



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104058456 B

(45) 授权公告日 2016. 02. 03

(21) 申请号 201310655708. 6

(22) 申请日 2013. 12. 06

(73) 专利权人 攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司

地址 617000 四川省攀枝花市东区桃源街  
90 号

(72) 发明人 殷兆迁 陈相全 郭继科

(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 李婉婉 张苗

(51) Int. Cl.

C01G 31/00(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101748297 A, 2010. 06. 23, 全文.

CN 103146930 A, 2013. 06. 12, 全文.

JP 特开平 10-114525 A, 1998. 05. 06, 全文.

高峰等. 偏钒酸铵的制备及沉钒动力学.《硅

酸盐学报》. 2011, 第 39 卷 (第 9 期),

何东升等. 磷石膏制取硫酸铵及其溶析结晶.《武汉工程大学学报》. 2011, 第 33 卷 (第 3 期), 12-14.

审查员 唐春梅

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种偏钒酸铵的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种偏钒酸铵的制备方法, 其中, 该方法包括以下步骤: (1) 调节含钒溶液的 pH 值; (2) 将结晶剂 A 添加到步骤 (1) 所得的含钒溶液中, 且在搅拌条件下进行第一接触反应, 待所述结晶剂 A 完全溶解后, 再添加结晶剂 B 进行第二接触反应, 所述结晶剂 A 为铵盐, 所述结晶剂 B 为低碳醇; (3) 将步骤 (2) 所得的产物进行固液分离, 并将分离出的固体进行干燥处理。本发明提供的偏钒酸铵的制备方法使得偏钒酸铵的结晶时间由 120 分钟缩短到 5 分钟, 且沉钒率可达到 99% 以上, 且采用本发明的制备方法简单易用、设备要求低、操作方便、适应范围广、成本低, 具有很好的社会效益和经济效益。

1. 一种偏钒酸铵的制备方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:
  - (1) 调节含钒溶液的 pH 值;
  - (2) 将结晶剂 A 添加到步骤 (1) 所得的含钒溶液中,且在搅拌条件下进行第一接触反应,待所述结晶剂 A 完全溶解后,再添加结晶剂 B 进行第二接触反应,所述结晶剂 A 为铵盐,所述结晶剂 B 为低碳醇;所述结晶剂 B 的用量与所述含钒溶液的体积比为 0.05-1:1;
  - (3) 将步骤 (2) 所得的产物进行固液分离,并将分离出的固体进行干燥处理。
2. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,在步骤 (1) 中,将含钒溶液的 pH 值调节至 7-12。
3. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,在步骤 (1) 中,将含钒溶液的 pH 值调节至 8-10。
4. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,在步骤 (2) 中,所述第一接触反应条件为:接触温度为 25-80℃;所述第二接触反应条件为:接触温度为 25-80℃,接触时间为 1-2 分钟。
5. 根据权利要求 4 所述的方法,其中,在步骤 (2) 中,所述第一接触反应条件为:接触温度为 25-50℃;所述第二接触反应条件为:接触温度为 25-50℃。
6. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,在步骤 (2) 中,所述结晶剂 A 为硫酸铵、氯化铵、硝酸铵、草酸铵、碳酸铵和碳酸氢铵中的一种或多种。
7. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,在步骤 (2) 中,所述结晶剂 B 为甲醇、无水乙醇、丙醇和丁醇中的一种或多种。
8. 根据权利要求 7 所述的方法,其中,在步骤 (2) 中,所述结晶剂 B 为无水乙醇。
9. 根据权利要求 1 或 6 所述的方法,其中,在步骤 (2) 中,所述结晶剂 A 提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述含钒溶液中的  $\text{VO}_3$  的摩尔比为 1-4:1。
10. 根据权利要求 9 所述的方法,其中,在步骤 (2) 中,所述结晶剂 A 提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述含钒溶液中的  $\text{VO}_3$  的摩尔比为 2-3:1。
11. 根据权利要求 1、7 或 8 所述的方法,其中,在步骤 (2) 中,所述结晶剂 B 的用量与所述含钒溶液的体积比为 0.1-0.5:1。
12. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,在步骤 (3) 中,所述干燥处理的条件为:干燥的温度为 40-80℃。
13. 根据权利要求 12 所述的方法,其中,在步骤 (3) 中,所述干燥处理的条件为:干燥的温度为 50-60℃。
14. 根据权利要求 1 所述的方法,其中,所述含钒溶液中总钒含量为 5-150g/L。
15. 根据权利要求 1 或 14 所述的方法,其中,所述含钒溶液为钒钛磁铁矿钒铬溶液过滤所得的钒液、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。

