

# 钒渣与 $\text{Na}_2\text{O}_2$ 焙烧提钒技术的探索

邵胜琦, 岳宏瑞\*, 曹晓舟, 程功金, 刘建兴, 薛向欣

(东北大学冶金学院, 辽宁 沈阳 110819)

**摘 要:**将钒渣与过氧化钠( $\text{Na}_2\text{O}_2$ )混和, 经压块、焙烧、水浸等处理工艺, 将钒富集到  $\text{V}_2\text{O}_5$  中。研究了焙烧温度、压块压力、焙烧时间、 $\text{Na}_2\text{O}_2$  加入量、浸出温度等因素对钒浸出率的影响。结果表明, 当  $\text{Na}_2\text{O}_2$  与钒渣中  $\text{V}_2\text{O}_5$  的摩尔比在 0.5 : 1 ~ 4 : 1、焙烧温度在 700 ~ 1 000 °C、压块压力在 1 ~ 25 MPa 范围内变化时, 钒浸出率均呈现先增大后减小的规律, 且当钠钒比( $\text{Na}_2\text{O}_2/\text{V}_2\text{O}_5$ )为 3 : 1、焙烧温度为 850 °C、压块压力为 5 MPa 时钒浸出率最大, 为 95.57%。焙烧时间在 0.5 ~ 2.5 h、浸出温度在 60 ~ 100 °C 时, 钒浸出率出现波动, 在焙烧时间为 2.5 h、浸出温度为 80 °C 时达到最大值。最优试验条件下, 钒浸出率为 95.57%。同时, 使用 X 射线衍射分析仪和电子探针分析和表征了焙烧熟料中的物相及其分布规律。结果表明, 焙烧后熟料中主要的物相有  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Ca}(\text{TiO}_3)$ ,  $\text{Na}_3\text{VO}_4$ ,  $\text{Mg}_{0.165}\text{Mn}_{0.835}\text{O}$  等。最后, 将熟料加入铵盐再经过沉淀和煅烧处理得到质量分数为 96.84% 的  $\text{V}_2\text{O}_5$ 。

**关键词:**提钒; 钒渣; 钠化焙烧;  $\text{Na}_2\text{O}_2$ ; 压块; 浸出率

中图分类号: TF841.3

文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2022)01-0028-08

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2022.01.005

开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID):



听语音  
与作者互动  
聊科研

## Exploration of roasting vanadium extraction from vanadium slag and $\text{Na}_2\text{O}_2$

Shao Shengqi, Yue Hongrui\*, Cao Xiaozhou, Cheng Gongjin, Liu Jianxing, Xue Xiangxin

(School of Metallurgy, Northeastern University, Shengyang 110819, Liaoning, China)

**Abstract:** Vanadium slag and sodium peroxide ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ) were mixed, briquetted, roasted, and leached to rich vanadium into  $\text{V}_2\text{O}_5$ . The effects of roasting temperature, briquetting pressure, roasting time,  $\text{Na}_2\text{O}_2$  content, and leaching temperature on the vanadium leaching rate were studied. The results showed that the vanadium leaching rate first increased and then decreased as the molar ratio of  $\text{Na}_2\text{O}_2$  to  $\text{V}_2\text{O}_5$  increased from 0.5 : 1 to 4 : 1, the roasting temperature increased from 700 °C to 1000 °C, and the briquetting pressure increased from 1 MPa to 25 MPa. The vanadium leaching rate reached the maximum 95.57% with the  $\text{Na}_2\text{O}_2/\text{V}_2\text{O}_5$  of 3 : 1, the roasting temperature of 850 °C, and the pressure of 5 MPa. As for the roasting time in the range of 0.5–2.5 h and the leaching temperature of 60–100 °C, the vanadium leaching rate fluctuated and reached the maximum at 2.5 h and 80 °C. Under the optimum conditions, the vanadium leaching rate reached 95.57%. Meanwhile, the phases during roasting were analyzed and characterized by X-ray diffraction and electron probe microanalysis. The results showed that the main phases were  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Ca}(\text{TiO}_3)$ ,  $\text{Na}_3\text{VO}_4$ ,  $\text{Mg}_{0.165}\text{Mn}_{0.835}\text{O}$ . Finally, ammonium salt was added into the leaching solution containing vanadium, and 96.84%  $\text{V}_2\text{O}_5$  was obtained through precipitation and

收稿日期: 2021-12-19

基金项目: 国家自然科学基金(编号: 52104296)。

作者简介: 曹晓舟 (1979—), 男, 山东单县人, 博士, 副教授, 主要从事有色资源循环利用等研究, E-mail: caoxz@smm.neu.edu.cn。\* 通讯作者: 岳宏瑞 (1989—), 男, 吉林长岭人, 博士, 博士后, 主要从事冶金资源综合利用, E-mail: yuehongrui@mail.neu.edu.cn。

calcining process.

**Key words:** extraction of vanadium, vanadium slag, sodiumization roasting,  $\text{Na}_2\text{O}_2$ , briquetting, leaching rate

## 0 引言

钒金属作为世界公认的重要战略金属,因具有诸多优异的物理和化学性能而被广泛使用<sup>[1]</sup>。钒最初多应用于钢铁领域,起到提高钢铁性能的作用<sup>[2]</sup>。后来,随着科学技术水平的飞跃发展以及人类对新材料要求的日益提高,在化学、新能源、医药、原子能、航空航天等众多领域的应用也越来越多<sup>[3-4]</sup>。钒在地壳中的总含量约为 0.02%~0.03%<sup>[5]</sup>,但可供单独开采的富矿很少,钒资源主要存在于含钒矿石、含钒冶炼渣以及废催化剂<sup>[6]</sup>、石油沥青废料等<sup>[7]</sup>,其中含钒冶炼渣是钒钛磁铁矿在炼钢过程中的副产品,是典型的钒冶金原料<sup>[8-9]</sup>。

