用雷尼镍催化氢还原富钒液制备 V_2O_3

刘文博[1,2,3,4]，张一敏[1,2,3,4]，薛楠楠[1,2,3,4]，刘　红[1,2,3,4]，张刘洪[1,2,3,4]

(1. 武汉科技大学 资源与环境工程学院，湖北 武汉　430081；
2. 国家环境保护矿冶资源利用与污染控制重点实验室，湖北 武汉　430081；
3. 战略钒资源利用省部共建协同创新中心，湖北 武汉　430081；
4. 湖北省页岩钒资源高效清洁利用工程技术研究中心，湖北 武汉　430081)

摘要：为提高富钒液氢还原法制备 V_2O_3 反应速度，通过碱浸法选择性浸出镍铝合金中的铝制备了雷尼镍，并将其作为富钒液氢还原沉钒反应的催化剂，降低反应活化能。XRD、SEM 和 BET 表征结果显示，铝浸出后留下大量孔道和裂隙，使雷尼镍比表面积显著增大，为氢还原沉钒反应提供了丰富的反应位点。在雷尼镍用量 10 g/L、氢分压 3 MPa、反应温度 250 ℃、溶液 pH＝5 及反应时间 100 min 最佳条件下，沉钒率达 99.84%。雷尼镍具有良好的循环稳定性，磁选分离后循环利用 5 次，所得 V_2O_3 产品纯度稳定在 99.27%。雷尼镍催化氢还原反应活化能为 96.254 4 kJ/mol，氢还原过程主要受化学反应控制。雷尼镍催化剂具有良好的沉钒效果，易于磁选分离，稳定性高，采用其催化氢还原制备的 V_2O_3 产品纯度高，具有一定推广应用潜力。

关键词：雷尼镍；催化剂；氢还原法；钒；V_2O_3；制备；磁选分离；动力学

中图分类号：TF803.26；TF841.3　　**文献标识码**：A　　**文章编号**：1009-2617(2026)01-0104-09

DOI：10.13355/j.cnki.sfyj.2026.01.015

钒作为稀有金属，在钢铁工业、航空航天和钒液流电池等领域发挥着重要的作用[1-2]。其中，V_2O_3 作为钒的重要氧化物，是制备钒铁、氮化钒等钒合金材料的原料之一[3]。用 V_2O_3 替代 V_2O_5 作为生产钒铁和氮化钒的原料，可以减少还原剂用量，降低生产成本[4]。此外，V_2O_3 因具有独特的温度相变特性，在光学和电子开关器件和气体传感器等方面也有广泛应用[5-7]。

目前，制备 V_2O_3 的方法主要是焙烧还原法和富钒液氢还原法[8]。焙烧还原法通常以 NH_4VO_3、V_2O_5 等前驱体为原料，以 NH_3、H_2、碳粉等作为还原剂，在高温下焙烧制得 V_2O_3。但制备前驱体须经过富钒液铵盐沉钒，会排放大量氨氮废水，对环境造成污染。富钒液氢还原法直接以富钒液为原料，利用氢气还原性，将溶液中的钒氧阴离子直接还原沉淀为 V_2O_3[9]。但氢还原过程需要很高的活化能，因此须通过添加催化剂来降低反应活化能，以加快反应速度[10]。目前，氢还原富钒液制备 V_2O_3 的催化剂主要分为 $PdCl_2$ 和镍粉两类。其中，$PdCl_2$ 作为催化剂所得 V_2O_3 产品纯度高达 99.83%[11]，但 $PdCl_2$ 价格高昂，限制了其应用；镍粉作为催化剂所得 V_2O_3 产品纯度为 99.21%[12]，但镍粉比表面积有限，催化活性不高，催化剂用量较大，易影响产品纯度。因此，开发高活性的富钒液氢还原催化剂具有重要意义。

雷尼镍是一种多孔镍催化剂，由质量比 1∶1 的镍铝合金经过氢氧化钠溶液溶出铝制备而成[13-14]。该过程形成的三维多孔结构使其具有高比表面积，并能高效吸附和储存氢气[15]，在加氢反应中表现出优异的催化活性。雷尼镍在烯烃、芳香烃、腈、羰基化合物等不饱和化合物的加氢反应中催化活性优异，被广泛

收稿日期：2025-10-13；**修订日期**：2025-11-14

基金项目：科技部国家重点研发计划(2023YFC3903903-1)。

第一作者简介：刘文博(2001—)，男，硕士研究生，主要研究方向为液相氢还原沉钒。

通信作者简介：张一敏(1954—)，男，硕士，教授，主要研究方向为钒资源分离提取和钒基材料制造与工程化。E-mail：zym126135@126.com。

应用于有机合成及精细化工等领域[16-17]。但有关雷尼镍在氢还原沉钒中催化效果的研究尚未见报道。

试验研究了采用碱浸法制备雷尼镍催化剂，并用于富钒液氢还原沉钒制备 V_2O_3。考察了催化剂用量、氢分压、反应温度、溶液 pH 和反应时间对沉钒率的影响，分析了雷尼镍的磁选分离效果及重复催化性能。探讨了雷尼镍催化氢还原沉钒动力学，确定了反应活化能和沉钒反应控制步骤。

