



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103121716 B

(45) 授权公告日 2014. 10. 01

(21) 申请号 201110369148. 9

CN 102121068 A, 2011. 07. 13, 全文.

(22) 申请日 2011. 11. 18

浙江省煤炭工业局编. 煤炭工业出版社. 《石煤的综合利用》. 1981, (第 1 版), 第 163-173、175 页.

(73) 专利权人 攀钢集团研究院有限公司

地址 611731 四川省成都市高新区(西区)  
天朗路 1 号

专利权人 攀钢集团有限公司

攀钢集团攀枝花钢钒有限公司

王新文等. “从废钒催化剂中回收精制五氧化二钒的试验研究”. 《硫酸工业》. 1998, (第 2 期), 第 47-51 页.

审查员 陈金业

(72) 发明人 殷兆迁 李千文 穆小玲 孙朝晖

(74) 专利代理机构 北京润平知识产权代理有限公司 11283

代理人 王浩然 周建秋

(51) Int. Cl.

C01G 31/02 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102220478 A, 2011. 10. 19, 说明书第 0040-0043、0060、0065 段及图 7.

CN 1843938 A, 2006. 10. 11, 全文.

权利要求书 2 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种由钒溶液制备五氧化二钒的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种由钒溶液制备五氧化二钒的方法, 所述钒溶液含有钒酸根离子、铬离子和钠离子, 该方法包括以下步骤: (1) 在 pH 值为 4-7 的沉钒条件下, 将所述钒溶液与第一沉钒剂进行第一接触, 以使所述钒溶液中的钒酸根离子与所述第一沉钒剂形成沉淀, 并将第一接触所得产物进行固液分离; (2) 将步骤 (1) 得到的固相产物溶解, 得到第二钒溶液, 将得到的所述第二钒溶液与第二沉钒剂进行第二接触, 并将第二接触所得产物进行固液分离; (3) 将步骤 (2) 得到的固相产物进行煅烧。采用本发明的方法得到高纯度的五氧化二钒, 且所述方法操作简单、成本低, 且应用范围较广, 具有很好的社会效益和经济效益。

1. 一种由钒溶液制备五氧化二钒的方法,所述钒溶液含有钒酸根离子、铬离子和钠离子,其特征在于,该方法包括以下步骤:

(1) 在 pH 值为 4-7 的沉钒条件下,将所述钒溶液与第一沉钒剂进行第一接触,以使所述钒溶液中的钒酸根离子与所述第一沉钒剂形成沉淀,并将第一接触所得产物进行固液分离;

(2) 将步骤 (1) 得到的固相产物溶解,得到第二钒溶液,在 pH 值为 2-3 或者 pH 值为 8-11 的沉钒条件下,将得到的所述第二钒溶液与第二沉钒剂进行第二接触,以使所述第二钒溶液中的钒酸根离子与所述第二沉钒剂形成沉淀,并将第二接触所得产物进行固液分离;

(3) 将步骤 (2) 得到的固相产物进行煅烧;

其中,所述钒溶液还含有磷酸根离子和硅酸根离子,该方法还包括:在所述步骤 (2) 中,将得到的第二钒溶液与第二沉钒剂进行第二接触之前,与除杂剂进行第三接触,以使得第二钒溶液中的磷酸根离子和硅酸根离子与所述除杂剂形成沉淀,并进行固液分离,并将得到的液相与第二沉钒剂进行接触。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,在所述步骤 (1) 中,所述第一接触的条件包括:接触温度为 5-50°C,接触时间为 0.5-2 小时。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法,其中,所述第一沉钒剂为铵根离子沉钒剂,在所述步骤 (1) 中,以所述钒溶液中每摩尔的钒元素为准,以铵根离子的摩尔数计的所述第一沉钒剂的用量为 0.5-1mol。

4. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,在所述步骤 (2) 中,在 pH 值为 8-11 的沉钒条件下,所述第二接触的条件包括:接触温度为 20-60°C,接触时间为 0.5-2 小时;在 pH 值为 2-3 的沉钒条件下,所述第二接触的条件包括:接触温度为 60-100°C,接触时间为 0.5-2 小时。