从含钒冶炼渣中提钒按工艺类型可分为两种:一种为火法冶炼<sup>[10]</sup>,此工艺仅用于回收铁和钒,对其他金属目前尚无合理的手段进行开发利用,因此该工艺不仅造成环境污染,还会导致资源浪费<sup>[11]</sup>;另一种为湿法提取<sup>[12]</sup>,这种方法工艺路线比较丰富,其中发展最早且研究较多,较为透彻的提钒工艺为钠化焙烧-水浸提钒<sup>[13-15]</sup>。

钠化焙烧-水浸原理为将钒渣与钠盐混合后在空气中焙烧,将低价钒氧化物转化为五价水溶性的含钒钠盐,之后经浸出、沉钒、煅烧、碱溶、二次沉钒、煅烧等处理得到高品位  $\text{V}_2\text{O}_5$ <sup>[16]</sup>。学者们对钠化焙烧提钒过程中的影响因素已做过一些研究, G. B. Sadykhov<sup>[17]</sup>研究了在碱性钒渣的氧化焙烧过程中  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  含量、焙烧温度、焙烧时间等因素对 V 浸出率的影响。结果表明,当焙烧温度在 900~1 000 °C 范围内,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  质量分数达到 20% 时, V 转浸率可达 90%~95%。蔡永红<sup>[18]</sup>等根据钠化焙烧相关理论,对含钒钢渣在熔融 NaOH 体系中的焙烧过程进行研究。研究结果表明,含钒钢渣在熔融体系中最佳反应条件为焙烧温度 450 °C,碱矿比 5:1,焙烧时间 60 min,在此条件下,钒提取率稳定在 90% 以上,并且对反应机理进行研究,建立了反应动力学模

型。Li Hongyi 等<sup>[19]</sup>提出了一种一步氢氧化钠焙烧法从钒铬渣中提取 V 和 Cr 的技术路线。结果表明,在焙烧温度为 800 °C, NaOH 质量分数为 30% 的条件下, V 和 Cr 的浸出率分别达 94.87% 和 80.51%。同时作者指出在钠焙烧过程中, Na 还与 Si、Fe、Ti 和 Al 反应生成高熔点的钠盐,抑制了反应混合物的过度烧结,从而促进了钒酸盐和铬酸盐的形成。

此工艺所涉及的钠盐,主要包括  $\text{NaCl}$ 、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{Na}_2\text{O}_2$ 、NaOH 等,但在实际生产过程中,如大量的  $\text{NaCl}$  掺入,在焙烧过程中会产生  $\text{Cl}_2$ 、HCl 等严重污染环境的气体;废渣中  $\text{NaCl}$  含量高,大大增加了尾渣综合利用的难度;若全部使用  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,也会产生大量的废水。故笔者选择过氧化钠作为添加剂,降低焙烧过程中有害物质的产生,实现高效钒渣提钒。另外,实际生产过程中,回转窑内通常以数吨的钒渣进行钠化焙烧,物料大量堆积使得大部分钒渣处于缺氧状态,进而使物料焙烧不充分,这也是影响钒回收率的原因之一。为此,笔者将钒渣与  $\text{Na}_2\text{O}_2$  先混合压块再焙烧处理,研究在焙烧过程中  $\text{Na}_2\text{O}_2$  添加量、焙烧时间、焙烧温度对钒酸钠生成以及 V 浸出率的影响规律。这一方法可以使钒渣与  $\text{Na}_2\text{O}_2$  颗粒紧密接触,同时,  $\text{Na}_2\text{O}_2$  在焙烧温度达到 460 °C 时会分解产生氧气,使块样的透气性提高,所产生的氧气从块样内部向外渗透到氧化钒渣中,使气氛中的氧分压增加。之后进一步探究压块压力对钒酸钠生成和 V 浸出率的调控机制,利用 XRF、XRD、EPMA 等手段分析和表征生成物的成分、物相及其分布规律,为实际生产探索一条简单有效提高钒回收率的技术路线。

## 1 试验材料与方案

### 1.1 试验原料

本研究采用原料为过氧化钠固体以及由承钢所提供的钒渣,其中钒渣化学成分经 XRF 分析后列于表 1。

表 1 钒渣的主要化学成分  
Table 1 Main chemical compositions of V-slag

| $\text{Fe}_2\text{O}_3$ | $\text{SiO}_2$ | MnO   | $\text{TiO}_2$ | $\text{V}_2\text{O}_5$ | MgO  | $\text{Al}_2\text{O}_3$ | CaO  | $\text{Cr}_2\text{O}_3$ |
|-------------------------|----------------|-------|----------------|------------------------|------|-------------------------|------|-------------------------|
| 43.49                   | 14.62          | 10.84 | 10.27          | 8.387                  | 3.00 | 2.68                    | 2.58 | 2.41                    |

## 1.2 试验过程

钒渣钠化焙烧-水浸提钒工艺流程如图1所示。

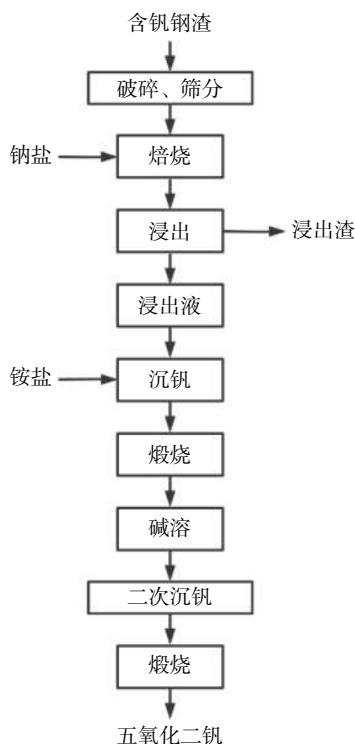


图1 钠化焙烧-水浸提钒工艺流程

Fig. 1 Process flow chart of vanadium extraction by sodium roasting-water leaching