1　材料及方法

1.1　原料与试剂

原料：将含钒页岩经焙烧、酸浸后所得浸出液用 P204 萃取，再用硫酸反萃取，所得反萃液经氧化预处理得试验用富钒液[18]，其主要化学元素组成见表 1。

表 1　富钒液的主要化学元素组成

Table 1　Main chemical element composition of V-rich solution　　g/L

V	Na	P	Al	Fe	Si
37.964	0.708	0.363	6.581	0.278	0.232

试剂：镍铝合金（≤50 μm），辽宁众力催化剂有限公司；氢氧化钠、氯酸钠和聚乙二醇（PEG 200），均为分析纯，国药集团化学试剂有限公司；氢气（纯度 99.999%）、氮气（纯度 99.99%），武汉纽瑞德特种气体有限公司。

1.2　催化剂的制备

将 40 g NaOH 溶于装有 160 mL 去离子水的烧杯中。将烧杯置于冰水浴中，开启磁力搅拌，并将 20 g Ni-Al 合金逐渐加入碱液中，控制反应温度在 25 ℃以下。将反应混合物置于沸水浴中，开启搅拌，并加热 3 h，直至不再有气泡溢出。取出固体沉积物，用 2.5 mol/L NaOH 洗涤 5 次。最后用去离子水洗涤粉末数十次，直至溶液呈中性。将得到的雷尼镍催化剂置于去离子水中密封保存，备用。

1.3　分析方法

采用 X 射线衍射仪（XRD，D/MAX 2500PC 型，日本）测定镍铝合金、雷尼镍和沉钒产物的物相组成；采用 Brunauer-Emmett-Teller 法（BET，Micromeritics ASAP 2020 型，美国）确定镍铝合金和雷尼镍的比表面积和孔径；利用扫描电子显微镜（SEM，Quanta250FEG，美国）观察雷尼镍和沉钒产物的微观形貌；采用 ICP-OES（Optima 4300DV 型，美国）测定沉钒产物中元素含量。

1.4　试验方法

雷尼镍催化富钒液氢还原制备 V_2O_3 工艺流程如图 1 所示。首先，用氯酸钠将富钒液完全氧化，随后用 NaOH 溶液调节溶液 pH；之后将富钒液置于高压反应釜内，加入一定量雷尼镍作为催化剂，同时加入 0.1 mL 的 PEG 200 作为分散剂，通入 N_2 置换釜内空气；然后，向高压反应釜内通入一定分压的 H_2，升温至预设温度进行氢还原沉钒反应，反应一定时间后倒出沉钒浆体；再将沉钒浆体置于湿式高梯度磁选机内进行磁选分离，精矿浆体经固液分离、真空干燥后得再生雷尼镍，可进行循环利用；最后，尾矿浆体经固液分离、真空干燥后得 V_2O_3 产品。

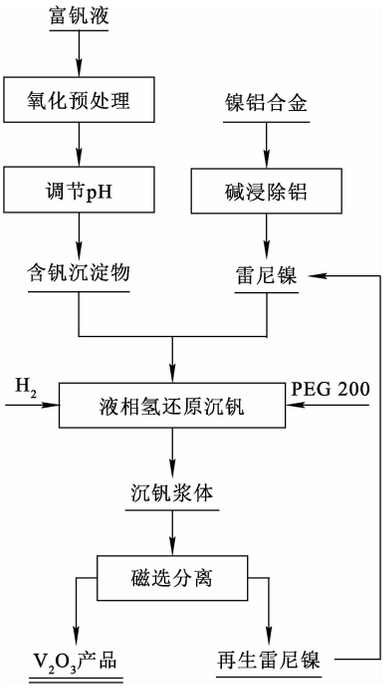


图 1　雷尼镍催化氢还原富钒液制备 V_2O_3 流程

Fig. 1　Preparation flowchart of V_2O_3 by hydrogen reduction of V-rich solution catalyzed by Raney Ni

通过硫酸亚铁铵滴定法（GB/TB8704.5—2007）计算沉钒母液中钒浓度和产品中钒含量。沉钒率 α 和钒损失率 β 按下式计算：

$$\alpha = \left(1 - \frac{\rho_2 V_2}{\rho_1 V_1}\right) \times 100\% \quad (1)$$

$$\beta = \left(1 - \frac{mw}{\rho_1 V_1}\right) \times 100\% \quad (2)$$

式中：ρ_1—富钒液中钒质量浓度，g/L；ρ_2—沉钒母液中钒质量浓度，g/L；V_1—富钒液体积，L；V_2—沉钒母液体积，L；w—磁选尾矿中钒质量分数，%；m—磁选尾矿质量，g。

2 试验结果与讨论

2.1 催化剂的表征

对镍铝合金和雷尼镍进行 XRD 检测，并与标准 PDF 卡片对比分析，结果如图 2 所示。可以看出：镍铝合金的 XRD 图谱出现了 $NiAl_3$ 和 Ni_2Al_3 的衍射峰，说明镍铝合金由金属间化合物 $NiAl_3$ 和 Ni_2Al_3 构成；雷尼镍的 XRD 图谱中，2θ 为 44.32° 和 51.48°处的峰值分别出现 Ni(111)和 Ni(200)晶面的特征峰[19]，表明镍铝合金经碱浸后，Al 被浸出，$NiAl_3$ 和 Ni_2Al_3 合金结构被破坏，留下金属 Ni 的骨架，该磁性组分赋予雷尼镍良好的回收性能。

