



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 119841347 A

(43) 申请公布日 2025. 04. 18

(21) 申请号 202411955612.6

(22) 申请日 2024.12.28

(71) 申请人 大连融科储能集团股份有限公司

地址 116450 辽宁省大连市花园口经济区
迎春街20-10号

(72) 发明人 杨洪 关长睿 殷源

夏甫哈提·艾日肯江 刘长飞

王隆菲 刘智宁 曾繁武

(51) Int. Cl.

C01G 31/02 (2006.01)

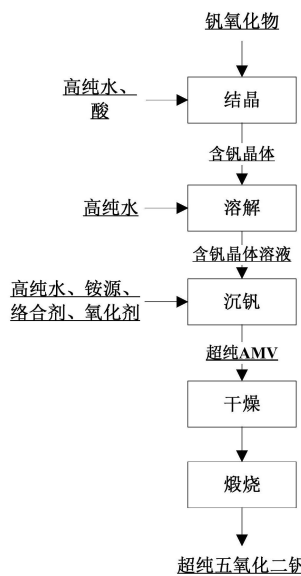
权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种超纯五氧化二钒及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种超纯五氧化二钒及其制备方法,所述超纯五氧化二钒的制备方法包括以下步骤:将钒氧化物与硫混合得到钒溶液,搅拌升温至完全溶解,冷却降温反应后过滤得到含钒晶体;溶解含钒晶体得到含钒晶体溶液,加入铵源、络合剂和氧化剂,使钒转化为阴离子,进一步得到超纯AMV;经过干燥脱水、氧化煅烧后得到超纯五氧化二钒。本发明制备得到的超纯五氧化二钒的纯度大于等于99.99%,K、Na、Ca、S每种杂质元素均在10ppm以内,其他杂质元素均在5ppm以内,五氧化二钒中总杂质不超过100ppm。随着全钒液流电池技术的发展,本发明超纯五氧化二钒在高纯钒试剂领域具有良好的应用前景和大规模工业化推广潜力。



1. 一种超纯五氧化二钒的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1将钒氧化物、高纯水和酸混合,搅拌升温至70~100°C,反应0.5~3h将其完全溶解得到钒溶液,冷却降温至40~65°C,继续搅拌结晶5~20h,过滤得到含钒晶体;

步骤2用高纯水溶解含钒晶体,得到V浓度为0.5~3mol/L的含钒晶体溶液;

步骤3向含钒晶体溶液中先加入铵源调整溶液pH值为6~9,加入络合剂,调整溶液温度在40~80°C,再同时加入铵源和氧化剂,保证溶液pH值为6~9,反应0.5~2h,得到超纯AMV;

步骤4将超纯AMV干燥脱水;

步骤5氧化煅烧超纯AMV,煅烧温度为450~650°C,煅烧时间为0.5~8h,煅烧后得到超纯五氧化二钒。

2. 根据权利要求1所述超纯五氧化二钒的制备方法,其特征在于,步骤1所述钒氧化物为五氧化二钒、四氧化二钒、三氧化二钒和二氧化钒中的一种或多种;

和/或,所述钒氧化物中包含的杂质及含量为: $80\text{ppm} \leq K \leq 500\text{ppm}$ 、 $50\text{ppm} \leq Na \leq 500\text{ppm}$ 、 $5\text{ppm} \leq Cr \leq 100\text{ppm}$ 、 $10\text{ppm} \leq Ca \leq 30\text{ppm}$;

和/或,所述酸为硫酸、盐酸、磷酸和草酸中的一种或多种;

和/或,所述钒溶液中V浓度为2~6mol/L,酸中阴离子与V的摩尔比为1.1~3;

和/或,所述降温速度为0.1~5°C/min。

3. 根据权利要求1所述超纯五氧化二钒的制备方法,其特征在于,步骤1所述含钒晶体为硫酸钒、硫酸氧钒、三氯化钒、二氯氧钒、草酸氧钒、磷酸氢氧钒、磷酸钒、以及他们的水合物中的一种或多种。

4. 根据权利要求1所述超纯五氧化二钒的制备方法,其特征在于,步骤2所述纯水的电导率 $\leq 10\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

5. 根据权利要求1所述超纯五氧化二钒的制备方法,其特征在于,步骤3所述络合剂为三聚磷酸钠、焦磷酸钠、六偏磷酸钠、单乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、氨三乙酸钠、乙二胺四乙酸二钠、二乙烯三胺五羧酸盐、酒石酸、葡萄糖酸钠和海藻酸钠中的一种或多种;