5. 根据权利要求 1 或 4 所述的方法,其中,所述第二沉钒剂为铵根离子沉钒剂,在所述步骤 (2) 中,以所述钒溶液中每摩尔的钒元素为准,以铵根离子的摩尔数计的所述第二沉钒剂的用量为 0.5-3mol。

6. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述除杂剂的用量使得接触后得到的液相中游离的磷酸根离子和硅酸根离子的总浓度小于 0.01 克/升。

7. 根据权利要求 6 所述的方法,其中,所述除杂剂的用量由下述公式 (1) 确定:

$$W = k \times \{ (2C_0 \times V) / m + (3C_1 \times V) / m \} \quad (1)$$

其中, W 表示以与硅酸根离子和磷酸根离子反应的金属阳离子计的除杂剂的摩尔数,  $C_0$  表示钒液中硅酸根离子的摩尔浓度,单位为摩尔/升,  $C_1$  表示钒液中磷酸根离子的摩尔浓度,单位为摩尔/升, V 表示钒溶液的体积,单位为升, m 表示除杂剂中与硅酸根离子和磷酸根离子反应的金属阳离子的价态,  $k = 0.9-1.1$ 。

8. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述第三接触的条件包括:接触的温度为 50-100°C,接触的时间为 0.5-2 小时, pH 为 8-10。

9. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述除杂剂选自硫酸铝、氯化铝、硝酸铝、硫酸铁、氯化铁、硝酸铁、硫酸镁、氯化镁、硝酸镁、硫酸铵、氯化铵和硝酸铵中的一种或多种。

10. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述第一沉钒剂与第二沉钒剂相同或不同,各自独立地选自硫酸铵、氯化铵、硝酸铵、碳酸铵、碳酸氢铵中的一种或多种。

11. 根据权利要求 1 或 10 所述的方法,其中,所述第一沉钒剂为碳酸铵和 / 或碳酸氢铵 ;所述第二沉钒剂为硫酸铵和 / 或氯化铵。

12. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,在所述步骤 (3) 中,所述煅烧的条件包括 :煅烧的温度为 500-550℃,煅烧的时间为 1-3 小时。

13. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述钒溶液中,所述总钒含量的浓度为 5-35g/L,铬离子的浓度不超过 2.0g/L,磷元素的浓度为 0.05-0.1g/L,硅元素的浓度为 0.05-2.0g/L。

## 一种由钒溶液制备五氧化二钒的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种由钒溶液制备五氧化二钒的方法。

### 背景技术

[0002] 高纯五氧化二钒是附加值很高的钒产品。它用于不同的行业有不同的技术要求，通常可应用于冶金、化工、医药、能源、环保、航空航天等行业，并具有不可替代的作用。

[0003] 五氧化二钒通常从钒溶液中提取钒酸盐并将其转化得来，但是在钒溶液中通常含有多种杂质，例如铬离子、磷酸根离子、硅酸根离子以及钠离子等等。因此，现有技术中公开了多种从钒溶液中提取纯度较高钒产品的方法。

[0004] CN 101121962A 公开了一种从含钒铬溶液中分离回收钒和铬的方法，该方法首先用伯仲复合胺萃取剂按逆流接触的方式与含有钒(V) 铬(VI) 水溶液接触萃取，将水中绝大部分钒和少量铬萃取到有机相中，而大部分铬留在水相中；然后用酸调节萃余液（水相）的 pH，并加一定量的还原剂进行还原反应，再用氢氧化钠回调水溶液的 pH 值后过滤，得到的固体即为水合氧化铬，同时以碱液为反萃取剂，通过逆流接触方式将钒从富钒有机相中反萃到水中；再用铵盐沉淀法将钒从溶液中以偏钒酸铵的形式分离；最后采用高效精馏技术处理沉钒上清液，塔顶得浓氨水，塔釜得到脱氨水，直接返回到萃取过程。该方法操作复杂，成本较高，且不能制得高纯五氧化二钒，此外，该方法仅局限于对钒矿经焙烧、离子交换后的钒液净化，应用范围比较局限。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于解决现有技术中存在的上述问题，提供一种可得到高纯度五氧化二钒的由含有铬离子等杂质离子的钒溶液制备高纯度五氧化二钒的方法。