将  $\text{Na}_2\text{O}_2$  与钒渣中  $\text{V}_2\text{O}_5$  按不同摩尔比称取,混合装在一个圆柱形密闭塑料圆筒内,将圆筒装入混料机中混料 5 h,使两种粉末充分混合。混料结束后将混合粉末装入不锈钢模具内,用压片机将混合粉体压制成片,保持 3 min,成型后脱模。先将马弗炉以  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  升温至预设温度,再将片体放入马弗炉中,焙烧 2 h 后,立刻取出焙烧熟料,结束焙烧试验。以钒的浸出率为指标探索焙烧参数和压片压力的最优值。

将冷却至室温的熟料置于研钵中研磨,粒度小于  $50\text{ }\mu\text{m}$ ,取少部分进行 XRD 物相分析。将焙烧后的片体沿径向一分为二,使用环氧树脂镶样,将样品打磨、抛光处理后使用电子探针分析微观结构。称取 3 g 焙烧、研磨后的熟料加入烧杯中,按照固液比 1 : 10 向烧杯中加入去离子水。待水浴锅温度升高至预设温度后放入烧杯开始恒温,达到预设时间后关闭水浴锅结束浸出试验。使用真空抽滤装置过滤浸出液,得到含钒水溶液和尾渣,将含钒水溶液加入到 250 mL 的容量瓶中,加去离子水定容。

使用电感耦合等离子体发射光谱仪分析水溶液

中的 V 的质量分数,并应用式(1)计算钒浸出率。

$$\eta = \frac{X \times d / m_3}{\frac{m_1 \times \alpha}{m_1 + m_2} \times \frac{M_1}{M_2}} \quad (1)$$

式中,  $\eta$  为钒浸出率, %;  $X$  为 V 的质量分数, %;  $d$  为浸出定容的体积, mL;  $m_1$  为混料时钒渣的质量, g;  $m_2$  为混料时加入  $\text{Na}_2\text{O}_2$  的质量, g;  $m_3$  为浸出时称取熟料的质量, g;  $\alpha$  为钒渣中  $\text{V}_2\text{O}_5$  的质量分数, %;  $M_1$  为钒的相对分子质量;  $M_2$  为  $\text{V}_2\text{O}_5$  的相对分子质量。

## 1.3 试验分析与表征

本试验所用仪器 X-ray fluorescence(XRF, ZSX100e, Rigaku, Japan)分析固体渣中 V 含量。使用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES, Optima 8300DV, PE 公司, 美国)分析浸出液中 V 含量。物相分析所用设备为 X-ray diffraction(XRD, MPDDY2094, Panalytical, Netherlands)。微观结构的表征所用设备为电子探针(EPMA, JXA-8530F, JEOL, Japan),加速电压为 15 kV。

## 2 试验结果与讨论

### 2.1 钠钒比对 V 浸出率的影响

以钠钒比 ( $\text{Na}_2\text{O}_2/\text{V}_2\text{O}_5$ ) 为变量(依次为 0.5 : 1 ~ 4 : 1),在焙烧温度  $800\text{ }^\circ\text{C}$ 、焙烧时间 2 h、浸出温度为  $80\text{ }^\circ\text{C}$ 、浸出时间 2 h 的条件下,对不同钠钒比混合的原料进行焙烧、浸出处理。浸出后的液体用 250 mL 容量瓶定容,使用电感耦合等离子体发射光谱检测其中的出 V 的含量,使用式(1)计算出 V 浸出率。图2为 V 浸出率与配料中钠钒比的关系曲线。由图2可知,  $\text{Na}_2\text{O}_2$  加入量对 V 浸出率的影响很大,钠钒比从 0.5 : 1 增大到 3 : 1, V 浸出率从 17.60% 增大至 89.83%。钠钒比继续增大至 4 : 1, V 浸出率降低至 70.42%。随着  $\text{Na}_2\text{O}_2$  加入量的增加, V 浸出率呈现出明显的先增大后减小的变化趋势。形成这一规律的原因可能是过量的  $\text{Na}_2\text{O}_2$  会产生液相,包裹在钒渣颗粒表面,阻碍了钒酸钠的生成及后续的浸出<sup>[20]</sup>。当钠钒比为 3 : 1 时, V 浸出率达最大值 89.83%。

### 2.2 焙烧参数的影响

#### 2.2.1 焙烧温度对 V 浸出率的影响

在焙烧过程中,  $\text{Na}_2\text{O}_2$  分解与钒渣中的  $\text{V}_2\text{O}_5$  反应产生易溶于水的钒酸钠,有利于之后浸出时,使 V 富集于水中。在此过程中焙烧温度的控制十分重要,若温度过低  $\text{Na}_2\text{O}_2$  分解不完全,若温度过高又有

可能造成生成的钒酸钠二次反应成难溶物或产生过多阻碍反应的液相。按钠钒比 3 : 1 混料, 分别在 700 ~ 1 000 °C 焙烧温度下进行焙烧试验。图 3 为 V 浸出率与焙烧温度的关系曲线。由图 3 可知, 随温度升高, V 浸出率呈现先增大后减小的趋势。温度从 700 °C 升高到 850 °C, V 浸出率从 68.81% 增大至 95.57%。温度继续升高至 1 000 °C, V 浸出率降低至 4.78%。相关文献表明<sup>[17,21-22]</sup>, 由于钒铁尖晶石氧化分解温度在 790 ~ 850 °C, 在此温度范围内钒已被充分转化, 温度高于 900 °C 时, 渣中出现的液相阻碍氧化反应。在生产中当焙烧温度高于 900 °C 会导致烧成带距离延长, 加上金属铁氧化的局部放热效应, 会使物料严重烧结, 造成回转窑结圈, 严重影响生产顺行。综上所述, 得出最佳焙烧温度 850 °C, 此时 V 浸出率达到最大值 95.57%。