和/或,所述氧化剂为空气、氧气、臭氧、高氯酸、氯酸钠、氯酸钾、高锰酸钾、过硫酸铵、双氧水、氯化铵和过硫酸钠中的一种或多种;

和/或,所述铵源为氨水、碳酸铵和碳酸氢铵中的一种或多种;

和/或,所述含钒晶体溶液与络合剂液固比为3000:0.1~3000:1,所述含钒晶体溶液与氧化剂液固比为20:1~10:1,所述含钒晶体溶液与氨水体积比为3:1~1:1。

6. 根据权利要求1所述超纯五氧化二钒的制备方法,其特征在于,步骤4所述烘干后超纯AMV的水份 $\leq 2\%$ 。

7. 根据权利要求1所述超纯五氧化二钒的制备方法,其特征在于,步骤5所述煅烧温度为550~600°C,煅烧时间为0.5~5h。

8. 一种超纯五氧化二钒,其特征在于,采用上述方法制备而成,其纯度大于等于99.99%。

9. 根据权利要求8所述超纯五氧化二钒,其特征在于,超纯五氧化二钒中K、Na、Ca、S每种杂质元素均控制在10ppm以内,其他杂质元素均控制在5ppm以内,五氧化二钒中总杂质不超过100ppm。

10. 根据权利要求8所述超纯五氧化二钒,其特征在于,超纯五氧化二钒松装密度为0.8

~ 1.2。

一种超纯五氧化二钒及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及超纯五氧化二钒制备技术,尤其涉及一种超纯五氧化二钒及其制备方法。

背景技术

[0002] 中国专利CN105800689A公开了一种超纯五氧化二钒的制备方法,其采用下述工艺步骤:先进行预除杂,将含钒溶液中的磷和硅转移至固相除去,再进行钙化沉钒,将液相中的钒转移至钒酸钙相,将铬、锰、钾、钠等杂质留于液相除去,再将钒酸钙中的钒经碳酸氢铵和/或碳酸铵转溶至液相,将钙、磷、硅、铁和镁留于固相除去,再经过铵型阳离子交换系统,将液相残余的微量阳离子置换为铵离子,实现深度净化,再经冷却沉钒和脱氨煅烧得到五氧化二钒。上述技术方案存在如下问题:

[0003] 1、该技术方案除杂过程工序多、流程长且较复杂,固液转化过程均会有一些钒损失。

[0004] 2、其制备的五氧化二钒纯度在99.95%以上,未达到99.99%以上;

[0005] 3、该技术方案在反应过程会用到仲辛醇和/或正辛醇,会造成沉淀物碳酸钙中有机物含量增高,污染环境。

[0006] 中国专利CN102531054A公开了一种偏钒酸铵的提纯方法以及高纯度五氧化二钒的制备方法,主要包括以下步骤:将粗制偏钒酸铵溶于70至100°C的去离子水,调节溶液的pH值调节至8至10,并加入水溶性镁盐和/或钙盐,以与杂质阴离子生成沉淀,过滤后进一步将滤液的pH值调节至10至12,以使滤液中的杂质阳离子产生沉淀,向滤液中加入水溶性铵盐或浓氨水,并将溶液冷却至室温,以使偏钒酸铵析出,将得到的偏钒酸铵过滤并用去离子水洗涤,然后再次将得到的偏钒酸铵溶于70至100°C的去离子水,加入水溶性铵盐或浓氨水,过滤不溶物,然后将溶液冷却至室温,生成偏钒酸铵沉淀,将得到的偏钒酸铵过滤并清洗,脱水后在210至650°C下煅烧得到纯度为大于或等于99.9%的五氧化二钒。上述技术方案存在如下问题:

[0007] 1、该方法应用时局限性大,化学沉淀法使用水溶性盐除去杂质,药剂必须为分析纯以上纯度且使用量大,实施成本极高;

[0008] 2、由于杂质成分具有不确定性,加入药剂易超出理论量而引入新的杂质。

[0009] 中国专利CN103663557A公开了一种粗钒制备高纯五氧化二钒的方法,该方法将粗钒用烧碱溶解,溶解终点pH控制在7~8.5,静置过滤除去氢氧化铁胶体,然后向滤液中加入双氧水氧化,过滤,除去胶体;再用阴离子交换树脂,待树脂饱和后用酸溶液解析,解析液加入氨水沉钒,产出红钒,过滤,纯净水洗涤后,焙烧红钒产出纯度大于99.9%的高纯五氧化二钒。上述技术方案存在如下问题:

[0010] 1、该方法应用时局限性,常规离子交换法使用阴离子交换树脂进行离子除杂,存在选择性不专一的问题,易将阴离子杂质一同吸附于树脂上,解析后污染解析钒液的问题。

[0011] 2、该方法红钒用3~5倍体积的去离子水洗3~5次,洗水消耗大,后续浓缩过程能

耗高,且沉钒尾液中中含大量Cl离子,浓缩对设备防腐性能要求极高。

[0012] 3、该方法制得的高纯五氧化二钒产品纯度不能达到99.99%且产品杂质难于稳定控制,无法完全满足高端钒产品需求。

[0013] 随着技术发展,超纯 V_2O_5 的应用需求也在逐渐增加,包括基准试剂、靶材等。现有标准规定的 V_2O_5 纯度级别及相应的杂质元素含量指标已难以满足需求,特别超纯 V_2O_5 无法满足市场需求,这主要是由于国内外缺乏纯度99.99%以上超纯 V_2O_5 高效制备技术,进而导致超纯 V_2O_5 的价格高昂,如西格玛试剂网中超纯 V_2O_5 的售价达到1000元/克,且其纯度要求仅为99.95%。较低的产能及伴随的较高的价格限制了超纯 V_2O_5 的广泛应用。

发明内容

[0014] 本发明的目的在于,针对现有方法制备的五氧化二钒纯度较低的问题,提出一种超纯五氧化二钒的制备方法,该方法制备得到的五氧化二钒纯度大于等于99.99%,K、Na、Ca、S每种杂质元素均在10ppm以内,其他杂质元素均在5ppm以内,五氧化二钒中总杂质不超过100ppm。随着全钒液流电池技术的发展,本发明超纯五氧化二钒在高纯钒试剂领域具有良好的应用前景和大规模工业化推广潜力。

[0015] 需要注意的是,在本发明中,除非另有规定,涉及组成限定和描述的“包括”的具体含义,既包含了开放式的“包括”、“包含”等及其类似含义,也包含了封闭式的“由…组成”、“由…构成”等及其类似含义。

[0016] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案是:一种超纯五氧化二钒的制备方法,包括以下步骤:

[0017] 步骤1将钒氧化物、高纯水和酸混合,搅拌升温至70~100°C,反应0.5~3h将其完全溶解得到钒溶液,冷却降温至40~65°C,继续搅拌结晶5~20h,过滤得到含钒晶体;

[0018] 步骤2用高纯水溶解含钒晶体,得到V浓度为0.5~3mol/L的含钒晶体溶液;

[0019] 步骤3向含钒晶体溶液中先加入铵源调整溶液pH值为6~9;加入络合剂,调整溶液温度在40~80°C,再同时加入铵源和氧化剂,保证溶液pH值为6~9,反应0.5~2h,得到超纯AMV;

[0020] 步骤4将超纯AMV干燥脱水;

[0021] 步骤5氧化煅烧超纯AMV,煅烧温度为450~650°C,煅烧时间为0.5~8h,煅烧后得到超纯五氧化二钒。

[0022] 进一步地,步骤1所述钒氧化物为五氧化二钒、四氧化二钒、三氧化二钒和二氧化钒中的一种或多种,所述钒氧化物中包含的杂质及含量为:80ppm≤K≤500ppm、50ppm≤Na≤500ppm、5ppm≤Cr≤100ppm、10ppm≤Ca≤30ppm。

[0023] 进一步地,步骤1所述酸为硫酸、盐酸、磷酸和草酸中的一种或多种。

[0024] 进一步地,步骤1所述酸优选为硫酸,所述硫酸浓度不小于92.5%,GB/T 534中浓硫酸优等品。

[0025] 进一步地,步骤1所述钒溶液中V浓度为2~6mol/L,酸中阴离子与V的摩尔比为1.1~3,V浓度优选为5~6mol/L,酸中阴离子与V的摩尔比优选为1.4~2.0。

[0026] 进一步地,步骤1搅拌升温至90~100°C,反应2~3h将其完全溶解得到钒溶液。

[0027] 进一步地,步骤1所述冷却降温至50~60°C,搅拌结晶时间为8~15h。

[0028] 进一步地,步骤1所述降温速度为优选为 $0.3 \sim 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。降温速度对晶体的粒度有影响,降温速度过快会导致晶体粒度小,过滤困难,水份大,杂质高等问题。在上述特定降温速度下结晶得到的含钒晶体(例如 VOSO_4 晶体)粒度大,水分小,杂质含量低。