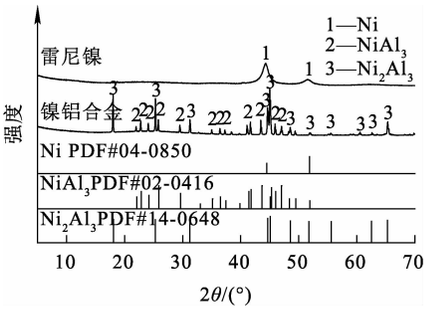


图 2 镍铝合金和雷尼镍的 XRD 图谱

Fig. 2 XRD patterns of Ni-Al alloy and Raney Ni

镍铝合金和雷尼镍进行氮气物理吸附-脱附测试结果如图 3 所示。由图 3(a)看出，镍铝合金的等温吸附-脱附曲线为Ⅲ型，氮气与镍铝合金相互作用极弱，表现出无孔材料的特征，其比表面积为 0.49 m^2/g；由图 3(b)看出，雷尼镍的等温吸附-脱附曲线为Ⅳ型，毛细管冷凝使曲线出现明显的回滞环，表现出介孔材料特征，孔径为 6.8 nm，比表面积为 17.71 m^2/g，雷尼镍的比表面积远高于镍铝合金。高比表面积的雷尼镍能提供大量活性位点，吸附氢气并促进其活化和解离，有利于沉钒反应的进行[20]。

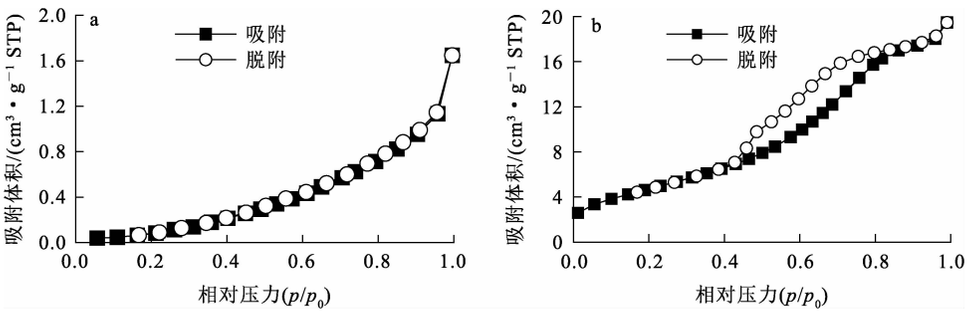


图 3 镍铝合金(a)和雷尼镍(b)的等温吸附-脱附曲线

Fig. 3 Isothermal adsorption-desorption curves of Ni-Al alloy (a) and Raney Ni (b)

对镍铝合金碱浸除铝后所得雷尼镍进行 SEM-EDS 分析，结果如图 4 所示。可以看出：碱浸除铝后所得雷尼镍表面呈海绵状多孔结构，表明镍铝合金的碱浸过程致使雷尼镍表面出现大量孔道和裂隙，这种表层结构会对应产生更多的活性位点；EDS 元素分析结果表明，雷尼镍主要成分为 Ni 元素，质量百分比高达 94.88%，Al 元素未被完全浸出，仍有1.54%残留，且均匀分布在雷尼镍表面，但有研究[21]表明这些残余的铝能增强雷尼镍机械强度，稳定多孔结构。

2.2 氢还原沉钒反应条件对氢还原沉钒率的影响

2.2.1 雷尼镍用量的影响

雷尼镍用量对产品纯度、氢还原成本和催化效果都有显著影响。在氢分压 4 MPa、反应温度 250 ℃、初始 pH=5、反应时间 2 h 条件下，考察雷尼镍用量对氢还原沉钒率的影响，结果如图 5 所示。可以看出：雷尼镍用量为 2 g/L 时，沉钒率仅为 84.58%，这是因为雷尼镍用量较低时，其表面的活性位点数量不足，导致钒沉淀率较低；随雷尼镍用量增加，沉钒率升高，当雷尼镍用量增至 10 g/L