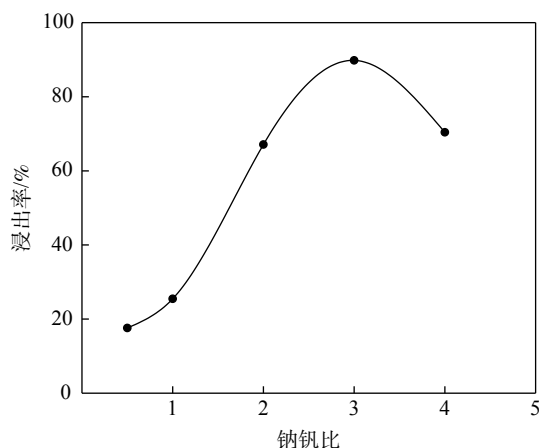


图 2 钠钒比对 V 浸出率的影响

Fig. 2 Effect of sodium vanadium ratio on vanadium leaching rate

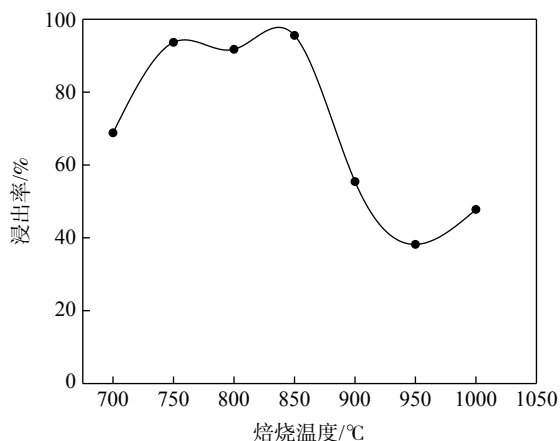


图 3 焙烧温度对 V 浸出率的影响

Fig. 3 Effect of roasting temperature on vanadium leaching rate

图 4 为在不同温度下焙烧后熟料的 XRD 衍射峰, 其中图 4(a) ~ (g) 对应的温度为 700 ~ 1 000 °C。由图 4(a) ~ (g) 可知,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (JCPDS, 01-089-0598) 为焙烧熟料中的主要结晶相, 可在 24.2°、33.1°、35.5°、40.8°、49.4°、54°、62.2°、63.8°、71.8°、80.5°、84.6°、88.2° 处观测到其特征峰。同时, 不同温度下的样品在 30° 和 47.6° 处分别可观测到  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (JCPDS, 01-076-1849) 和  $\text{Ca}(\text{TiO}_3)$  (JCPDS, 01-088-0790) 的特征峰。 $\text{Na}_3\text{VO}_4$  在不同温度下出现的位置以及特征峰值均有所不同。例如, 在 700 °C 时, 仅能在 28.5° 和 39.2° 处观测到  $\text{Na}_3\text{VO}_4$  (JCPDS, 00-022-1405) 的特征峰。温度升高至 750 °C 时, 除能在 28.5° 和 39.2° 处能观测到  $\text{Na}_3\text{VO}_4$  (JCPDS, 00-022-1405) 的特征峰外, 在 18.3° 处也可观测到  $\text{Na}_3\text{VO}_4$  的特征峰。温度继续升高至 800 °C,  $\text{Na}_3\text{VO}_4$  的特征峰在 18.3°、28.5°、39.2° 和 58.4° 处均可观测到; 在 850 °C,  $\text{Na}_3\text{VO}_4$  的特征峰可在 18.3°、28.5° 以及 58.4° 处观测到; 在 900 °C 和 950 °C 时,  $\text{Na}_3\text{VO}_4$  的特征峰出现在 18.3° 和 39.2° 处; 在 1 000 °C,  $\text{Na}_3\text{VO}_4$  的特征峰出现在 18.3°、28.5° 和 39.2° 处, 并且在此温度下还可观测到  $\text{Mg}_{0.165}\text{Mn}_{0.835}\text{O}$  (JCPDS, 01-077-2382) 的特征峰。

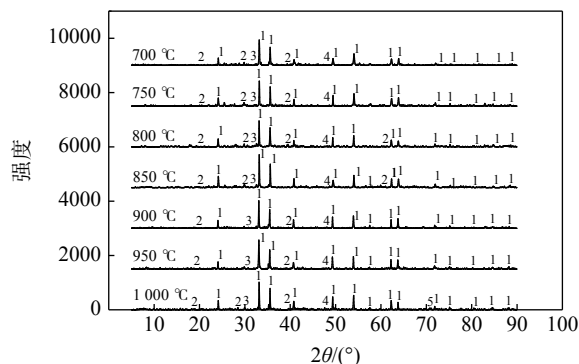


图 4 700 ~ 1 000 °C 下焙烧所得熟料 XRD 图谱

Fig. 4 XRD spectrum of clinker calcined at 700 ~ 1 000 °C

### 2.2.2 焙烧时间对 V 浸出率的影响

设置焙烧时间为 0.5 ~ 2.5 h, 在钠钒比为 3 : 1, 焙烧温度为 850 °C 的条件下进行焙烧试验和浸出试验。图 5 为 V 浸出率与焙烧时间的关系曲线。由图 5 可知, V 浸出率随焙烧时间的延长呈现升高趋势。当焙烧时间从 0.5 h 增加到 2.5 h 时, V 浸出率从 78.36% 增大至 92.13%。相关文献表明<sup>[23]</sup>, 随着焙烧时间的延长, 有利于钒渣中钒铁尖晶石进行充分的氧化分解反应以及生成更多的钒酸钠, 从而

