

文章编号:1006-544X(2003)01-0093-02

从废钒催化剂中回收钒的实验研究

肖 瑜

(桂林工学院 资源与环境工程系, 广西 桂林 541004)

摘 要: 采用硫酸浸取-氨水富集-硝酸氧化的方法, 从废钒催化剂中回收钒. 研究了硫酸浓度和硝酸浓度对产品产量的影响, 在硫酸的浓度为 6% 和硝酸浓度为 31% 的最佳实验条件下, 产品中 V_2O_5 的纯度达到了 78.6%, V_2O_5 的回收率达到 83.6%. 实验采用硝酸代替 $KClO_3$ 等氧化剂, 可以减少 V_2O_5 中杂质的含量, 易于进行分离提纯, 从而提高 V_2O_5 的纯度, 提高反应速度, 扩大生产能力.

关键词: 废钒催化剂; 五氧化二钒; 回收; 富集

中图分类号: X781.3

文献标识码: B^①

硫酸工业每年产生大量的废钒催化剂, 造成对环境的污染. 同时, 钒是稀有金属, 在自然界中分散而不集中, 富集的钒矿不多, 提取和分离比较困难^[1]. 从废钒催化剂中回收 V_2O_5 既能避免对环境的污染, 又能节约宝贵的资源. 目前回收钒的主要方法有空气氧化法、氯酸钾氧化法等, 本次实验采用硫酸浸取-氨水富集-硝酸氧化的方法回收废钒催化剂中的 V_2O_5 , 反应产物中只有 V_2O_5 为固体, 其它均为气体或液体, 因而易于分离提纯.

1 原料制备

实验采用邵阳市化肥厂废弃的 S101 型 (V_2O_5 含量 7%~8%) 钒催化剂为主要原料. 但由于钒催化剂在使用过程中, V_2O_5 与 As_2O_3 和 F 作用生成挥发性的 $V_2O_5 \cdot As_2O_3$ 和 VF_5 而使五氧化二钒含量减少. 根据 GB 4698.12-84^[2], 用硫酸亚铁铵容量法测定此废弃的 S101 型钒催化剂中 V_2O_5 的含量为 4.75%, 用粉碎机把粗棒状废钒催化剂破碎成粉末.

2 钒的回收方法

2.1 硫酸浸取

称取 100 g 废钒催化剂粉末, 用一定浓度的硫酸浸取, 同时搅拌, 温度在 90℃, 反应时间 20~30 min, 用不同浓度的硫酸 9 次重复实验, 记录数据 (表 1, 图 1), 选择最佳硫酸浓度 (其它条件相同).

由图 1 可知, 用硫酸浸取时, 硫酸的适宜浓度为 6% 时, 五氧化二钒的产量最大.

表 1 硫酸浓度对产量的影响

Table 1 Effect of H_2SO_4 concentration on V_2O_5 production									
$w(H_2SO_4)$ /%	1	2	4	6	8	10	12	14	16
$m(V_2O_5)/g$	3.03	3.47	3.84	3.97	3.58	3.14	2.93	2.86	2.82

2.2 氨水富集

在酸浸液中加入适量 Na_2SO_3 , 然后加入氨水, 调节控制溶液的 pH 值为 4.5~5.5, 废钒催化剂中的钒以灰色的 $V_2O_2(OH)_4$ 沉淀下来. 然后过滤, 得滤渣.

2.3 硝酸氧化

在滤渣中加一定浓度的硝酸, 加热至沸腾, 溶液由灰色变成红色, 出现大量的红色五氧化二钒沉淀, 过滤烘干称量, 记录数据 (表 2, 图 2),

① 收稿日期: 2002-10-14; 修订日期: 2002-11-15

作者简介: 肖 瑜 (1973-), 女, 湖南邵阳人, 硕士, 讲师, 环境工程专业.

选择最佳的硝酸浓度（其它条件相同）.

由图 2 可知，硝酸氧化时，硝酸的浓度应不低于 17%；当硝酸的浓度大于 31% 时，五氧化二钒的产量增加不大，综合考虑经济效益，硝酸氧化时的适宜的硝酸浓度为 31% .

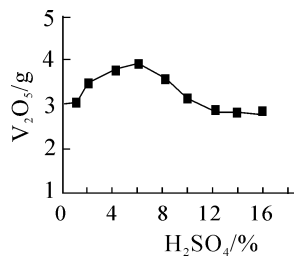


图 1 硫酸浓度对产量的影响

Fig. 1 Effect of H₂SO₄ concentration on V₂O₅ production

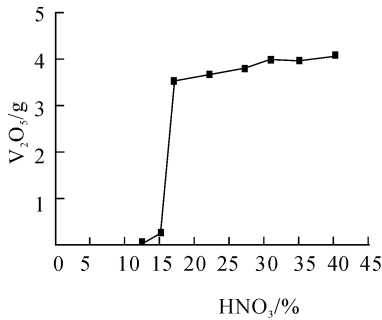


图 2 硝酸浓度对产量的影响

Fig. 2 Effect of HNO₃ concentration on V₂O₅ production

表 2 硝酸浓度对产量的影响

Table 2 Effect of HNO₃ concentration on V₂O₅ production

$w(\text{HNO}_3)/\%$	12	15	17	22	27	31	35	40
$m(\text{V}_2\text{O}_5)/\text{g}$	无	0.25	3.51	3.62	3.77	3.97	3.98	4.04

2.4 分析方法

根据文献 [2]，用硫酸亚铁铵容量法测定原料及产品中的钒的含量.

3 实验结果

根据上述实验得出的最佳实验条件，用 6 % 的硫酸浸取 100 g 废钒催化剂，然后加入适量的 Na₂SO₃，再加入氨水，调节溶液的 pH 值为 4.5 ~ 5.5，最后将生成的沉淀用 31% 的硝酸氧化，加热至沸腾，出现大量红色沉淀，经过滤烘干称量，得红色 V₂O₅ 沉淀 5.05 g，根据文献 [2]，用硫酸亚铁铵容量法测定此沉淀中 V₂O₅ 的含量为 3.97 g，即沉淀中 V₂O₅ 的纯度为 78.6%，废钒催化剂中 V₂O₅ 的回收率达到了 83.6% .

4 结 论

硫酸浸取钒时硫酸的适宜浓度为 6 %；氨水富集时控制 pH 值为 4.5 ~ 5.5；硝酸氧化时，硝酸的浓度应不低于 17%，适宜浓度为 31% .

本次实验得到的产品纯度只达到了 78.6%，如需进一步提高产品纯度，可采用碱溶 - 氯化铵沉淀 - 加热分解的方法对产品加以提纯，但是会增大其生产成本.

参考文献：

[1] 武汉大学，吉林大学. 无机化学（下册）[M]. 北京：高等教育出版社，1994. 945 - 946.
[2] GB 4698. 12 - 84，钛及钛合金化学分析方法. 硫酸亚铁铵容量法测定钒量 [S].

Experimental research on recovery of vanadium from waste vanadium catalyst

XIAO Yu

(Department of Resources and Environmental Engineering, Guilin Institute of Technology, Guilin 541004, China)

Abstract: Vanadium is recycled from waste vanadium catalyst by sulfuric acid leaching - ammonia water enrichment - nitric acid oxidation. It is studied about the influence of product output for concentration of sulfuric acid and nitric acid. Purity of V₂O₅ of the product is 78.6% and percent recovery of V₂O₅ is 83.6% in the best experinment condition when concentration of sulfuric acid is 6% and nitric acid is 31% .

Key words: waste vanadium catalyst; V₂O₅; recovery ; enrichment