时，沉钒率升至 99.84%，基本沉淀完全。因此，确定最佳雷尼镍用量为 10 g/L。

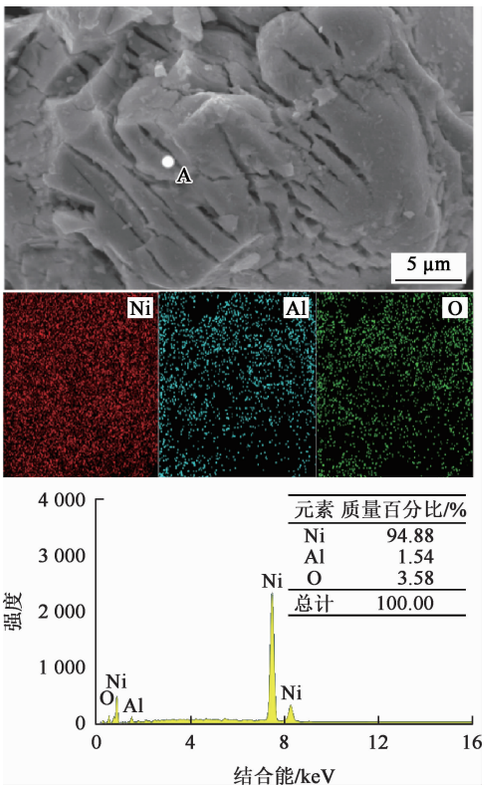


图 4　雷尼镍的 SEM-EDS 分析结果

Fig. 4　SEM-EDS analysis results of Raney Ni

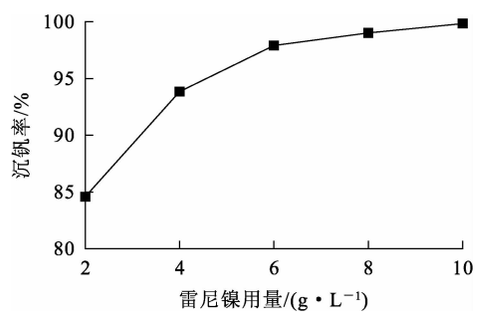


图 5　雷尼镍用量对沉钒率的影响

Fig. 5　Effect of Raney Ni dosage on precipitation rate of V

2.2.2　氢分压的影响

氢分压会影响氢气在溶液中的溶解度，进而影响参与反应的氢气量。在雷尼镍用量 10 g/L、温度 250 ℃、初始 pH=5、反应时间 2 h 条件下，考察氢分压对氢还原沉钒率的影响，结果如图 6 所示。可以看出：氢分压从 0 MPa 增至 3 MPa 时，沉钒率从71.42%增至99.73%。这是由于增加氢分压可使氢浓度升高，增大氢气被雷尼镍吸附并解离成高反应活性氢原子的概率，从而促进氢还原沉钒反应的进行；进一步增加氢分压，沉钒率变化不大，这是因为氢气提供的还原气氛达到饱和所致。因此，确定最佳氢分压为 3 MPa。

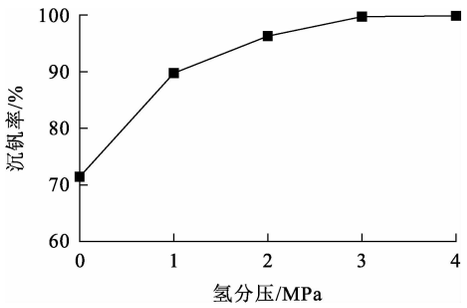


图 6　氢分压对沉钒率的影响

Fig. 6　Effect of hydrogen partial pressure on precipitation rate of V

2.2.3　温度的影响

温度对富钒液氢还原反应速率快慢有一定影响，是至关重要的影响因素之一。在雷尼镍用量 10 g/L、氢分压 3 MPa、初始 pH=5、反应时间 2 h 条件下，考察温度对氢还原沉钒率的影响，结果如图 7 所示。

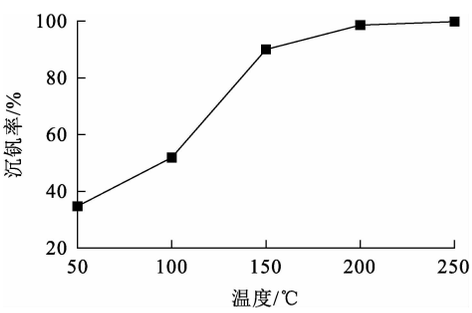


图 7　温度对沉钒率的影响

Fig. 7　Effect of temperature on precipitation rate of V

由图 7 看出，温度为 50 ℃时，沉钒率仅为 34.74%；随温度升高，沉钒率逐渐升高，这是因为升温可促进氢气反应活性提高，有利于反应进行；温度升至 200 ℃时后，沉钒率提升缓慢，250 ℃时的沉钒率达 99.65%。为提高沉钒率、避免钒损失，确定最佳温度为 250 ℃。

2.2.4　初始 pH 的影响

pH 能改变溶液中钒离子存在形态，会直接影响沉钒率和最终产物形态。在雷尼镍用量 10 g/L、氢分压 3 MPa、温度 250 ℃、反应时间2 h

条件下，考察富钒液初始 pH 对氢还原沉钒率的影响，结果如图 8 所示。

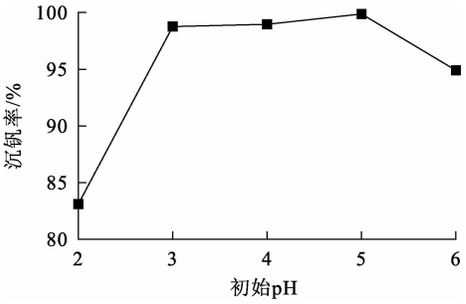


图 8 初始 pH 对沉钒率的影响

Fig. 8 Effect of initial pH on precipitation rate of V

由图 8 看出，沉钒率随 pH 升高先快速升高后趋于平稳，并在 pH 升至 5 时达 99.84%；pH 继续升至 6 时，沉钒率降至 94.9%，这可能是因为 pH 升高导致钒酸根离子形态发生改变，不利于沉钒反应的进行。因此，确定调节富钒液初始 pH 以 5 为宜。

2.2.5 反应时间的影响

在雷尼镍用量 10 g/L、氢分压 3 MPa、温度 250 ℃、初始 pH＝5 条件下，考察反应时间对氢还原沉钒率的影响，结果如图 9 所示。

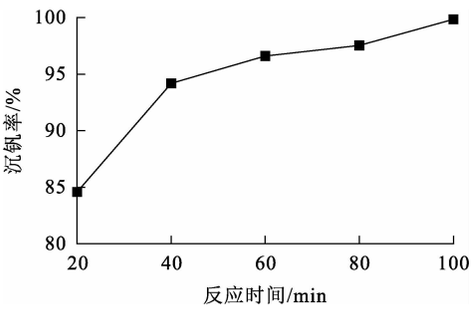


图 9 反应时间对沉钒率的影响

Fig. 9 Effect of reaction time on precipitation rate of V

由图 9 看出：沉钒率随反应时间延长而升高，反应 100 min 时，沉钒率达 99.84%。这是因为反应开始时，雷尼镍表面有大量氢气活化位点，富钒液中钒浓度较高，反应驱动力大，促使沉钒反应加速进行；但随反应时间延长，溶液中钒浓度降低，传质动力减小，其提升幅度已微乎其微，溶液中的钒几乎完全沉淀。因此，确定最佳反应时间为 100 min。