[0006] 为了达到上述目的，本发明提供了一种由钒溶液制备五氧化二钒的方法，所述钒溶液含有钒酸根离子和铬离子，其中，该方法包括以下步骤：

[0007] (1) 在 pH 值为 4-7 的沉钒条件下，将所述钒溶液与第一沉钒剂进行第一接触，以使所述钒溶液中的钒酸根离子与所述第一沉钒剂形成沉淀，并将第一接触所得产物进行固液分离；

[0008] (2) 将步骤 (1) 得到的固相产物溶解，得到第二钒溶液，在 pH 值为 8-11 或者 pH 值为 2-3 的沉钒条件下，将得到的所述第二钒溶液与第二沉钒剂进行第二接触，以使所述第二钒溶液中的钒酸根离子与所述第二沉钒剂形成沉淀，并将第二接触所得产物进行固液分离；

[0009] (3) 将步骤 (2) 得到的固相产物进行煅烧。

[0010] 采用本发明的方法能够由含有铬离子等杂质离子的钒溶液制备得到高纯度的五氧化二钒，且所述方法操作简单、成本低，且应用范围较广，具有很好的社会效益和经济效益。

## 具体实施方式

[0011] 根据本发明的方法,在所述步骤(1)中,所述沉钒条件不能为强酸性条件或者碱性条件,因为在强酸性条件或者碱性条件 pH 条件下钒溶液中的铬离子也会产生沉淀,铬沉淀在后续的工艺中很难去除,影响得到高纯的钒产品。所述第一接触的条件通常包括接触温度和接触时间,所述接触温度和接触时间的可选择范围较宽,为了有利于钒酸根离子的充分沉淀,优选,所述第一接触的条件包括:接触温度为 5-50℃,接触时间为 0.5-2 小时;更优选,所述第一接触的条件包括:接触温度为 20-30℃,接触时间为 0.5-1 小时。

[0012] 根据本发明的方法,在所述步骤(1)中,对于所述第一沉钒剂的加入量的可选择范围较宽,为了使钒溶液中的钒酸根离子充分沉淀,优选过量加入所述第一沉钒剂,即加入比理论加入量稍大的量,优选,以所述钒溶液中每摩尔的钒元素为准,以铵根离子的摩尔数计的所述第一沉钒剂的用量为 0.5-1mol;更优选,以所述钒溶液中每摩尔的钒元素为准,以铵根离子的摩尔数计的所述第一沉钒剂的用量为 0.5-0.8mol。

[0013] 根据本发明的方法,在所述步骤(2)中,由于在步骤(1)中,得到的第一接触产物中,十钒酸盐中含有化学结合的钠,而将所述第一接触产物经固液分离后得到的固相产物溶解后得到的所述第二钒溶液中含有大量的钠离子,为了将钠离子留在液相防止带入钒沉淀中,所述第二接触的条件需要在 pH 值为 8-11 或者 pH 值为 2-3 的沉钒条件下进行,以保证将钒酸根离子沉淀,而不将钠离子带入所述沉淀中。在 pH 值为 8-11 的沉钒条件下,所述第二接触的条件包括:接触温度为 20-60℃,接触时间为 0.5-2 小时;优选,所述第二接触的条件包括:接触温度为 30-60℃,接触时间为 0.5-1 小时。在 pH 值为 2-3 的沉钒条件下,所述第二接触的条件包括:所述第二接触的条件包括:接触温度为 60-100℃,接触时间为 0.5-2 小时;接触温度为 80-90℃,接触时间为 0.5-1 小时。

[0014] 根据本发明的方法,在所述步骤(2)中,对步骤(1)得到的固相产物进行溶解的方法没有特别的限制,为了去除金属杂质,优选使用弱碱溶液来溶解,所述弱碱溶液可以是 10-20 重量%的氨水、碳酸钠水溶液和碳酸钾水溶液中的一种或多种。

[0015] 根据本发明的方法,在所述步骤(2)中,对于所述第二沉钒剂的加入量的可选择范围较宽,为了使钒溶液中的钒酸根离子充分沉淀,优选,以所述钒溶液中每摩尔的钒元素为准,以铵根离子的摩尔数计的所述第二沉钒剂的用量为 0.5-3mol;更优选,以所述钒溶液中每摩尔的钒元素为准,以铵根离子的摩尔数计的所述第二沉钒剂的用量为 1-3mol。