使得 V 浸出率升高。综上得出,最佳焙烧时间为 2.5 h, V 浸出率达最大值 92.13%。

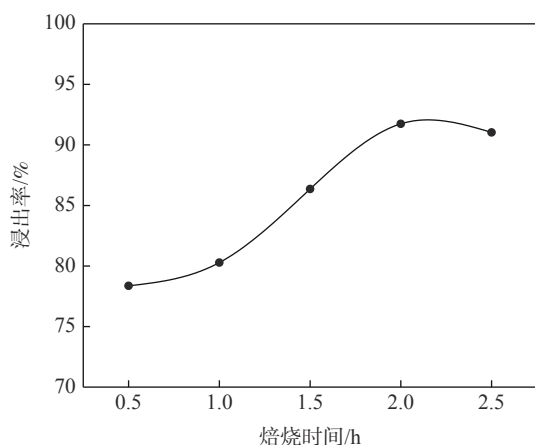


图 5 焙烧时间对 V 浸出率的影响

Fig. 5 Effect of roasting time on vanadium leaching rate

### 2.2.3 压片压力对 V 浸出率的影响

工艺提钒的过程中,回转炉内原料的堆积会导致原料透气性变差,从而使氧化反应不完全。对钒渣和  $\text{Na}_2\text{O}_2$  混合物施加不同压力,模拟回转炉中原料堆积的情况,对压片压力最优参数进行探索。在钠钒比 3 : 1,焙烧温度 850 °C,焙烧时间 2.5 h 下进行焙烧试验。图 6 为 V 浸出率与压片压力的关系曲线。由图 6 可知,当压力为 2 MPa 和 5 MPa 时,得到 V 的浸出率相同,且均为最大值 95.57%,继续增大压力至 25 MPa, V 浸出率降低至 18.54%。

图 7 为不同压力下焙烧熟料的 EPMA 微观形

貌,其中图 7(a)~(g)分别对应 1~25 MPa 压片下焙烧后所得熟料其截面放大 500 倍的 EPMA 微观形貌。由图 7 可知,1、2、5 MPa 的样品的孔隙分布趋于均匀,而 10、15、20 MPa 和 25 MPa 的样品的孔隙分布逐渐减少。由压片压力探究试验可知 2 MPa 和 5 MPa 的 V 浸出率相同,通过对比两者的 EPMA 微观形貌以及结合实际生产条件,5 MPa 的熟料片体更符合研究生产要求。图 8 为 5 MPa 熟料的电子探针分析。由图 8 可观察到大量的 O、Fe 元素,较多的 Na、V、Ti、Mg 元素,还有少量的 Mn、Si、Ca 元素,同时 Na、V 这两种元素的分布高度统一,进而也验证了焙烧熟料中  $\text{Na}_3\text{VO}_4$  的生成。