2.3 磁选分离与循环利用

2.3.1 磁选分离

在雷尼镍用量 10 g/L、氢分压 3 MPa、温度 250 ℃、初始 pH＝5、反应时间 100 min 最佳条件下沉淀钒，沉钒产物的 SEM-EDS 分析结果如图10(a)所示。可以看出：沉钒产物中 Ni 的质量百分比为 56.48%，表明添加雷尼镍对 V_2O_3 产品纯度会产生不利影响。为提高 V_2O_3 纯度，在磁场电流强度 2.0 A、磁介质丝直径 1.5 mm、磁选时间 15 s、固液质量体积比 15 g/1 L、冲洗次数 3 次、磁选尾矿扫选 3 次条件下进行高梯度磁选分离处理，并对磁选尾矿、磁选精矿进行 SEM-EDS 分析，结果如图 10(b)、(c)所示。可以看出：磁选尾矿呈立方菱形晶状结构，符合 V_2O_3 晶体特征[22]；EDS 分析无法测定 Ni 质量百分比，表明雷尼镍与磁选尾矿分离完全，V_2O_3 产品纯度较高。由图 10(c)可知：磁选精矿呈海绵状纳米多孔结构，说明经催化磁选后的雷尼镍疏松多孔结构并未被破坏，仍具有一定的催化活性；但精矿中 V 质量百分比为 13.73%，这是由于钒镍包裹互相夹杂造成部分钒难以通过磁选分离，为避免这部分钒损失，将带有钒的雷尼镍进行催化循环试验，同时考察雷尼镍循环稳定性。

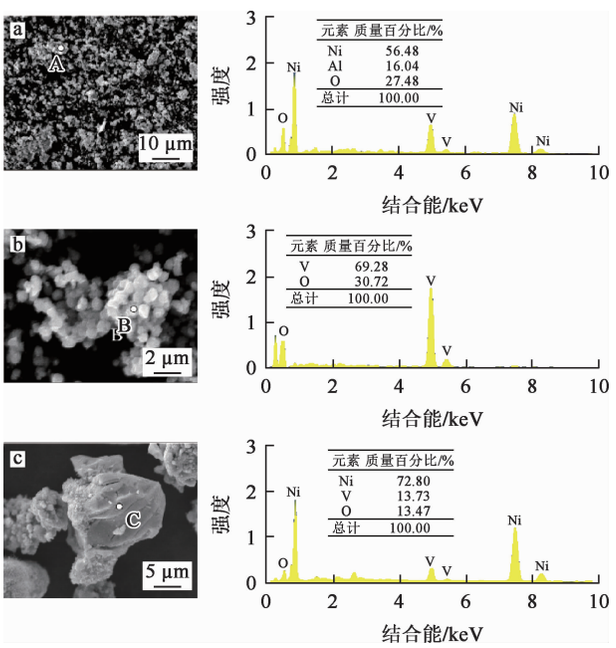


图 10 沉钒产物(a)、磁选尾矿(b)和磁选精矿(c)的 SEM-EDS 分析结果

Fig. 10 SEM-EDS analysis results of vanadium precipitation product (a), magnetic separation tailings (b), and magnetic separation concentrate (c)

2.3.2　雷尼镍的循环稳定性测试

为考察雷尼镍在氢还原反应中的稳定性，同时避免夹杂造成钒损失，在上述最佳沉钒条件下，对磁选后所得雷尼镍进行 5 次循环氢还原试验，结果见表 2。

表 2　雷尼镍的循环稳定性测试结果

Table 2　Test results of cycling stability performance of Raney Ni

循环次数	沉钒率/%	磁选尾矿中钒质量分数/%	钒损失率/%
0	99.84	67.39	15.11
1	99.66	67.37	6.16
2	99.69	67.45	2.94
3	99.37	67.38	1.55
4	99.29	67.40	1.52
5	99.23	67.48	1.47

由表 2 看出：雷尼镍循环使用 2 次后，沉钒率仍保持在 99.6%以上，磁选尾矿中钒质量分数大于67.3%，钒损失率从最初的15.11%降至2.94%，其中钒损失率下降主要是雷尼镍表面附着的 V_2O_3 晶体经磁选后大部分进入磁选尾矿中所致；雷尼镍循环使用 5 次后，沉钒率仍保持在99.23%，磁选尾矿中钒质量分数基本保持稳定，钒损失率变化不是很大，说明雷尼镍在氢还原沉钒反应中具有良好的循环稳定性。

2.4　沉钒产物的表征

对磁选后的沉钒产物进行 XRD 分析，结果如图 11 所示。可以看出：磁选后的沉钒产物的图谱与 V_2O_3 的标准卡片 PDF＃97-1870 基本吻合，几乎无杂峰，说明雷尼镍催化富钒液氢还原的沉钒经过磁选后可获得纯度较高的 V_2O_3 产品。在雷尼镍第 5 次循环使用后，对获得的沉钒产物进行元素含量分析，结果见表 3。可以看出：钒质量分数为67.48%(纯度99.27%)，其他杂质元素质量分数均保持在较低水平，符合《三氧化二钒》国家标准(GB/T 40301—2021)中 V_2O_3 66 级的产品要求。