## 一种偏钒酸铵的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种偏钒酸铵的制备方法。

### 背景技术

[0002] 偏钒酸铵是淡黄色或白色的晶体,主要用作化学试剂、催化剂、催干剂、媒染剂等,在陶瓷工艺中广泛用作釉料,也可用于制取五氧化二钒。工业中生产偏钒酸铵的方法主要是在经过净化处理后的钒酸钠溶液中加入氯化铵或硫酸铵,得到偏钒酸铵沉淀: $\text{NaVO}_3 + \text{NH}_4\text{Cl} = \text{NH}_4\text{VO}_3 \downarrow + \text{NaCl}$ 。由于偏钒酸铵在水中的溶解度相对加大,钒在废液中的含量较高(1-2.5克/升 $\text{V}_2\text{O}_5$ ),整个操作时间较长,能量消耗较大。

[0003] 在专利申请 CN101121961A 题为《加温加压生产偏钒酸铵的方法及其加温加压分解塔》中公布了一种新的生产偏钒酸铵的方法,其内容主要是:先将钒矿石粉碎成细度为 80-200 目的矿粉;将矿粉与烯硫酸或纯碱溶液混合成矿浆;将以上矿浆放入加温加压分解塔内加温加压,加温范围  $80^\circ\text{C}$  -  $240^\circ\text{C}$ ,加压范围 0-3MPa,加温加压时间 5-35 分钟;将分解后矿浆中的矿渣与含钒溶液分离,将含钒溶液送入萃取槽萃取;然后加碳铵反萃,加氨盐沉淀出偏钒酸铵,偏钒酸铵经离心脱水、烘干后得到偏钒酸铵产品。该方法采用反萃后加铵盐的方法也存在废液中钒含量高、沉钒时间长等工业问题,未能从根本上解决偏钒酸铵的制备问题。

[0004] 因此,如何能进一步地优化偏钒酸铵的制备方法,以能够获得沉钒率高、制备时间短和工艺简单易用等的制备偏钒酸铵的制备方法还有待于进一步研究和亟待开发。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术的制备偏钒酸铵的方法中沉钒时间长、废液中钒含量高以及工艺复杂等缺点,提供了一种偏钒酸铵的制备方法。

[0006] 本发明提供给一种偏钒酸铵的制备方法,其中,该方法包括以下步骤:

[0007] (1) 调节含钒溶液的 pH 值;

[0008] (2) 将结晶剂 A 添加到步骤(1)所得的含钒溶液中,且在搅拌条件下进行第一接触反应,待所述结晶剂 A 完全溶解后,再添加结晶剂 B 进行第二接触反应,所述结晶剂 A 为铵盐,所述结晶剂 B 为低碳醇;

[0009] (3) 将步骤(2)所得的产物进行固液分离,并将分离出的固体进行干燥处理。

[0010] 本发明提供的偏钒酸铵的制备方法,通过在钒液中加入可溶性铵盐,待该可溶性铵盐溶解后又加入无水乙醇,使得偏钒酸铵的结晶时间由 120 分钟缩短到 5 分钟,且沉钒率可达到 99% 以上,无水乙醇经减压蒸馏后又重新应用到偏钒酸铵的结晶中,即可以循环使用,达到环保节能绿色生产的要求,采用本发明的制备方法简单易用、设备要求低、操作方便、适应范围广、成本低,具有很好的社会效益和经济效益。

[0011] 本发明的其他特征和优点将在随后的具体实施方式部分予以详细说明。

## 具体实施方式

[0012] 以下对本发明的具体实施方式进行详细说明。应当理解的是,此处所描述的具体实施方式仅用于说明和解释本发明,并不用于限制本发明。

[0013] 本发明提供了一种偏钒酸铵的制备方法,其中,该方法包括以下步骤:

[0014] (1) 调节含钒溶液的 pH 值;