[0029] 进一步地,步骤1所述含钒晶体为硫酸钒、硫酸氧钒、三氯化钒(VCl_3)、二氯氧钒(VOCl_2)、草酸氧钒(VOC_2O_4)、磷酸氢氧钒(VOHPO_4)、磷酸钒(VPO_4)以及他们的水合物中的一种或多种。

[0030] 进一步地,步骤2所述含钒晶体溶液中V浓度为 $1 \sim 1.5\text{mol}/\text{L}$ 。

[0031] 进一步地,步骤2所述纯水的电导率 $\leq 10\text{uS}/\text{cm}$,优选为 $\leq 5\text{uS}/\text{cm}$ 。

[0032] 进一步地,步骤3先将含钒晶体溶液过滤,将不溶硅酸和钒渣过滤掉。

[0033] 进一步地,步骤3所述络合剂为三聚磷酸钠、焦磷酸钠、六偏磷酸钠,单乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、氨三乙酸钠(Na-NTA)、乙二胺四乙酸二钠(EDTA-2Na)、二乙烯三胺五羧酸盐(DTPA)、酒石酸、葡萄糖酸钠和海藻酸钠中的一种或多种,优选为 EDTA-2Na 。

[0034] 进一步地,步骤3所述氧化剂为空气、氧气、臭氧、高氯酸、氯酸钠、氯酸钾、高锰酸钾、过硫酸铵、双氧水、氯化铵和过硫酸钠中的一种或多种。所述氧化剂优选为双氧水,所述双氧水浓度为 $25 \sim 30\%$ 。

[0035] 进一步地,步骤3所述铵源为氨水、碳酸铵和碳酸氢铵中的一种或多种。所述铵源优选为氨水,氨水浓度为 $10 \sim 25\%$ 。

[0036] 进一步地,步骤3所述含钒晶体溶液与络合剂液固比为 $3000:0.1 \sim 3000:1$,所述含钒晶体溶液与氧化剂液固比为 $20:1 \sim 10:1$,所述含钒晶体溶液与氨水体积比为 $3:1 \sim 1:1$ 。

[0037] 进一步地,步骤3调整溶液温度在 $50 \sim 80^{\circ}\text{C}$,同时加入铵源和氧化剂,保证溶液pH值为 $7 \sim 8$,待溶液反应中的固体沉淀全部被氧化变成无色或淡黄色溶液后,继续反应 $0.5 \sim 1\text{h}$,得到超纯AMV。

[0038] 进一步地,步骤4所述烘干后超纯AMV的水份 $\leq 2\%$ 。

[0039] 进一步地,步骤5所述煅烧温度为 $550 \sim 600^{\circ}\text{C}$,煅烧时间为 $0.5 \sim 5\text{h}$ 。

[0040] 本发明的另一个目的还公开了一种超纯五氧化二钒,采用上述方法制备而成,其纯度大于等于 99.99% 。

[0041] 进一步地,所述超纯五氧化二钒中 $\text{V}_2\text{O}_4 \leq 0.1\%$,颜色为橘黄色,外观无黑点。需要说明五氧化二钒中的四氧化二钒不是杂质,是低价钒,四氧化二钒含量过高会影响五氧化二钒的外观,是黑色的。

[0042] 进一步地,超纯五氧化二钒中K、Na、Ca、S每种杂质元素均控制在 10ppm 以内,其他杂质元素均可以控制在 5ppm 以内,五氧化二钒中总杂质不超过 100ppm 。

[0043] 进一步地,所述超纯五氧化二钒松装密度为 $0.8 \sim 1.2$ 。

[0044] 进一步地,所述超纯五氧化二钒形貌为团聚类球形,粒度 D_{90} 为 $200 \sim 400\mu\text{m}$ 。

[0045] 本发明的另一个目的还公开了一种超纯五氧化二钒在高纯钒试剂和靶材领域的用途。

[0046] 本发明超纯五氧化二钒及其制备方法,与现有技术相比较具有以下优点:

[0047] 1) 本发明超纯五氧化二钒制备方法是一种阳离子除杂、阴离子除杂及络合除杂相结合的方法,首先使钒变成阳离子,通过结晶工艺将钒与阳离子杂质进行分离;在沉钒过程中,加入络合剂使杂质阳离子保持可溶,加入铵盐使钒以偏钒酸铵的形式沉淀,与杂质阴离