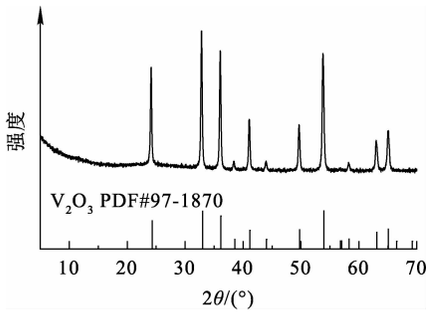


图 11　沉钒产物的 XRD 图谱

Fig. 11　XRD pattern of vanadium deposition product

表 3　沉钒产物的主要元素分析

Table 3　Analysis of main elements of vanadium precipitation product　　%

项目	V	K_2O+Na_2O	C	P	S
雷尼镍催化产品	67.48	0.66	—	0.01	0.04
国标(V_2O_3 66 级)	≥66	≤1.50	≤0.10	≤0.05	≤0.06

2.5　氢还原沉钒动力学分析

为分析雷尼镍催化下氢还原沉钒的反应速率，研究了沉钒动力学。在雷尼镍用量10 g/L、氢分压 3 MPa、富钒液初始 pH＝5 条件下，考察不同温度下氢还原沉钒后溶液中的钒质量浓度随反应时间的变化，结果如图 12 所示。

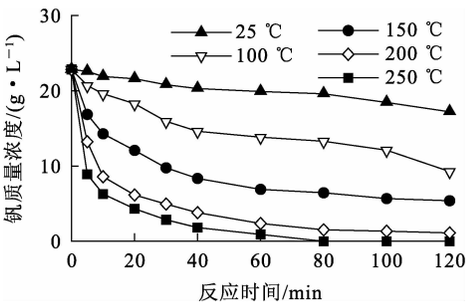


图 12　不同温度下钒质量浓度随反应时间的变化关系

Fig. 12　Relationship between vanadium mass concentration and reaction time at different temperatures

由图 12 看出：升高反应温度有利于反应进行，提升钒沉淀率；温度为 25 ℃时，随反应时间延长，溶液中钒质量浓度缓慢降低，表明该温度下基本不发生沉淀反应；相同反应时间下，温度越高，溶液中钒质量浓度越低，这是因为随反应温度升高，氢气变得活泼，更易被雷尼镍吸附活化，从而促进钒沉淀并还原为 V_2O_3。以钒质量浓度对反应时间进行微分求导，得到在该时间段的反应速率。反应速率的对数与钒质量浓度的对数呈线性关系[23]：

$$\ln r_i = \ln k + n\ln[V] \tag{3}$$

式中：r_i—反应速率，g/(L·min)；k—反应速率常数；n—反应级数；$[V]$—溶液中钒质量浓度，g/L。

根据 Arrhenius 方程，反应速率常数的对数和温度的倒数呈线性关系：

$$\ln k = -\frac{E_a}{RT} + A \tag{4}$$

式中：E_a—反应活化能，kJ/mol；R—摩尔气体常

数，8.314 J/(mol·K)；T—热力学温度，K；A—指前因子。

雷尼镍催化氢还原沉钒的 Arrhenius 方程拟合结果如图 13 所示。可以看出，拟合线相关系数 R^2 为 0.966 7。根据方程(4)计算得出雷尼镍催化氢还原沉钒的反应活化能为 96.254 4 kJ/mol，大于 42 kJ/mol[24]，说明化学反应是主要控制步骤，反应体系能量主要用于氢气活化过程和钒还原过程。该过程主要表现为 H_2 在雷尼镍表面解离为活化氢，然后活化氢攻击溶液中的钒氧阴离子，并逐步沉淀还原为 V_2O_3。

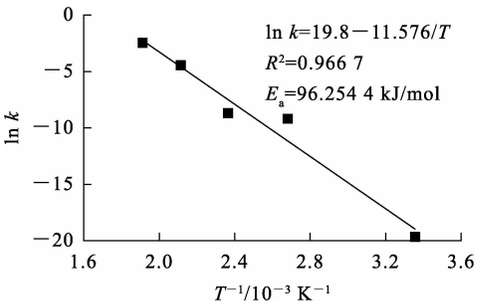


图 13 氢还原沉钒的 Arrhenius 方程拟合曲线

Fig. 13 Arrhenius equation fitting curve of hydrogen-reduced for vanadium precipitation

3 结论

富钒液氢还原法制备 V_2O_3 工艺与传统焙烧还原法相比，具有流程短、能耗低、无氨氮污染的优点，但反应速度较低。为降低反应活化能，采用碱浸法制备雷尼镍催化剂，并将其用于催化富钒液氢还原沉钒制备 V_2O_3，研究结论如下：

1)通过 XRD、SEM-EDS 和 BET 分析发现，镍铝合金中的铝碱浸时所形成的雷尼镍表面具有大量孔道和裂隙，这些孔道和裂隙能大大增加雷尼镍比表面积，从而使更多的镍原子暴露，为氢气的吸附与活化提供大量活性位点。

2)雷尼镍催化富钒液氢还原沉钒的最佳工艺条件为：雷尼镍用量 10 g/L、氢分压 3 MPa、反应温度 250 ℃、富钒液初始 pH＝5、反应时间 100 min，在该条件下，沉钒率达 99.84%；雷尼镍可通过磁选分离循环利用，重复使用 5 次后仍具有良好的催化稳定性，沉钒率始终维持在 99.2%以上，钒损失率从 15.11%降至 1.47%，最终 V_2O_3 产品纯度为 99.27%。

3)雷尼镍催化氢还原沉钒动力学分析结果表明，反应表观活化能为 96.254 4 kJ/mol，主要受化学反应控制，反应体系的能量主要用于氢气活化过程和钒还原过程，温度对氢还原沉钒速率的影响很大。

参考文献：

[1] ZHANG Y M, BO W B, ZHENG Q S, et al. A review of processing and utilization technology for vanadium shale resources[J]. Separation and Purification Technology, 2025, 379. DOI: 10.1016/J.SEPPUR.2025.135185.