[0016] 根据本发明的方法,由于所述钒溶液中还含有一些其它的杂质离子,如磷酸根离子和硅酸根离子等,为了进一步去除所述磷酸根离子和硅酸根离子等杂质,得到更高纯度的含钒溶液,优选,该方法还包括:在所述步骤(2)中,将得到的第二钒溶液与第二沉钒剂进行第二接触之前,与除杂剂进行第三接触,以使得第二钒溶液中的磷酸根离子和硅酸根离子与所述除杂剂形成沉淀,并进行固液分离,并将得到的液相与第二沉钒剂接触。

[0017] 根据本发明的方法,所述除杂剂的用量的可选择范围较宽,只要所述除杂剂的用量使得接触后得到的液相中游离的磷酸根离子和硅酸根离子的总浓度小于 0.01 克/升即可。具体地,加入所述除杂剂的量以所述钒液中所检测到的硅酸根离子的量与所述除杂剂 A 反应式来确定。所述除杂剂的用量由下述公式(1)确定:

$$[0018] \quad W = k \times \{ (2C_0 \times V) / m + (3C_1 \times V) / m \} \quad (1)$$

[0019] 其中, W 表示以与硅酸根离子和磷酸根离子反应的金属阳离子计的除杂剂的摩尔

数,  $C_0$  表示钒液中硅酸根离子的摩尔浓度, 单位为摩尔 / 升,  $C_1$  表示钒液中磷酸根离子的摩尔浓度, 单位为摩尔 / 升,  $V$  表示钒溶液的体积, 单位为升,  $m$  表示除杂剂中与硅酸根离子和磷酸根离子反应的金属阳离子的价态,  $k = 0.9-1.1$ 。

[0020] 根据本发明的方法, 对于所述第三接触的条件没有特别的限制, 可以是本领域常用的钒溶液与除杂剂的接触条件, 为了保证钒溶液中的杂质充分沉淀, 优选, 所述第三接触的条件包括: 接触的温度为  $50-100^{\circ}\text{C}$ , 接触的时间为  $0.5-2$  小时,  $\text{pH}$  为  $8-10$ ; 更优选, 所述第三接触的条件包括: 接触的温度为  $80-90^{\circ}\text{C}$ , 接触的时间为  $0.5-1$  小时,  $\text{pH}$  为  $8-10$ 。

[0021] 根据本发明的方法, 对于所述除杂剂的种类没有特别的限制, 可以是本领域常用的各种除杂剂, 只要是能够与钒溶液中的与硅酸根离子或磷酸根离子生成沉淀或者能够促使硅酸根离子或磷酸根离子形成沉淀或胶体且不与钒酸根离子生成沉淀或胶体的物质。优选, 所述除杂剂选自铝盐、铁盐、镁盐和铵盐中的一种或多种; 更优选, 所述除杂剂选自硫酸铝、氯化铝、硝酸铝、硫酸铁、氯化铁、硝酸铁、硫酸镁、氯化镁、硝酸镁、硫酸铵、氯化铵和硝酸铵中的一种或多种; 最优选所述除杂剂选自硫酸铝、硫酸铁和硫酸镁中的一种或多种。

[0022] 根据本发明的方法, 对于与所述第一沉钒剂和第二沉钒剂的种类没有特别的限制, 可以是本领域中常用的各种沉钒剂, 所述第一沉钒剂与第二沉钒剂相同或不同, 各自独立地选自硫酸铵、氯化铵、硝酸铵、碳酸铵、碳酸氢铵中的一种或多种。优选, 为了达到除杂更好的效果, 所述第一沉钒剂选自碳酸铵、碳酸氢铵、无水碳酸铵和无水碳酸氢铵中的一种或多种; 所述第二沉钒剂为硫酸铵和 / 或氯化铵。

[0023] 根据本发明的方法, 在所述步骤 (1) 和所述步骤 (2) 中, 将所述钒溶液与沉钒剂进行接触后得到的接触产物进行固液分离的方法没有特别的限制, 可以为本领域技术人员公知的各种固液分离方法, 例如, 可以通过离心脱水、固液分离器、筛、布氏漏斗进行固液分离, 本发明优选采用布氏漏斗抽滤进行固液分离。