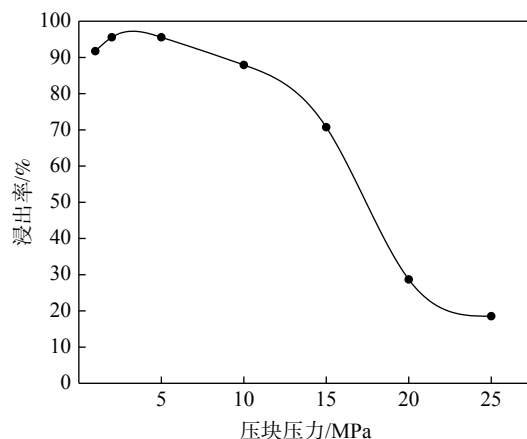


图 6 压片压力对 V 浸出率的影响

Fig. 6 Effect of tablet pressing pressure on vanadium leaching rate

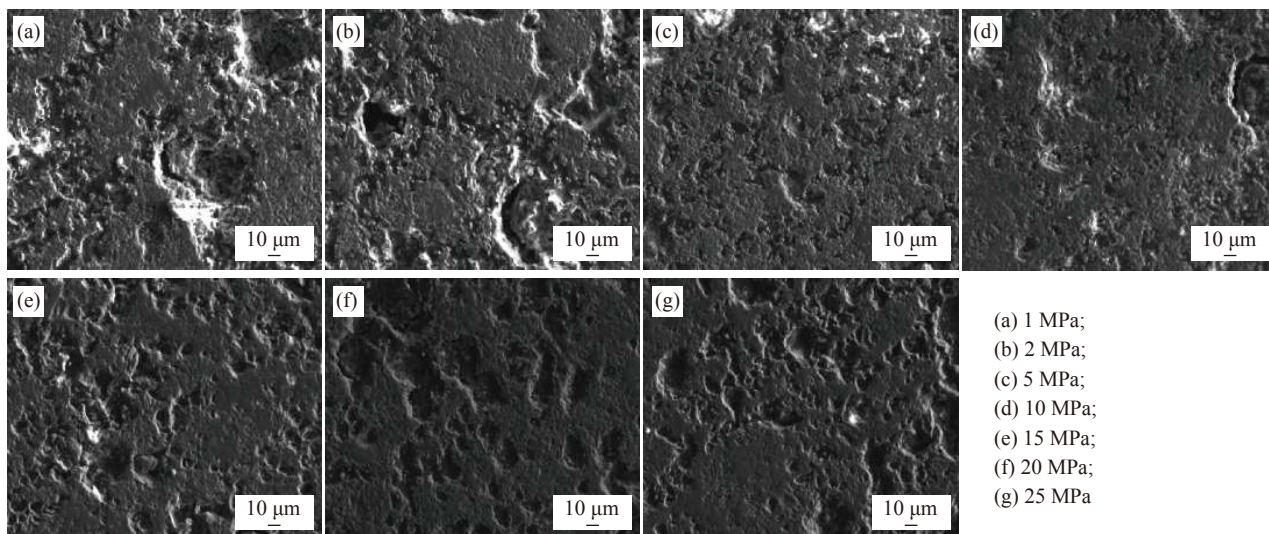


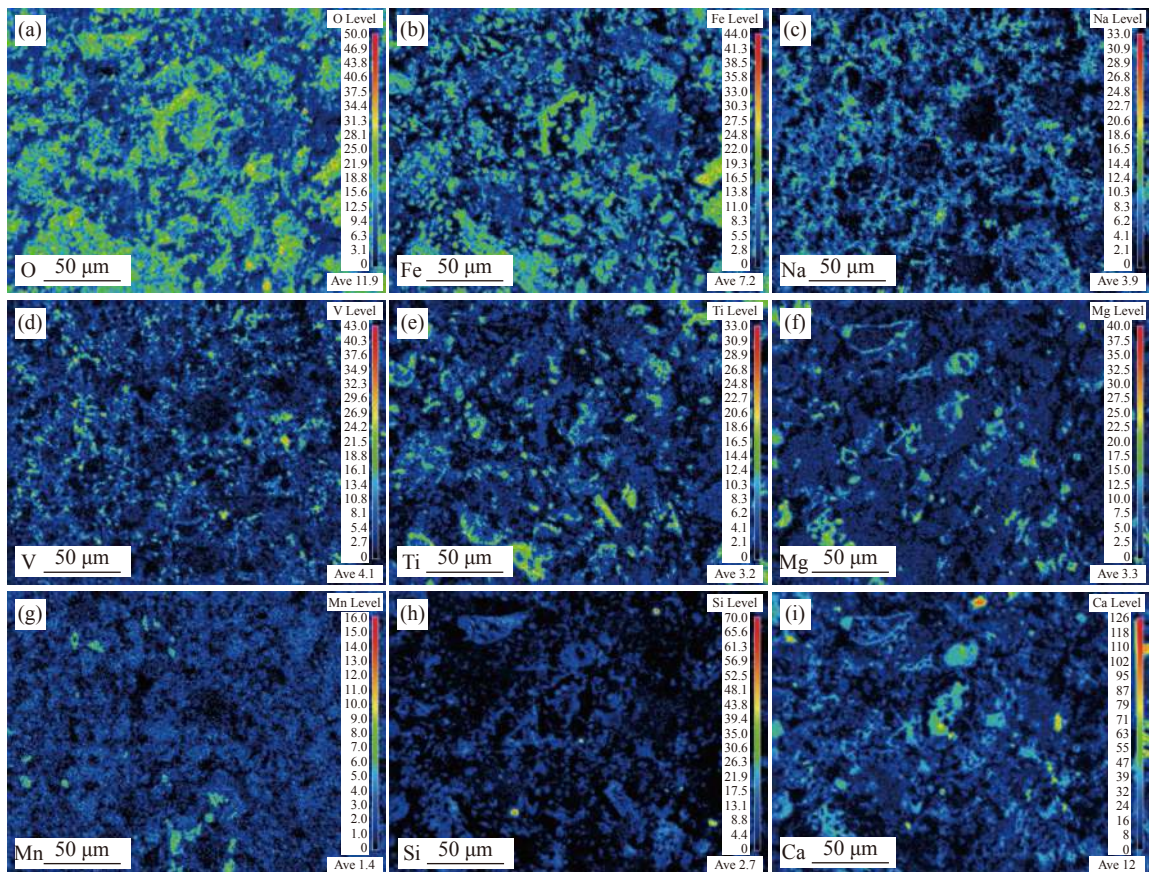
图 7 所有压力的电子探针对比

Fig. 7 Electron probe comparison of all pressures

### 2.3 水浸温度对浸出率影响

按钠钒比 3 : 1, 焙烧温度 850  $^{\circ}\text{C}$ , 焙烧时间 2.5 h 条件下焙烧, 之后分别在 60 ~ 100  $^{\circ}\text{C}$  水浸温度进行水浸处理试验。图 9 为 V 浸出率与水浸温度的关系曲线。由图 9 可知, 随着浸出温度逐渐升高, V 浸出率呈现增大后减小的趋势。温度 60  $^{\circ}\text{C}$  升高

到 80  $^{\circ}\text{C}$ , V 浸出率从 80.28% 增大至 95.57%。温度继续升高至 100  $^{\circ}\text{C}$ , V 浸出率降低至 86.01%。在水浸过程中, 熟料中的钒酸钠会溶解到水中以实现钒的富集, 再通过抽滤得到含钒浸出液和尾渣。综上, 得到最优浸出温度为 80  $^{\circ}\text{C}$ , V 浸出率达最大值为 95.57%。