[2] 陈东辉. 钒产业 2023 年年度评价[J]. 河北冶金，2024(12)：37-51.
CHEN Denghui. Vanadium industry 2023 annual evaluation [J]. Hebei Metallurgy, 2024(12): 37-51.

[3] XU R, WU Y, ZHANG G H. Preparation of high purity vanadium nitride by magnesiothermic reduction of V_2O_3 followed by nitriding in N_2 atmosphere[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2019, 29(8): 1776-1783.

[4] 董银龙，张阳，温晓立，等. 三氧化二钒制备钒氮合金的工艺研究[J]. 湖南有色金属，2019，35(6)：51-53.
DONG Yinlong, ZHANG Yang, WEN Xiaoli, et al. Study on technological process of VN alloy prepared by V_2O_3[J]. Hunan Nonferrous Metals, 2019, 35(6): 51-53.

[5] 师启华，尹丹凤，王宁，等. 氢气还原制备三氧化二钒试验研究[J]. 钢铁钒钛，2021，42(2)：23-27.
SHI Qihua, YIN Danfeng, WANG Ning, et al. Study on preparation of vanadium trioxide by hydrogen reduction[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2021, 42(2): 23-27.

[6] SCHNEIDER K. Optical properties and electronic structure of V_2O_5, V_2O_3 and VO_2[J]. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 2020, 31: 10478-10488.

[7] LI Q, XUE Y, QIAN Y. V_2O_3 ultrathin nanosheets: controlled synthesis and electrical properties[J]. Materials Letters, 2014, 130. DOI: 10.1016/j.matlet.2014.05.132.

[8] AGRAWAL A, KUMAR V, PANDEY B, et al. A comprehensive review on the hydro metallurgical process for the production of nickel and copper powders by hydrogen reduction[J]. Materials Research Bulletin, 2005, 41(4): 879-892.

[9] 朱安宇，沈裕军，彭俊，等. 高压氢还原法绿色低碳制备金属粉末研究进展[J]. 稀有金属与硬质合金，2023，51(3)：37-42.
ZHU Anyu, SHEN Yujun, PENG Jun, et al. Research progress in green and low-carbon preparation of metal powders by high-pressure hydrogen reduction[J]. Rare Metals and Cemented Carbides, 2023, 51(3): 37-42.

[10] ZHANG G B, ZHANG Y M, BAO S X. A novel eco-friendly vanadium precipitation method by hydrothermal hydrogen reduction technology[J]. Minerals, 2017, 7(10). DOI: 10.3390/min7100182.

[11] ZHANG G B, ZHANG Y M, BAO S X. The effects of sodium ions, phosphorus, and silicon on the eco-friendly

process of vanadium precipitation by hydrothermal hydrogen reduction [J]. Minerals, 2018, 8(7). DOI: 10.3390/min8070294.

[12] 胡艺博，张一敏，薛楠楠，等. 液相氢还原沉钒制备 V_2O_3 及其动力学研究[J]. 中国有色冶金，2023，52(5)：42-50.
HU Yibo, ZHANG Yimin, XUE Nannan, et al. Research of V_2O_3 preparation via solution-phase hydrogen reduction and its kinetic study[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2023, 52(5): 42-50.

[13] LE Y, YAO G, ZHONG H, et al. Rapid catalytic reduction of $NaHCO_3$ into formic acid and methane with hydrazine over Raney Ni catalyst[J]. Catalysis Today, 2017, 298: 124-129.

[14] XIN F, XU M, HUAI X, et al. Characteristic and kinetic of liquid-phase isopropanol dehydrogenation over Raney nickel catalysts for chemical heat pump[J]. Applied Thermal Engineering, 2014, 70(1): 580-585.

[15] 樊星亮，张海涛，秦树春，等. 高效雷尼镍催化 1，4-丁炔二醇加氢制备 1，4-丁二醇[J]. 精细化工，2024，41(2)：401-408.
FAN Xingliang, ZHANG Haitao, QIN Shuchun, et al. High efficient catalysis for hydrogenation of 1, 4-butynediol to 1, 4-butanediol via Raney nickel[J]. Fine Chemicals, 2024, 41(2): 401-408.

[16] 张欢茜，何芳，毛波，等. 无机铁盐改性雷尼镍催化 1，4-丁烯二醇加氢研究[J]. 分子催化，2025，39(3)：243-251.
ZHANG Huanxi, HE Fang, MAO Bo, et al. Inorganic iron salt-modified Raney ni catalyzed hydrogenation of 1, 4-butenediol[J]. Journal of Molecular Catalysis, 2025, 39(3): 243-251.

[17] 邹瑜，杨玲英. 骨架镍高效催化间苯二酚加氢制 1，3-环己二醇的研究[J]. 精细石油化工，2021，38(5)：24-29.
ZOU Yu, YANG Lingying. Invertigation on hydrogenation of resorcinol to 1, 3-cyclohexanediol over skeleton nickel catalyst[J]. Speciality Petrochemicals, 2021, 38(5): 24-29.

[18] HU Y B, HU B C, ZHANG Y M, et al. An eco-friendly vanadium precipitation method through solution-phase hydrogen reduction with nickel catalysis[J]. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, 2022, 134. DOI: 10.1016/j.jtice.2022.104334.