[0024] 根据本发明的方法, 在所述步骤 (3) 中, 对所述煅烧的条件没有特别的限制, 只要是本领域常用的能够将钒酸盐分解成五氧化二钒的条件即可, 优选, 所述煅烧的条件包括: 煅烧的温度为  $500-550^{\circ}\text{C}$ , 煅烧的时间为  $1-3$  小时。优选情况下, 在煅烧前, 还包括将得到的固相产物进行干燥, 所述干燥的温度可以为  $40-80^{\circ}\text{C}$ , 干燥的时间可以为  $2-6$  小时。干燥方法可以为各种干燥方法, 例如, 自然干燥、鼓风干燥和真空干燥等。

[0025] 根据本发明, 钒溶液的  $\text{pH}$  值的条件方法没有特别限定, 例如可以用酸或碱来调节, 所述酸或碱没有特别的限制, 可以为本领域技术人员所熟知的一些酸或碱, 例如, 所述酸可以为盐酸、硝酸和硫酸中的一种或多种, 优选为硫酸; 所述碱可以为氨水、氢氧化钠、氢氧化钾、碳酸钠和碳酸钾中的一种或多种, 优选氨水、碳酸钠和碳酸钾中的一种或多种。

[0026] 根据本发明的方法可以适用于各种含有钒酸根、磷酸根、硅酸根、铝离子、钠离子和钙离子等的含钒溶液, 优选情况下, 所述钒溶液中, 所述总钒含量的浓度为  $5-35\text{g/L}$ , 铬离子的含量不超过  $2.0\text{g/L}$ , 磷酸根的浓度为  $0.05-0.1\text{g/L}$ , 硅酸根的浓度为  $0.05-2.0\text{g/L}$ 。

[0027] 满足上述条件的所述钒溶液例如可以为含钒熟料浸出过滤所得的钒液、钒矿直接浸出过滤所得的钒液、粗钒产品溶解所得的钒液、铁水吹钒钒渣浸出钒液和石煤提钒钒液中的一种或多种。

[0028] 根据本发明, 可以对含钒原料进行各种处理来获得上述钒溶液。所述对含钒原料进行处理, 可以按本领域技术人员所公知的方法进行, 具体地, 对含钒熟料, 可以用水等浸

出剂浸出过滤得到钒液；对于钒矿，可以直接将钒矿浸出过滤得到钒液；同理，对于铁水吹钒钒渣，则可以直接将铁水吹钒钒渣浸出过滤得到钒液；对于石煤，也是可以直接将石煤浸出过滤得到钒液；如果是粗钒产品，则可以将粗钒产品溶解而得到钒液。

[0029] 本发明使用的各种试剂都是以无水物的量计算，表 1 中的硅元素和磷元素分别表示以硅酸根和磷酸根形式存在的硅元素和磷元素。

[0030] 下面结合实施例对本发明作进一步的说明。

[0031] 以下实施例所用的钒溶液均为表 1 所列成分的钒溶液，所述钒溶液中各种主要成分的单位为  $g \cdot L^{-1}$ 。

[0032] 表 1

[0033]

TV	P	Mg <sup>2+</sup>	Na <sup>+</sup>	Si	TFe	TCr	Mn	Al <sup>3+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	pH
33.86	0.052	0.002	28.04	1.19	0.010	1.51	0.001	0.002	0.022	10.45

[0034] 实施例 1

[0035] 本实施例用于说明本发明提供的由钒溶液制备五氧化二钒的方法。

[0036] (1) 向 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 如上表 1 所示的含铬钒溶液，加入 26.3g 碳酸氢铵搅拌均匀，加硫酸调节 pH 值为 5，25℃ 反应 0.5h，待所生成的沉淀充分沉降后过滤，得到固体 74.5g。

[0037] (2) 将步骤 1 所得固体加入到 1L 的 20 重量%的氨水中全部溶解，加入氨水调节溶液的 pH 值为 10，在 80℃ 条件下，再加入 19.8g 硫酸铝搅拌均匀，经 0.6 小时，待生成的沉淀充分沉降后，过滤得到钒净化液；