[0015] (2) 将结晶剂 A 添加到步骤(1)所得的含钒溶液中,且在搅拌条件下进行第一接触反应,待所述结晶剂 A 完全溶解后,再添加结晶剂 B 进行第二接触反应,所述结晶剂 A 为铵盐,所述结晶剂 B 为低碳醇;

[0016] (3) 将步骤(2)所得的产物进行固液分离,并将分离出的固体进行干燥处理。

[0017] 根据本发明,在步骤(1)中,可以根据所述含钒溶液的酸性或碱性选择适合的无机碱或无机酸来调节所述含钒溶液的 pH 值,在本发明,调节所述含钒溶液中 pH 值的无机碱或无机酸没有具体限定,可以为本领域技术人员所熟知的常用的无机碱或无机酸,优选地,所述无机碱可以为氢氧化钠、碳酸钠、氢氧化钾、碳酸钾、碳酸氢钾、碳酸氢钠和氨水中的一种或多种,更优选地,所述无机碱可以为氢氧化钠;优选地,所述无机酸可以为硫酸、盐酸、硝酸中的一种或多种,更优选的,所述无机酸可以为硫酸。

[0018] 根据本发明,在步骤(1)中,可以将含钒溶液的 pH 值调节至 7-12,优选调节至 8-10。

[0019] 根据本发明,在步骤(2)中,所述搅拌条件没有具体限定,可以为本领域技术人员所熟知的搅拌条件即可,在本发明,优选地,搅拌条件可以为:搅拌速度为 30-120 转/分,更优选地,搅拌条件可以为:搅拌速度为 60-100 转/分;在本发明,对于搅拌时间没有具体限定,只要能够满足将铵盐完全溶解即可。另外,用于该搅拌的工具没有具体限定,可以为本领域技术人员所熟知的搅拌工具,例如,可以使用磁力搅拌棒或增力电动搅拌器等等

[0020] 根据本发明,在步骤(2)中,所述第一接触条件可以为:接触温度为 25-80℃,优选为 25-50℃;所述第二接触反应的条件可以为:接触温度为 25-80℃,优选为 25-50℃,接触时间为 1-2 分钟,优选接触时间为 1-1.5 分钟,更优选接触时间为 1 分钟;在本发明,所述第一接触条件中的接触温度与所述第二接触条件中的接触温度可以相同或不同,优选地,本发明采用所述第一接触条件中的接触温度与所述第二接触条件中的接触温度相同。

[0021] 根据本发明,在步骤(2)中,所述结晶剂 A 为能够与所述含钒溶液中游离的钒酸根离子生成沉淀的物质,优选地,所述结晶剂 A 可以为硫酸铵、氯化铵、硝酸铵、草酸铵、碳酸铵和碳酸氢铵中的一种或多种,更优选地,所述结晶剂 A 可以为硫酸铵。

[0022] 根据本发明,在步骤(2)中,所述结晶剂 B 为能够与所述含钒溶液中的水互溶的物质,优选地,所述结晶剂 B 可以为甲醇、无水乙醇、丙醇和丁醇中的一种或多种,更优选地,所述结晶剂 B 可以为无水乙醇。

[0023] 根据本发明,在步骤(2)中,所述结晶剂 A 的用量使得所述含钒溶液中的  $\text{VO}_3^-$  离子生成偏钒酸铵沉淀,具体的,加入所述结晶剂 A 的量以所述含钒溶液中所检测到的  $\text{VO}_3^-$  离子的量与所述结晶剂 A 反应式:  $\text{NH}_4^+ + \text{VO}_3^- = \text{NH}_4\text{VO}_3 \downarrow$  来确定。优选地,所述结晶剂 A 提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述含钒溶液中的  $\text{VO}_3^-$  的摩尔比可以为 1-4 : 1,更优选地,所述结晶剂 A 提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述含钒溶液中的  $\text{VO}_3^-$  的摩尔比可以为 2-3 : 1。

[0024] 根据本发明,在步骤(2)中,所述结晶剂 B 一方面与所述含钒溶液中的水互溶,可

瞬间降低所述含钒溶液中水的含量,进而使所述含钒溶液的浓度升高,偏钒酸铵结晶的过饱和度和迅速增大,有大量晶核产生,结晶速度和沉钒率大大提高;另一方面,由于溶液中有大量乙醇的羟基存在于含钒溶液中,对溶液中偏钒酸根离子的聚合结晶有一定的促进作用,进一步提高了偏钒酸铵结晶的效率。在本发明,优选地,所述结晶剂 B 的用量与所述含钒溶液的体积比可以为 0.05-1:1,更优选地,所述结晶剂 B 的用量与所述含钒溶液的体积比可以为 0.1-0.5:1。