子分离。本发明能够实现阴阳离子的同时深度除杂,获得超纯钒产品。

[0048] 2) 本发明制备的超纯五氧化二钒纯度在99.99%及以上;

[0049] 3) 本发明超纯五氧化二钒制备方法,生产工艺简单可靠,且成本低廉。

附图说明

[0050] 图1为本发明超纯五氧化二钒的制备方法流程图。

具体实施方式

[0051] 以下,结合实施例对本发明进一步说明。以下所记载的技术特征的说明基于本发明的代表性的实施方案、具体例子而进行,但本发明不限于这些实施方案、具体例子。需要说明的是:

[0052] 如无特殊声明,本说明书中所使用的单位均为国际标准单位,并且本发明中出现的数值,数值范围,均应当理解为包含了工业生产中所不可避免的系统性误差。

[0053] 本说明书中,使用“数值A~数值B”表示的数值范围是指包含端点数值A、B的范围。

[0054] 本说明书中,使用“以上”或“以下”表示的数值范围是指包含本数的数值范围。

[0055] 本说明书中,使用“可以”表示的含义包括了进行某种处理以及不进行某种处理两方面的含义。

[0056] 本说明书中,使用“任选”或“任选的”表示某些物质、组分、执行步骤、施加条件等因素使用或者不使用。

[0057] 本说明书中,使用“常温”、“室温”时,其温度可以是15-25℃。

[0058] 本说明书中,所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市购获得的常规产品。

[0059] 如无特殊说明,本发明所述%均为质量百分含量。

[0060] 实施例1

[0061] 实施例1公开了一种超纯五氧化二钒,如图1所示,其制备方法包括以下步骤:

[0062] 步骤1在300ml高纯水中加入403g浓硫酸,再加入220g四氧化二钒(四氧化二钒中包含的杂质及含量为:K 300ppm,Na 200ppm,Cr 18ppm,Ca 30ppm),搅拌升温至95℃,反应3h将其完全溶解,冷却降温至50℃,继续搅拌结晶10h,过滤得到硫酸氧钒晶体。

[0063] 步骤2用高纯水溶解硫酸氧钒,调整 $V=1.2\text{mol/L}$ 得到含钒结晶溶液。

[0064] 步骤3向硫酸氧钒溶液中先加入12%氨水调整溶液pH至8,加入络合剂EDTA-2Na,调整溶液温度在60℃,再同时加入12%氨水和高氯酸,保证溶液pH在7~8,待溶液反应中的固体沉淀全部被氧化变成淡黄色溶液后,继续反应1h,得到超纯AMV。所述硫酸氧钒溶液与络合剂EDTA-2Na液固比为3000:0.5,所述硫酸氧钒溶液与高氯酸液固比为15:1,所述硫酸氧钒溶液与12%氨水体积比为2:1。

[0065] 步骤4将AMV干燥脱水,烘干至水份 $\leq 2\%$,以下简称超纯干AMV。

[0066] 步骤5将超纯干AMV用动态管式炉进行氧化煅烧,煅烧温度为600℃,煅烧时间为1h,煅烧后得到超纯五氧化二钒,纯度为99.995%。

[0067] 实施例1硫酸氧钒晶体杂质的检测数据汇总如表1所示。

[0068] 表1硫酸氧钒晶体杂质检测数据

[0069]	K(wt%)	Na(wt%)	Fe(wt%)	Al(wt%)	Cr(wt%)	Ca(wt%)	Mg(wt%)
[0070]	0.0005	0.0005	0.0002	0.0006	0.0001	0.0003	0.0001

[0071] 实施例1超纯干AMV杂质检测数据汇总如表2所示。

[0072] 表2超纯干AMV杂质检测数据

[0073]	K(wt%)	Na(wt%)	Fe(wt%)	Al(wt%)	Cr(wt%)	Ca(wt%)	Mg(wt%)
	0.0002	0.0002	0.0000	0.0002	0.0001	0.0000	0.0002

[0074] 从表2可以看出,超纯AMV中K、Na、Ca等每种杂质元素均控制在3ppm以内。

[0075] 实施例1中超纯五氧化二钒检测数据汇总如表3所示。

[0076] 表3超纯五氧化二钒检测数据

[0077]	V ₂ O ₅ (wt%)	K (wt%)	Na (wt%)	Fe (wt%)	Al (wt%)	Cr (wt%)	Ca (wt%)	Mg (wt%)	S (wt%)
	99.995	0.0003	0.0003	0.0000	0.0003	0.0001	0.0000	0.0003	0.0006