[0038] 用硫酸调节钒净化液 pH 值为 8，加入 87.6g 硫酸铵，30℃ 反应 1h，待生成的沉淀充分沉降过滤，得到 72g 偏钒酸铵。

[0039] (3) 步骤 (2) 得到的偏钒酸铵于烘干机中，在 50℃ 下干燥 6 小时，然后在 500℃ 灼烧 3 小时，得到 55.81g 五氧化二钒，测定其纯度为 99.9%，其中 Cr、Si、Fe、Al、Ca、Mg 等杂质均小于 0.01 重量%。

[0040] 实施例 2

[0041] 本实施例用于说明本发明提供的由钒溶液制备五氧化二钒的方法。

[0042] (1) 向 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 如上表 1 所示的含铬钒溶液，加入 26.5g 碳酸铵搅拌均匀，加硫酸调节 pH 值 5.5，30℃ 反应 1h，待所生成的沉淀充分沉降后过滤，得到固体 73.5g；

[0043] (2) 将步骤 1 所得固体加入 0.1L 的 50 重量%碳酸钠水溶液中全部溶解，加入氢氧化钠调节溶液的 pH 值为 9，在 85℃ 条件下，再加入 23.2g 的硫酸铁搅拌均匀，经 0.8 小时，待生成的沉淀充分沉降后，过滤得到钒净化液。

[0044] 用硫酸调节钒净化液 pH 值为 9，加入 35.5g 氯化铵，60℃ 反应 0.5h，待生成的沉淀充分沉降过滤，得到 71.3g 偏钒酸铵。

[0045] (3) 步骤 (2) 得到的偏钒酸铵于烘干机中，在 60℃ 下干燥 5 小时，然后在 550℃ 灼烧 2 小时，得到 54.85g 五氧化二钒，测定其纯度为 99.9%，其中 Cr、Si、Fe、Al、Ca、Mg 等杂

质均小于 0.01 重量%。

#### [0046] 实施例 3

[0047] 本实施例用于说明本发明提供的由钒溶液制备五氧化二钒的方法。

[0048] (1) 向 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 如上表 1 所示的含铬钒溶液,加入 42g 碳酸氢铵搅拌均匀,加硫酸调节 pH 值 6.5,20℃ 反应 0.7h,待所生成的沉淀充分沉降后过滤,得到固体 72.5g。

[0049] (2) 将步骤 1 所得固体加入 0.2L 的 10 重量%碳酸钠水溶液中全部溶解,加入氢氧化钠调节溶液的 pH 值为 8.5,在 90℃ 的条件下,再加入 10.5g 硫酸镁搅拌均匀,经 0.5 小时,待生成的沉淀充分沉降后,过滤得到钒净化液;

[0050] 用氢氧化钠调节钒净化液 pH 值为 11,加入 159.4g 硝酸铵,50℃ 反应 0.7 小时,待生成的沉淀充分沉降过滤,得到 64.1g 偏钒酸铵。

[0051] (3) 步骤 (2) 得到的偏钒酸铵于烘干机中,在 70℃ 下干燥 4 小时,然后在 520℃ 灼烧 2 小时,得到 50.63g 五氧化二钒,测定其纯度为 99.9%,其中 Cr、Si、Fe、Al、Ca、Mg 等杂质均小于 0.01 重量%。

#### [0052] 实施例 4

[0053] 本实施例用于说明本发明提供的由钒溶液制备五氧化二钒的方法。

[0054] (1) 向 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 如上表 1 所示的含铬钒溶液,加入 52.5g 碳酸氢铵搅拌均匀,加硫酸调节 pH 值 5.5,25℃ 反应 1h,待所生成的沉淀充分沉降后过滤,得到固体 73.5g。

[0055] (2) 将步骤 1 所得固体加入 0.1L 的 10 重量%碳酸钾水溶液中全部溶解,加入氢氧化钾调节溶液的 pH 值为 8,在 80℃ 条件下,再加入 17.9g 硫酸铝搅拌均匀,经 1 小时,待生成的沉淀充分沉降后,过滤得到钒净化液;