[0025] 根据本发明,在步骤(3)中,所述干燥处理的条件可以为本领域技术人员所熟知的干燥条件即可,没有具体限定,优选地,所述干燥处理的条件可以为:干燥的温度为 40-80℃,更优选地,所述干燥处理的条件可以为:干燥的温度为 50-60℃。

[0026] 根据本发明,在步骤(3)中,所述固液分离的条件可以为本领域技术人员所熟知的固液分离方法以及固液分离的条件进行,没有具体限定,例如可以采用固液分离器、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。

[0027] 根据本发明,所述含钒溶液中总钒含量没有具体限定,优选地,所述含钒溶液中总钒含量可以为 5-150g/L。

[0028] 根据本发明,所述含钒溶液的成分要求比较宽松,可以为含钒酸根离子的钒液,可以对含钒原料进行各种处理来获得上述钒液。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,优选为将含钒原料处理为碱性或中性的含有钒酸根离子的钒液,具体地,对于钒钛磁铁矿钒铬溶液,可以用水等浸出剂浸出过滤得到的钒液;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] 在本发明中,将所述含钒溶液冷却至常温后进行后续的处理。

[0030] 下面结合实施例对本发明作进一步的说明。

[0031] 本发明所采用的含钒溶液的主要化学成分如表 1 所示,单位为  $g \cdot L^{-1}$ 。

[0032] 表 1

[0033]

	TV	$PO_4^{3-}$	$Mg^{2+}$	$Na^+$	$SiO_4^{2-}$	TFe	TCr	Mn	$Al^{3+}$	$Ca^{2+}$	pH
A	33.86	0.052	0.002	28.04	1.19	0.010	1.51	0.001	0.05	0.122	10.45
B	148.2	0.045	0.004	7.56	1.18	0.02	0.85	0.002	0.04	0.118	10.35
C	148.2	0.048	0.003	33.5	1.20	0.01	0.05	0.001	0.03	0.125	10.85
D	148.2	0.055	0.001	29.18	1.25	0.010	1.05	0.003	0.048	0.129	10.55
E	148.2	0.068	0.02	152.04	2.19	0.010	0.81	0.001	0.002	0.122	13.50

[0034] 其中,实施例 1-2 所用含钒溶液为含钒钛磁铁矿钒铬的普通钒液 A,实施例 3 所用含钒溶液为钒矿直接浸出过滤所得的钒液 B,实施例 4 所用含钒溶液为粗钒产品溶解所得的钒液 C,实施例 5 所用含钒溶液为铁水吹钒钒渣浸出钒液 D,实施例 6 所用含钒溶液为石

煤提钒钒液 E。

[0035] 实施例 1

[0036] 本实施例用于说明本发明提供的偏钒酸铵的制备方法。

[0037] 往 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 表 1 中含钒钛磁铁矿钒铬的普通钒液 A, 将所述普通钒液 A 冷却至常温, 用硫酸调节使得所述普通钒液 A 的 pH=10, 按照硫酸铵提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述普通钒液 A 中的  $\text{VO}_3$  的摩尔比为 1 添加硫酸铵, 在转速为 30 转 / 分在温度为 25℃ 下进行第一接触反应, 待硫酸铵完全溶解到所述普通钒液 A 中后, 添加 100ml 无水乙醇, 在转速为 30 转 / 分在温度为 25℃ 下搅拌 1 分钟进行第二接触反应, 进行固液分离得到湿的偏钒酸铵, 将湿的偏钒酸铵放入到 50℃ 烘箱内进行干燥处理, 干燥时间为 12 小时。

