

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C01G 31/02 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200610046484.9

[43] 公开日 2006年10月11日

[11] 公开号 CN 1843938A

[22] 申请日 2006.4.30

[21] 申请号 200610046484.9

[71] 申请人 宿素满

地址 111003 辽宁省辽阳市宏伟区曙光镇大
打白村辽阳市宏伟区永盛化工厂刘英
礼转

[72] 发明人 宿素满 韩忠民

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称

一种五氧化二钒的生产方法

[57] 摘要

本发明涉及一种五氧化二钒的生产方法，主要是为解决目前我国市场上没有精制活性五氧化二钒和高纯五氧化二钒的问题而研究的。本发明以钒酸铵、工业级五氧化二钒或生产硫酸时排出的废触媒为原料，在反应罐中先后用氢氧化铵、硫酸、氯化铵进行处理及水洗，制成精制活性五氧化二钒。在此基础上用氢氧化铵、氢氧化钙、偏铝酸钠、硅酸钠、硫酸、氯化铵除杂质，再经水洗、烘干、670℃灼烧，得到高纯五氧化二钒。本发明的优点是利用现有原料生产我国工业生产急需的化工原料，为国家节约大量外汇。

1、一种五氧化二钒的生产方法，以钒酸铵、工业级五氧化二钒或废触媒为原料，其特征是首先将纯净水放入反应罐中加热至 90℃ 左右，放入原料，原料与水的重量比约为 1:13，在进行搅拌的同时缓缓加入氢氧化铵溶液，原料完全溶解后 PH 值达到 7—8，过滤除杂质，将滤液放入另一反应罐，加热至 90℃，边搅拌边加入浓度为 1:1-2 的试剂硫酸，加入过程控制在 8—12 分钟，使 PH 值达到 2—3，整个过程温度保持在 90℃ 左右，反应时间为 30—40 分钟，溶液 PH 值降至 6—7，反应完全后进行离心过滤，得到的干物质放入反应罐中，加入 13 倍重量的纯净水，加热至 90℃ 左右，边搅拌边加入水重量的 2-3% 的氯化铵，反应时间为 10—15 分钟，离心过滤后，再放入反应罐中，加入 60℃ 左右的纯净水进行搅拌水洗，再离心过滤即得到了含钒干基 50—54%，在硝酸中全溶解的，灼烧后五氧化二钒含量 $\geq 99\%$ 的精制活性五氧化二钒。

2、如权利要求 1 所述的五氧化二钒的生产方法，其特征是将上述精制活性五氧化二钒放入反应罐中，加入约 13 倍重量的纯净水，加热到 90℃，边搅拌边加入试剂级氢氧化铵水溶液，罐中溶液 PH 值达到 8—9，再加入试剂级氢氧化钙，边搅拌边加入，PH 值至 9—10；再视原料中铝等杂质含量适当加入偏铝酸钠、硅酸钠搅拌，用试剂级硫酸调 PH 值至 7—8 后进行离心过滤，将过滤液放入反应罐中，加热到 90℃，边搅拌边加入浓度为 1:1-2 的试剂级硫酸，持续 10—12 分钟加完，PH 值达到 2—3，保温反应时间为 30—40 分钟，PH 值降至 6—7，至反应完全后进行离心过滤，所得干料放入反应罐中，再向罐中加入适量 5% 试剂级氯化铵溶液搅拌，离心过滤，将干料放入反应罐中水洗，洗后烘干灼烧，灼烧温度为 670℃ 左右，得到纯度 $\geq 99.5\%$ 的高纯五氧化二钒。

一种五氧化二钒的生产方法

[技术领域]

本发明涉及一种生产含钒干基 50—54%，在硝酸中全溶解的精制活性五氧化二钒和生产纯度 $\geq 99.5\%$ 的五氧化二钒的生产方法。

[背景技术]

目前国内市场上出售的五氧化二钒含钒干基都在 50%以下，在硝酸中不能全溶解，更没有纯度 $\geq 99.5\%$ 的高纯五氧化二钒。而目前我国化工生产所急需的上述产品只能花费大量外汇从国外进口。

[发明内容]

本发明的目的是提供一种五氧化二钒的生产方法，能生产出含钒干基 50—54%，在硝酸中能全溶解的精制活性五氧化二钒，并在此基础上进一步生产出纯度 $\geq 99.5\%$ 的高纯五氧化二钒。

本发明的目的是这样实现的：以钒酸铵、工业级五氧化二钒或生产硫酸时排出的废触媒为原料，首先将纯净水放入反应罐中加热至 90℃左右，放入原料，原料与水的重量比约为 1:13，在进行搅拌的同时缓缓加入氢氧化铵溶液，原料完全溶解后 PH 值达到 7—8，过滤除杂质，将滤液放入另一反应罐，加热至 90℃，边搅拌边加入浓度为 1:1-2 的试剂硫酸，加入过程控制在 8—12 分钟，使 PH 值达到 2—3，整个过程温度保持在 90℃左右，反应时间为 30—40 分钟，溶液 PH 值降至 6—7，反应完全后进行离心过滤，得到的干物质放入反应罐中，加入 13 倍纯净水，加热至 90℃左右，边搅拌边加入水重量的 2—3%的氯化铵，反应时间为 10—15 分钟，离心过滤除去钾、钠杂质，再放入反应罐中，加入 60℃左右的纯净水进行搅拌水洗，离心过滤即得到了含钒干基 50—54%，在硝酸中全溶解的，灼烧后五氧化二钒含量 $\geq 99\%$ 的精制活性五氧化二钒。