[0056] 用硫酸调节钒净化液 pH 值为 2,加入 109.6g 硫酸铵,在 80℃ 下反应 1h,待生成的沉淀充分沉降过滤,得到 71.8g 多钒酸铵。

[0057] (3) 步骤 (2) 得到的偏钒酸铵于烘干机中,在 40℃ 下干燥 6 小时,然后在 520℃ 灼烧 2 小时,得到 54.92g 五氧化二钒,测定其纯度为 99.9%,其中 Cr、Si、Fe、Al、Ca、Mg 等杂质均小于 0.01 重量%。

#### [0058] 实施例 5

[0059] (1) 向 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 如上表 1 所示的含铬钒溶液,加入 37.8g 碳酸铵搅拌均匀,加硫酸调节 pH 值 4,5℃ 反应 2h,待所生成的沉淀充分沉降后过滤,得到固体 73.8g。

[0060] (2) 将步骤 1 所得固体加入 0.2L 的 30 重量%氨水中全部溶解,加入氨水调节溶液的 pH 值为 9,在 50℃ 的条件下,再加入 21.82g 的硫酸铝搅拌均匀,经 1 小时,待生成的沉淀充分沉降后,过滤得到钒净化液;

[0061] 用硫酸调节钒净化液 pH 值为 2.5,加入 43.8g 的硫酸铵,在 85℃ 下反应 0.7h,待生成的沉淀充分沉降过滤,得到 65.8g 多钒酸铵。

[0062] (3) 步骤 (2) 得到的多钒酸铵于烘干机中,在 80℃ 下干燥 2 小时,然后在 550℃ 灼烧 2 小时,得到 60.4g 五氧化二钒,测定其纯度为 99.9%,其中 Cr、Si、Fe、Al、Ca、Mg 等杂质均小于 0.01 重量%。



**[0063] 实施例 6**

**[0064]** (1) 向 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 如上表 1 所示的含铬钒溶液, 搅拌, 加入 18.9g 碳酸铵搅拌均匀, 加硫酸调节 pH 值 7, 50℃ 反应 0.5h, 待所生成的沉淀充分沉降后过滤, 得到固体 71g。

**[0065]** (2) 将步骤 1 所得固体加入 0.1L 的 20 重量% 碳酸钾水溶液中全部溶解, 加入氢氧化钾调节溶液的 pH 值为 9.5, 在 100℃ 条件下, 再加入 19.8g 硫酸铝搅拌均匀, 经 2 小时, 待生成的沉淀充分沉降后, 过滤得到钒净化液;

**[0066]** 用硫酸调节钒净化液 pH 值为 3, 加入 21.9g 硫酸铵, 在 90℃ 下反应 0.5h, 待生成的沉淀充分沉降过滤, 得到 64.2g 多钒酸铵。

**[0067]** (3) 步骤 (2) 得到的偏钒酸铵于烘干机中, 在 40℃ 下干燥 6 小时, 然后在 520℃ 灼烧 2 两小时, 得到 59g 五氧化二钒, 测定其纯度为 99.9%, 其中 Cr、Si、Fe、Al、Ca、Mg 等杂质均小于 0.01 重量%。

**[0068] 对比例 1**

**[0069]** (1) 向 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 如上表 1 所示的含铬钒溶液, 搅拌, 加入质量分数 50% 的硫酸调节 pH 值到 5.0, 加入 80g 硫酸铵搅拌均匀, 加硫酸调节 pH 值 2, 在 90℃ 的条件下, 经 1 小时, 待所生成的沉淀充分沉降后过滤, 得到 65g 多钒酸铵。

**[0070]** (2) 步骤 (1) 得到的多钒酸铵于烘干机中, 在 70℃ 下干燥 2 小时, 然后在 520℃ 灼烧 2 两小时, 得到 59g 五氧化二钒, 测定其纯度为 95.8%, 其中 Cr、Si、Fe、Al、Ca、Mg 等杂质均分别为 0.5、0.5、0.5、0.5、0.2、0.3 重量%。

**[0071]** 由上述结果可以看出, 利用本发明方法从钒溶液中制备五氧化二钒时 (实施例 1-4) 较现有制取高纯五氧化二钒工艺 (对比例 1) 相比, 五氧化二钒的纯度可以提高 4% 左右, 且操作方便、成本低等优势, 具有很好的社会效益和经济效益。