[0038] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 5 分钟。

[0039] 检测沉钒上层液中钒的含量为 0.34g/L, 沉钒率为 99%。

[0040] 实施例 2

[0041] 本实施例用于说明本发明提供的偏钒酸铵的制备方法。

[0042] 往 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 表 1 中含钒钛磁铁矿钒铬的普通钒液 A, 将所述普通钒液 A 冷却至常温, 用盐酸调节使得所述普通钒液 A 的 pH=8, 按照氯化铵提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述普通钒液 A 中的  $\text{VO}_3$  的摩尔比为 4 添加氯化铵, 在转速为 120 转 / 分在温度为 80℃ 下进行第一接触反应, 待氯化铵完全溶解到所述普通钒液 A 中后, 添加 50ml 无水乙醇, 在转速为 120 转 / 分在温度为 80℃ 下搅拌 1 分钟进行第二接触反应, 进行固液分离得到湿的偏钒酸铵, 将湿的偏钒酸铵放入到 50℃ 烘箱内进行干燥处理, 干燥时间为 12 小时。

[0043] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 5 分钟。

[0044] 检测沉钒上层液中钒的含量为 0.28g/L, 沉钒率为 99.2%。

[0045] 实施例 3

[0046] 本实施例用于说明本发明提供的偏钒酸铵的制备方法。

[0047] 往 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 表 1 中所用钒液为钒矿直接浸出过滤所得的钒液 B, 将所述钒液 B 冷却至常温, 用硫酸调节使得所述钒液 B 的 pH=9, 按照硝酸铵提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述钒液 B 中的  $\text{VO}_3$  的摩尔比为 2 添加硝酸铵, 在转速为 60 转 / 分在温度为 50℃ 下进行第一接触反应, 待硝酸铵完全溶解到所述钒液 B 中后, 添加 500ml 无水乙醇, 在转速为 60 转 / 分在温度为 50℃ 下搅拌 1 分钟进行第二接触反应, 进行固液分离得到湿的偏钒酸铵, 将湿的偏钒酸铵放入到 50℃ 烘箱内进行干燥处理, 干燥时间为 12 小时。

[0048] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 5 分钟。

[0049] 检测沉钒上层液中钒的含量为 0.17g/L, 沉钒率为 99.5%。

[0050] 实施例 4

[0051] 本实施例用于说明本发明提供的偏钒酸铵的制备方法。

[0052] 往 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 表 1 中所用钒液为粗钒产品溶解所得的钒液 C, 将所述钒液 C 冷却至常温, 用硫酸调节使得所述钒液 C 的 pH=7, 按照碳酸铵提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述钒液 C 中的  $\text{VO}_3$  的摩尔比为 1 添加碳酸铵, 在转速为 100 转 / 分在温度为 25℃ 下进行第一接触反应, 待碳酸铵溶解到所述钒液 C 中后, 添加 100ml 无水乙醇, 在转速为 100 转 / 分在温度为 25℃ 下搅拌 1 分钟进行第二接触反应, 进行固液分离得到湿的偏钒酸铵, 将湿的偏钒酸铵放入到 50℃ 烘箱内进行干燥处理, 干燥时间为 12 小时。