将上述精制活性五氧化二钒放入反应罐中，加入约 13 倍重量的纯净水，加热到 90℃，边搅拌边加入试剂级氢氧化铵水溶液，罐中溶液 PH 值达到 8—9，二价铁变三价铁沉淀，再加入试剂级氢氧化钙，边搅拌边加入，PH 值至 9—10，除去磷、硅；再视原料中铝等杂质含

量适当加入偏铝酸钠、硅酸钠搅拌，用试剂级硫酸调 PH 值至 7—8 后进行离心过滤，将过滤液放入反应罐中，加热到 90℃，边搅拌边加入浓度为 1:1-2 的试剂级硫酸，持续 10—12 分钟加完，PH 值达到 2—3，保温反应时间为 30—40 分钟，PH 值降至 6—7，经检查，如沉淀反应不完全，则继续加沉淀剂浓度为 1:1-2 的试剂级硫酸保温沉淀，至反应完全后进行离心过滤，所得干料放入反应罐中，再向罐中加入适量 5%试剂级氯化铵溶液搅拌，将钾、钠等杂质溶解，离心过滤，将干料放入反应罐中水洗，洗后烘干灼烧，灼烧温度为 670℃左右，得到纯度 $\geq 99.5\%$ 的高纯五氧化二钒。

本发明的优点是利用现有原料能生产出含钒干基 50—54%，在硝酸中能全溶解的，灼烧后五氧化二钒含量达 99%的精制活性五氧化二钒及纯度 $\geq 99.5\%$ 的高纯五氧化二钒，替代进口，满足国内化工生产的需要。

[具体实施方式]

以钒酸铵、工业级五氧化二钒或生产硫酸时排出的废触媒为原料，首先将纯净水放入反应罐中加热至 90℃左右，放入原料，原料与水的重量比约为 1:13，在进行搅拌的同时缓缓加入氢氧化铵溶液，原料完全溶解后 PH 值达到 7—8，过滤除杂质，将滤液放入另一反应罐，加热至 90℃，边搅拌边加入浓度为 1:1-2 的试剂硫酸，加入过程控制在 8—12 分钟，使 PH 值达到 2—3，整个过程温度保持在 90℃左右，反应时间为 30—40 分钟，溶液 PH 值降至 6—7，检查氧化沉淀反应是否完全，方法是取出罐中原液放到玻璃杯中静置，待其澄清后，取澄清液，向澄清液中滴 2—3 滴沉淀剂（硫酸），如滴落处无浑浊现象，说明反应完全，如反应不完全，则继续加入浓度为 1:1-2 的试剂硫酸，至反应完全为止，反应完全后进行离心过滤，得到的干物质放入反应罐中，加入 13 倍重量的纯净水，加热至 90℃左右，边搅拌边加入水重量的 2—3%的氯化铵，反应时间为 10—15 分钟，离心过滤除去钾、钠杂质，再放入反应罐中，加入 60℃左右的纯净水进行搅拌水洗，离心过滤即得到了含钒干基 50—54%，在硝酸中全溶解的，灼烧后五氧化二钒含量 $\geq 99\%$ 的精制活性五氧化二钒。

将上述精制活性五氧化二钒放入反应罐中，加入约 13 倍重量的纯净水，加热到 90℃，边搅拌边加入试剂级氢氧化铵水溶液，罐中溶液 PH 值达到 8—9，二价铁变三价铁沉淀，再加入试剂级氢氧化钙，边搅拌边加入，PH 值至 9—10，除去磷、硅；再视原料中铝等杂质含量适当加入偏铝酸钠、硅酸钠搅拌，用试剂级硫酸调 PH 值至 7—8 后进行离心过滤，将过滤液放入反应罐中，加热到 90℃，边搅拌边加入浓度为 1:1-2 的试剂级硫酸，持续 10—12 分钟加完，PH 值达到 2—3，保温反应时间为 30—40 分钟，PH 值降至 6—7，经检查，如沉淀反应不完全，则继续加沉淀剂浓度为 1:1-2 的试剂级硫酸保温沉淀，至反应完全后进行离心过滤，所得干料放入反应罐中，再向罐中加入适量 5%试剂级氯化铵溶液搅拌，将钾、钠等杂质溶解，离心过滤，将干料放入反应罐中水洗，水洗方法是向罐中加入 60℃左右的纯净水，搅拌后过滤，洗后烘干灼烧，灼烧温度为 670℃左右，得到纯度≥99.5%的高纯五氧化二钒。