(a) O; (b) Fe; (c) Na; (d) V; (e) Ti; (f) Mg; (g) Mn; (h) Si; (i) Ca

图 8 5 MPa-熟料的电子探针分析

Fig. 8 EPMA analysis of 5 MPa-clinker

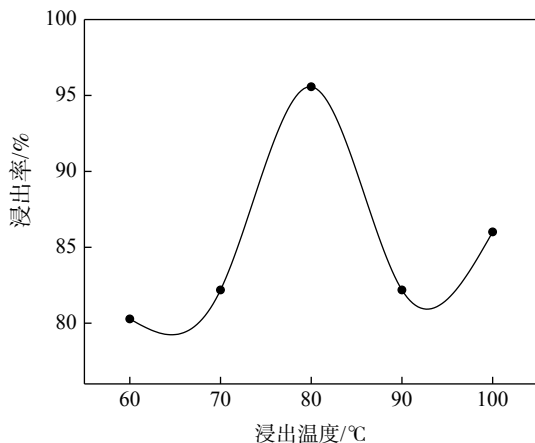


图 9 浸出温度对钒浸出率的影响

Fig. 9 Effect of leaching temperature on vanadium leaching rate

### 2.4 浸出后物相分析

将上述含钒浸出液(图 10 a)进行沉钒处理, 先向浸出液中按照铵根离子与浸出液中的钒摩尔比 6 : 1 加入氯化铵固体, 40  $^{\circ}\text{C}$  下水浴 2 h, 抽滤得到白色粉末, 再将白色粉末放入马弗炉中在 550  $^{\circ}\text{C}$  焙烧 2 h, 最终得到黄色产物如图 10(b)所示。使用 XRF 分析所得黄色产物, 其结果如表 2 所述。与原料进行对比可知,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$  等成分含量减少, 而  $\text{V}_2\text{O}_5$  含量提高了近 91% 后达到 96.84%。综上所述, 研究所使用的技术路线可从钒渣中提取钒并富集成高品位的  $\text{V}_2\text{O}_5$ 。

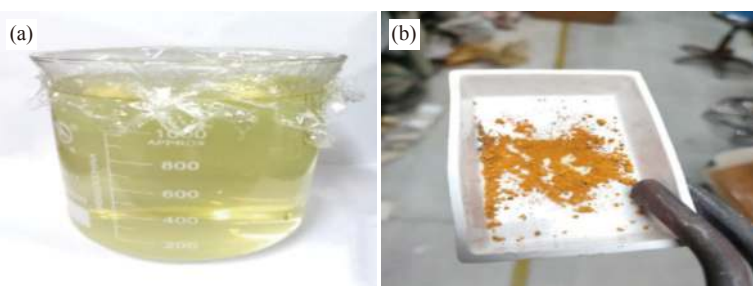


图 10 最优条件下制备的浸出液以及提取出的  $V_2O_5$   
Fig. 10 Leaching solution prepared under optimal conditions and extracted  $V_2O_5$

表 2 V-slag 的 XRF 检测成分  
Table 2 XRF detection components of V-slag

%

| $Fe_2O_3$ | $SiO_2$ | $V_2O_5$ | $Al_2O_3$ | CaO     | $P_2O_5$ |
|-----------|---------|----------|-----------|---------|----------|
| 0.355 9   | 2.578 0 | 96.844 8 | 0.141 9   | 0.045 3 | 0.034 2  |

### 3 结论

以承德钢铁厂的钒渣为原料, 主要采取过氧化钠-压块-焙烧工艺实现钒渣提钒。借助 X 射线衍射仪、分析扫描电镜等分析手段, 分析了钒渣的化学成分, 研究了钠钒比、焙烧温度、焙烧时间、浸出温度、压片压力等参数对提钒效率的影响。具体结论如下:

1) 从钠钒比、焙烧温度、压片压力的研究试验发现, V 浸出率均呈现出先增大后减小的规律; 从焙烧时间研究试验发现, V 浸出率随时间延长而升高的趋势, 最终得到最优条件为: 钠钒比为 3 : 1、焙烧

温度为 850  $^{\circ}C$ , 焙烧时间为 2.5 h, V 浸出率最大值为 95.57%。水浸温度对 V 浸出率的影响相对微弱, 浸出温度为 80  $^{\circ}C$  时, V 浸出效果最好。

2) 压块不仅可以使  $Na_2O_2$  和钒渣紧密结合促进氧化反应, 还可以使试验更贴近工业回转炉中的实际情况。从 V 浸出率来看, 2 MPa 和 5 MPa 有着同样高的浸出率 95.57%, 通过对比 EPMA 分析图以及考虑到实际生产因素, 选择 5 MPa 压力为最优条件。

3) X 射线衍射和电子探针等手段对焙烧熟料中的物相及其分布规律进行分析和表征的结果表明, 焙烧后的熟料中的新物相主要包括  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$ ,  $Ca(TiO_3)$ ,  $Na_3VO_4$ ,  $Mg_{0.165}Mn_{0.835}O$  等。

### 参考文献

- [1] Yang Shouzhi. Vanadium metallurgy[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2010.  
(杨守志. 钒冶金[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2010.)
- [2] Peng Kebo, Gao Likun, Rao Bing, *et al.* Current status of vanadium resources and research progress on vanadium extraction with organic phosphorus extractants[J]. Chinese Journal of Engineering, 2021, 43(5): 603–611.  
(彭科波, 高利坤, 饶兵, 等. 钒资源现状及有机磷类萃取剂萃钒的研究进展[J]. 工程科学学报, 2021, 43(5): 603–611.)
- [3] Moskalyk R R, Aifantazi A M. Processing of vanadium: A review[J]. Minerals Engineering, 2003, 16(9): 793–805.
- [4] Xu Zhengzheng, Liang Jinglong, Li Hui, *et al.* Research status and prospects of vanadium recovery in vanadium containing wastes[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2020, (3): 8–13.  
(徐正震, 梁精龙, 李慧, 等. 含钒废弃物中钒的回收研究现状及展望[J]. 矿产综合利用, 2020, (3): 8–13.)
- [5] Fan Liang, Zhang Wei. Vanadium resources and its preparation technology[J]. Advanced Materials Industry, 2016, (1): 41–46.  
(范亮, 张伟. 钒资源及其制备技术[J]. 新材料产业, 2016, (1): 41–46.)
- [6] Hong Ying, Guo Shuanghua, Li Yu, *et al.* Research progress on extraction technology for vanadium[J]. Guangzhou Chemical Industry, 2021, 49(17): 23–25.  
(洪颖, 郭双华, 李雨, 等. 提钒技术研究进展[J]. 广州化工, 2021, 49(17): 23–25.)
- [7] Zhong Jing, Liu Guobao. Analysis of patent technology of vanadium metallurgical extraction[J]. China Science and

