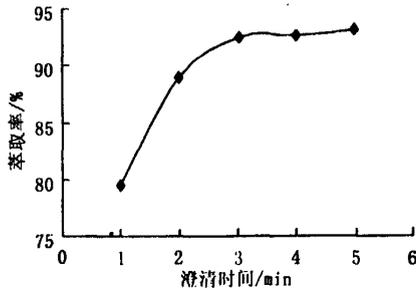


图3 萃取澄清时间对萃取率的影响

由图3可知,随着萃取澄清时间的增加,萃取率逐渐增加,但是当澄清时间达到3min后,萃取率增加不是很明显,说明经过3min澄清,萃取有机相和水相基本分离。

2.6 四级逆流模拟萃取试验

试验条件:萃取料液五氧化二钒浓度 9.8g/L, O/A = 1:4, 萃取时间 4min, 澄清时间 3min。试验结果见表4。

表4 四级逆流萃取级数对萃取率的影响

萃取级数	五氧化二钒浓度/g · L ⁻¹	
	有机相	水相
1	39.02	6.50
2	25.82	2.10
3	8.22	0.85
4	3.22	0.045

由表4可知,料液经过四级逆流模拟萃取,不仅五氧化二钒萃取率达到 99.55%,同时可将有机相中五氧化二钒富集到接近 40g/L。

2.7 反萃剂对萃取率的影响

试验条件:负载有机相五氧化二钒浓度 39.02g/L, 反萃剂浓度 100g/L, 相比 1:1, 反萃时间 3min, 澄清时间 3min。考察反萃剂与萃取率的关系,试验结果见表5。

表5 反萃剂与萃取率的关系

反萃剂种类	空载有机相五氧化二钒浓度/g · L ⁻¹	反萃率/%
碳酸钠	0.85	97.82
氯化钠	0.98	97.49
硫酸钠	1.10	97.18
氢氧化钠	1.51	96.13

由表5可知,碳酸钠、氯化钠和硫酸钠三种反萃剂萃取效果相差不大,但从生产成本考虑,选择氯化钠更合理。

2.8 反萃剂浓度对萃取率的影响

试验条件:负载有机相五氧化二钒浓度 39.02g/L, O/A = 1:1, 反萃时间 3min, 澄清时间 3min。考察反萃剂氯化钠浓度与反萃效果的关系,试验结果见表6。

表6 反萃剂浓度与反萃率的关系

氯化钠浓度/g · L ⁻¹	空载有机相五氧化二钒浓度/g · L ⁻¹	反萃率/%
150	0.89	97.72
100	0.80	97.95
80	1.10	97.18
40	1.80	95.40

由表6可知,随着反萃剂氯化钠浓度增加,反萃率增加,但是当氯化钠浓度增加到 80g/L 后,反萃率变化不明显。

2.9 相比对反萃率的影响

试验条件:负载有机相五氧化二钒浓度 39.02g/L, 反萃时间 3min, 澄清时间 3min。考察相比与反萃率的关系,试验结果见表7。

由表7可知,随着反萃相比增加,反萃率逐步减少,虽然相比 1:1 时的反萃效果比相比 3:1 的反萃效果要好,但是相比 1:1 反萃时不能有效将五氧化二钒富集,相比 4:1 时虽然富集五氧化二钒浓度更高,但是反萃率太低,所以选择相比 3:1 较为合理。

2.10 四级逆流模拟反萃试验

试验条件: 负载有机相五氧化二钒浓度 39.02g/L, O/A = 3:1, 反萃时间 3min, 澄清时间 3min。试验结果见表 8 和表 9。

表 7 相比与反萃率的关系

相比 (O/A)	空载有机相 五氧化二钒浓度/g · L ⁻¹	反萃率 /%
1:1	0.89	97.72
2:1	3.50	91.04
3:1	4.10	89.49
4:1	7.10	81.80

表 8 四级逆流模拟反萃试验结果

反萃级数	五氧化二钒浓度/g · L ⁻¹	
	空载有机相	水相
1	28.92	115.30
2	13.92	85
3	6.59	40
4	0.59	18

表 9 反萃液离子组成/g · L⁻¹

V ₂ O ₅	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	MgO	Al ₂ O ₃	CaO	P ₂ O ₅
115.30	0.05	0.04	0.02	0.10	0.08	0.005

由表 8 可知, 经过相比 3:1 四级逆流反萃试验, 五氧化二钒萃取率达到 98.49%, 水相五氧化二钒浓度提高到 115.30g/L。

由表 9 可知, 经过四级逆流反萃, 溶液中五氧化二钒浓度从 9.8g/L 富集到 115.30g/L, 而且溶液中主要杂质去除率超过 90%, 该溶液可以直接进行沉

钒试验。

3 结 论

1. 采用新型有机溶剂萃取五氧化二钒工艺是可行的。

2. 在萃取相比 (O/A) = 1:4、萃取时间 4min、澄清时间 4min、pH = 2.5 的条件下, 通过四级逆流萃取, 五氧化二钒萃取率可达到 99.55%。

3. 采用浓度为 80g/L 的氯化钠为反萃剂, 反萃相比 (O/A) = 3:1, 反萃时间为 3min, 澄清时间为 3min 时, 通过四级逆流反萃取, 五氧化二钒反萃率可达到 98.49%。

4. 采用熔剂萃取法处理焙烧—酸浸浸出液, 不仅可以制备出优质的沉钒溶液, 而且五氧化二钒综合回收率可达到 98.00%。

参考文献:

[1] 鲁兆伶. 用酸法从石煤中提取五氧化二钒的试验研究与工艺实践[J]. 湿法冶金, 2002(4): 175 ~ 183.

[2] 宾智勇. 钒矿石无盐焙烧提取五氧化二钒试验[J]. 钢铁钒钛, 2006(1): 21 ~ 26.

[3] 宾智勇. 无污染提钒新工艺研究[J]. 湖南有色金属, 2000(3): 21 ~ 23.

[4] 李晓健. 酸浸—萃取工艺在石煤提钒工业中的应用[J]. 湖南有色金属, 2000(3): 21 ~ 23.

[5] 《有色金属提取冶金手册》编委会. 有色金属提取冶金手册. 稀有高熔点金属(下)[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2002. 276 ~ 278.

[6] 漆明鉴. 酸浸法从石煤中提取钒的中间试验研究[J]. 湿法冶金, 2000(2): 7 ~ 16.

Study on the New Technology for Extracting V₂O₅ from the Acid-leaching Liquor of Stone Coal

CHEN Qing-gen

(Zijin Mining and Metallurgical Technology Co., Ltd, Xiamen, Fujian, China)

Abstract: A new technology for extracting V₂O₅ from the acid-leaching liquor of stone coal is researched by using a new-type extractant. Several major technological parameters extraction and re-extraction operations, such as pH, the ratio of organic phase to aqueous phase (O/A), time, etc, are optimized by a series of tests. The test results showed that when the new extractant is made up of 15% A + 75% kerosene + 10% additive, the extraction rate is up to 99.55%; when 80g/L NaCl is used as the re-extractive solvent, the yield will exceed 98.49%. By the way of extraction and re-extraction, the concentration of V₂O₅ can be raised from 9.8g/L to 115.30g/L, and the major impurities are fully removed. It is believed that this new technology will greatly facilitate following precipitation operation.

Key words: V₂O₅; Extraction; Re-extraction; Stone coal