- [0053] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 5 分钟。
- [0054] 检测沉钒上层液中钒的含量为 1.47g/L, 沉钒率为 99%。
- [0055] 实施例 5
- [0056] 本实施例用于说明本发明提供的偏钒酸铵的制备方法。
- [0057] 往 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 表 1 中所用钒液为铁水吹钒钒渣浸出钒液 D, 将所述钒液 D 冷却至常温, 用硫酸调节使得所述钒液 D 的 pH=10, 按照草酸铵提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述钒液 D 中的  $\text{VO}_3$  的摩尔比为 4 添加草酸铵, 在转速为 60 转 / 分在温度为 25°C 下进行第一接触反应, 待草酸铵完全溶解到所述钒液 D 中后, 添加 300ml 无水乙醇, 在转速为 60 转 / 分在温度为 25°C 下搅拌 1 分钟进行第二接触反应, 进行固液分离得到湿的偏钒酸铵, 将湿的偏钒酸铵放入到 50°C 烘箱内进行干燥处理, 干燥时间为 12 小时。
- [0058] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 5 分钟。
- [0059] 检测沉钒上层液中钒的含量为 0.74g/L, 沉钒率为 99.5%。
- [0060] 实施例 6
- [0061] 本实施例用于说明本发明提供的偏钒酸铵的制备方法。
- [0062] 往 2000mL 洁净烧杯中加入 1000mL 表 1 中所用钒液为石煤提钒钒液 E, 将所述钒液 E 冷却至常温, 用硫酸调节使得所述钒液 E 的 pH=12, 按照碳酸氢铵提供的  $\text{NH}_4^+$  与所述钒液 E 中的  $\text{VO}_3$  的摩尔比为 2 添加碳酸氢铵, 在转速为 60 转 / 分在温度为 25°C 下进行第一接触反应, 待碳酸氢铵完全溶解到所述钒液 E 中后, 添加 200ml 无水乙醇, 在转速为 60 转 / 分在温度为 25°C 下搅拌 1 分钟进行第二接触反应, 进行固液分离得到湿的偏钒酸铵, 将湿的偏钒酸铵放入到 60°C 烘箱内进行干燥处理, 干燥时间为 12 小时。
- [0063] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 5 分钟。
- [0064] 检测沉钒上层液中钒的含量为 1.03g/L, 沉钒率为 99.3%。
- [0065] 实施例 7
- [0066] 按照与实施例 1 相同的方法制备偏钒酸铵, 所不同的是, 将实施例 1 中的乙醇替换为甲醇。
- [0067] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 5 分钟。
- [0068] 检测沉钒上层液中钒的含量为 1.15g/L, 沉钒率为 98.2%。
- [0069] 实施例 8
- [0070] 按照与实施例 1 相同的方法制备偏钒酸铵, 所不同的是, 将实施例 1 中的乙醇替换为丙醇。
- [0071] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 5 分钟。
- [0072] 检测沉钒上层液中钒的含量为 1.32g/L, 沉钒率为 98.9%。
- [0073] 实施例 9
- [0074] 按照与实施例 1 相同的方法制备偏钒酸铵, 所不同的是, 将实施例 1 中的乙醇替换为丁醇。
- [0075] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 5 分钟。
- [0076] 检测沉钒上层液中钒的含量为 1.23g/L, 沉钒率为 98.5%。
- [0077] 对比例 1
- [0078] 按照与实施例 1 相同的方法制备偏钒酸铵, 所不同的是, 在该制备偏钒酸铵的过

程中待硫酸铵完全溶解后,没有添加结晶剂 B 无水乙醇。

[0079] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 12 分钟。

[0080] 检测沉钒上层液中钒的含量为 2.4g/L,沉钒率为 92.9%。

[0081] 对比例 2

[0082] 按照与实施例 1 相同的方法制备偏钒酸铵,所不同的是,在该制备偏钒酸铵的过程中结晶剂 A 硫酸铵与结晶剂 B 无水乙醇一同添加到所述普通钒液 A 中。

[0083] 测得采用该方法制备偏钒酸铵的时间为 12 分钟。

[0084] 检测沉钒上层液中钒的含量为 1.8g/L,沉钒率为 93.7%。

[0085] 根据上述实施例 1-8 以及对比例 1-2 的结果可以看出:

[0086] 采用根据本发明提供的方法制备偏钒酸铵,可以使制备偏钒酸铵的时间缩短至 5 分钟,而采用对比例 1 和对比例 2 的方法制备的偏钒酸铵的时间为 12 分钟;

[0087] 采用根据本发明提供的方法制备偏钒酸铵的沉钒率为 98.2%-99.5%,而采用对比例 1 和对比例 2 的方法制备的偏钒酸铵的沉钒率为 92.9%-93.7%,说明采用本发明提供的方法制备偏钒酸铵的沉钒率高;

[0088] 实施例 1-6 在制备过程中使用乙醇制备的偏钒酸铵的沉钒率为 99%-99.5%,实施例 7-9 在制备过程中分别使用甲醇、丙醇和丁醇,制备的偏钒酸铵的沉钒率为 98.2%-98.9%,说明采用本发明优选的结晶剂 B 乙醇的效果最好。

[0089] 以及采用本发明的方法具有工艺简单易用、设备要求低、操作方便、成本低等优势。

[0090] 以上详细描述了本发明的优选实施方式,但是,本发明并不限于上述实施方式中的具体细节,在本发明的技术构思范围内,可以对本发明的技术方案进行多种简单变型,这些简单变型均属于本发明的保护范围

[0091] 另外需要说明的是,在上述具体实施方式中所描述的各个具体技术特征,在不矛盾的情况下,可以通过任何合适的方式进行组合,为了避免不必要的重复,本发明对各种可能的组合方式不再另行说明。

[0092] 此外,本发明的各种不同的实施方式之间也可以进行任意组合,只要其不违背本发明的思想,其同样应当视为本发明所公开的内容。