[19] WANG W, WANG K, XU L, et al. Raney nickel coupled nascent hydrogen as a novel strategy for enhanced reduction of nitrate and nitrite[J]. Chemosphere, 2021, 263. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2020.128187.

[20] HAI Y L, XU T G, TONG L, et al. Promoted Raney Ni catalyzed hydrodefluorination of fluorophenols under mild conditions via controlling solvents and bases[J]. Chemical Engineering Journal, 2023, 475. DOI: 10.1016/j.cej.2023.146231.

[21] YOSHINO T, ABE T, ABE S, et al. Surface characteristic and activity of plate-type Raney nickel[J]. Journal of Catalysis, 1989, 118: 436-442.

[22] HU Y B, HU B C, ZHANG Y M, et al. Short flow and eco-friendly process for V_2O_3 preparation via hydrogen-catalyzed solution-phase method[J]. Separation and Purification Technology, 2023, 307. DOI: 10.1016/j.seppur.2022.122676.

[23] SONG K, SU H, LIU M, et al. A novel ammonium-free vanadium precipitation process for the integrated actions of ascorbic acid reduction and enhanced hydrolysis under hydrothermal influence [J]. Journal of Environmental Chemical Engineering, 2024, 12(2). DOI: 10.1016/j.jece.2023.111842.

[24] WANG J, ZHANG Y M, HUANG J, et al. Kinetic and mechanism study of vanadium acid leaching from black shale using microwave heating method[J]. JOM, 2018, 70(6): 1031-1036.

Preparation of V_2O_3 by Hydrogen Reduction of V-rich Solution Catalyzed by Raney Ni

LIU Wenbo[1,2,3,4], ZHANG Yimin[1,2,3,4], XUE Nannan[1,2,3,4], LIU Hong[1,2,3,4], ZHANG Liuhong[1,2,3,4]

(1. *School of Resources and Environmental Engineering, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan* 430081, *China*;
2. *State Environmental Protection Key Laboratory of Mineral Metallurgical Resources Utilization and Pollution Control, Wuhan* 430081, *China*;
3. *Collaborative Innovation Center of Strategic Vanadium Resources Utilization, Wuhan* 430081, *China*;
4. *Hubei Provincial Engineering Technology Research Center of High Efficient Cleaning Utilization for Shale Vanadium Resource, Wuhan* 430081, *China*)

Abstract: To enhance the reaction rate of V_2O_3 preparation by hydrogen reduction from V-rich solution, Raney Ni was synthesized by selectively leaching aluminum from a Ni-Al alloy using an alkaline leaching method. This Raney Ni was employed as a catalyst to reduce the activation energy for

the hydrogen reduction vanadium precipitation reaction. Characterization results from XRD, SEM, and BET indicate that the leaching of aluminum creates numerous pores and fissures, significantly increasing the specific surface area of the Raney Ni and providing abundant active sites for the hydrogen reduction vanadium precipitation reaction. Under the optimal conditions of Raney Ni dosage of 10 g/L, hydrogen partial pressure of 3 MPa, reaction temperature of 250 ℃, solution pH of 5, and reaction time of 100 min, the vanadium precipitation rate reaches 99.84%. The Raney Ni demonstrates excellent cycling stability, after magnetic separation and five reuse cycles, the purity of the obtained V_2O_3 product remains stable at 99.27%. The apparent activation energy for the Raney Ni-catalyzed hydrogen reduction reaction is determined to be 96.254 4 kJ/mol, indicating that the hydrogen reduction process is primarily controlled by chemical reaction. Raney Ni catalyst exhibits effective vanadium precipitation performance, ease of magnetic separation, and high stability. The V_2O_3 product prepared by catalyzed hydrogen reduction with it have high purity, and certain potential for promotion and application.

Key words: Raney Ni; catalyst; hydrogen reduction; vanadium; V_2O_3; preparation; magnetic separation; kinetics

欢迎订阅 2026 年《湿法冶金》

《湿法冶金》(双月刊)创刊于 1982 年,全国中文核心期刊,由中国核工业集团有限公司主管、核工业北京化工冶金研究院主办,主要内容涉及有色金属、稀有金属、稀散金属、稀土金属、贵金属的选矿及湿法冶金工艺,相关材料(萃取剂、离子交换树脂、吸附剂、絮凝剂等)的合成工艺,冶金过程自动控制系统,设备及仪器仪表的研发技术,分析测试方法,三废治理、二次资源综合回收流程,是一本湿法冶金技术综合性刊物,可供相关科研、设计、生产人员及高校师生参阅。

《湿法冶金》国内统一连续出版物号 CN 11-3012/TF,国际标准连续出版物号 ISSN 1009-2617,广告发布登记为京通市监广登字 20190002 号,由《湿法冶金》编辑部编辑出版。2026 年定价15.00 元/期,全年 90.00 元,全国各地邮局均可订阅,邮发代号 80-181。编辑部常年办理订刊业务。

通信地址:北京市通州区九棵树 145 号《湿法冶金》编辑部
邮政编码:101149
开户银行:工行北京九棵树支行
开 户 名:核工业北京化工冶金研究院
账 号:0200 0498 0900 8800 221(汇款备注:《湿法冶金》订刊费)
联系电话:010-51674124,51675321
电子邮箱:shifayejin@cnmstc.com
投稿网址:https://sfyj.cbpt.cnki.net
广告联系:13911227093(陈先生)