- Technology Information, 2021, (20): 15–16.  
(钟婧, 刘国宝. 钒冶金提取专利技术分析[J]. 中国科技信息, 2021, (20): 15–16.)
- [ 8 ] Zhu X, Li W, Zhang C. Extraction and removal of vanadium by adsorption with resin 201\*7 from vanadium waste liquid[J]. *Environ Res*, 2020, 180: 108865.
- [ 9 ] Teng A J, Xue X X. A novel roasting process to extract vanadium and chromium from high chromium vanadium slag using a  $\text{NaOH-NaNO}_3$  binary system[J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2019, 379: 120805.1–120805.10.
- [ 10 ] Xie Yu, Ye Guohua, Zuo Qi, *et al.* New technology of vanadium extraction from vanadium-bearing steel slag[J]. *Iron Steel Vanadium Titanium*, 2019, 40(1): 69–77.  
(谢禹, 叶国华, 左琪, 等. 含钒钢渣提钒新工艺研究[J]. *钢铁钒钛*, 2019, 40(1): 69–77.)
- [ 11 ] Chen Desheng, Song Bo, Wang Lina, *et al.* Direct reduction and enhanced reduction of vanadium-bearing titanomagnetite concentrates[J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 2011, (11): 1331–1336.  
(陈德胜, 宋波, 王丽娜, 等. 钒钛磁铁精矿直接还原反应行为及其强化还原研究[J]. *北京科技大学学报*, 2011, (11): 1331–1336.)
- [ 12 ] Chen Shurui, Yang Shaoli, Ma Lan. Research status of vanadium extraction from steel slag containing vanadium[J]. *Conservation and Utilization of Mineral Resources*, 2019, 39(3): 69–74.  
(陈书锐, 杨绍利, 马兰. 含钒钢渣提钒研究现状[J]. *矿产保护与利用*, 2019, 39(3): 69–74.)
- [ 13 ] Li Wei. Study on reaction behavior of sodium roasting of high vanadium slag[D]. Shenyang: Journal of Northeastern University, 2014.  
(李尉. 高钒渣钠化焙烧反应行为研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2014.)
- [ 14 ] Li X S, Xie B, Wang G E, *et al.* Oxidation process of low-grade vanadium slag in presence of  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2011, 21: 1860.
- [ 15 ] Kozlov V A, Demidov A E. Chemical principles of a technology for making pure vanadium pentoxide[J]. *Metallurgist*, 2000, 44(8): 428–433.
- [ 16 ] Gao Minglei, Chen Donghui, Li Lanjie, *et al.* Dissolution behavior of vanadium from vanadium-bearing steel slag in  $\text{KOH}$  sub-molten salt[J]. *The Chinese Journal of Process Engineering*, 2011, 11(5): 761–766.  
(高明磊, 陈东辉, 李兰杰, 等. 含钒钢渣中钒在 $\text{KOH}$ 亚熔盐介质中溶出行为[J]. *过程工程学报*, 2011, 11(5): 761–766.)
- [ 17 ] Sadykhov G B. Oxidation of titanium-vanadium slags with the participation of  $\text{Na}_2\text{O}$  and its effect on the behavior of vanadium[J]. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2008, (6): 449.
- [ 18 ] Cai Yonghong, Zhao Changming, Ning Zhe, *et al.* Roasting process of vanadium-bearing steel slag in molten  $\text{NaOH}$  system[J]. *Journal of Central South University(Science and Technology)*, 2018, 49(5): 1047–1053.  
(蔡永红, 赵昌明, 宁哲, 等. 含钒钢渣在熔融 $\text{NaOH}$ 体系中的焙烧过程[J]. *中南大学学报(自然科学版)*, 2018, 49(5): 1047–1053.)
- [ 19 ] Li H Y, Wang C J, Yuan Y H, *et al.* Magnesiation roasting-acid leaching: A zero-discharge method for vanadium extraction from vanadium slag[J]. *Journal of Cleaner Production*, 2020, 260: 121091.
- [ 20 ] Yan Hong, Wang Shaona, Du Hao, *et al.* Reaction rules of carbonization-ammonium process producing vanadium oxide[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2016, 26(9): 2023.  
(闫红, 王少娜, 杜浩, 等. 钒酸钙碳化铵化生产钒氧化物的反应规律[J]. *中国有色金属学报*, 2016, 26(9): 2023.)
- [ 21 ] Fu Nianxin, Zhang Lin, Liu Wuhan, *et al.* Mechanism analysis of phase transformation process in calcified roasting of vanadium slags[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2018, 28(2): 377–386.  
(付念新, 张林, 刘武汉, 等. 钒渣钙化焙烧相变过程的机理分析[J]. *中国有色金属学报*, 2018, 28(2): 377–386.)
- [ 22 ] Wang Chunqiong, Liu Wuhan, Liu Huiqian, *et al.* Research on sintering phenomenon during calcination of vanadium slag[J]. *Iron Steel Vanadium Titanium*, 2013, 34(6): 6–11.  
(王春琼, 刘武汉, 刘恢前, 等. 钒渣钙化焙烧烧结现象研究[J]. *钢铁钒钛*, 2013, 34(6): 6–11.)
- [ 23 ] Fu Zibi, Jiang Lin, Li Ming, *et al.* Simultaneous extraction of vanadium and chromium from vanadium-chromium slag by sodium roasting[J]. *Iron Steel Vanadium Titanium*, 2020, 41(4): 1–6.  
(付自碧, 蒋霖, 李明, 等. 钒铬渣钠化焙烧同步提取钒和铬[J]. *钢铁钒钛*, 2020, 41(4): 1–6.)