[0078] 从表4可以看出,本实施例制备的超纯五氧化二钒的V₂O₅含量均可以达到99.995%,K、Na、Ca、S等每种杂质元素可以控制在6ppm以内,五氧化二钒中总杂质不超过100ppm。

[0079] 实施例2

[0080] 实施例2公开了一种超纯五氧化二钒,如图1所示,其制备方法包括以下步骤:

[0081] 步骤1在300ml高纯水中加入240g五氧化二钒(五氧化二钒中包含的杂质及含量为:K 200ppm,Na 200ppm,Cr 20ppm,Ca 20ppm),再加入507g二水草酸,搅拌升温至95°C,反应3h将其完全溶解,冷却降温至50°C,继续搅拌结晶12h,过滤得到草酸氧钒晶体。

[0082] 步骤2用高纯水溶解草酸氧钒,调整V=1.4mol/L得到含钒结晶溶液。

[0083] 步骤3向草酸氧钒溶液中先加入碳酸铵调整溶液pH至8,加入络合剂海藻酸铵,调整溶液温度在60°C,再同时加入碳酸铵和过硫酸铵,保证溶液pH在7~8,待溶液反应中的固体沉淀全部被氧化变成淡黄色溶液后,继续反应0.8h,得到超纯AMV。所述草酸氧钒溶液与络合剂海藻酸钠液固比为3000:0.4,所述草酸氧钒溶液与过硫酸铵液固比为13:1,所述草酸氧钒溶液与碳酸铵体积比为3:1。

[0084] 步骤4将AMV干燥脱水,烘干至水份≤2%,以下简称超纯干AMV。

[0085] 步骤5将超纯干AMV用动态管式炉进行氧化煅烧,煅烧温度为590°C,煅烧时间为1.5h,煅烧后得到超纯五氧化二钒,纯度为99.992%。

[0086] 实施例2草酸氧钒晶体杂质的检测数据汇总如表4所示。

[0087] 表4草酸氧钒晶体杂质检测数据

[0088]	K(wt%)	Na(wt%)	Fe(wt%)	Al(wt%)	Cr(wt%)	Ca(wt%)	Mg(wt%)
	0.0010	0.0008	0.0003	0.0008	0.0002	0.0005	0.0001

[0089] 实施例2超纯干AMV杂质检测数据汇总如表5所示。

[0090] 表5超纯干AMV杂质检测数据

[0091]	K(wt%)	Na(wt%)	Fe(wt%)	Al(wt%)	Cr(wt%)	Ca(wt%)	Mg(wt%)
--------	--------	---------	---------	---------	---------	---------	---------

0.0002	0.0000	0.0000	0.0002	0.0002	0.0000	0.0001
--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

[0092] 从表2可以看出,超纯AMV中K、Na、Ca等每种杂质元素均控制在3ppm以内。

[0093] 实施例2中超纯五氧化二钒检测数据汇总如表6所示。

[0094] 表6超纯五氧化二钒检测数据

V ₂ O ₅ (wt%)	K (wt%)	Na (wt%)	Fe (wt%)	Al (wt%)	Cr (wt%)	Ca (wt%)	Mg (wt%)	S (wt%)
99.992	0.0003	0.0000	0.0000	0.0003	0.0003	0.0000	0.0001	0.0008

[0096] 从表6可以看出,本实施例制备的超纯五氧化二钒的V₂O₅含量为99.992%,K、Na、Ca、S等每种杂质元素可以控制在10ppm以内,五氧化二钒中总杂质不超过100ppm。

[0097] 实施例3

[0098] 实施例3公开了一种超纯五氧化二钒,如图1所示,其制备方法包括以下步骤:

[0099] 步骤1在300ml高纯水中加入403g浓硫酸,再加入200g三氧化二钒(三氧化二钒中包含的杂质及含量为:K 250ppm,Na 200ppm,Cr 15ppm,Ca 20ppm),搅拌升温至95°C,反应3h将其完全溶解,冷却降温至50°C,继续搅拌结晶13h,过滤得到硫酸钒晶体。

[0100] 步骤2用高纯水溶解硫酸钒,调整V=1.3mol/L得到含钒结晶溶液。

[0101] 步骤3向硫酸钒溶液中先加入碳酸氢铵调整溶液pH至8,加入络合剂葡萄糖酸钠,调整溶液温度在60°C,再同时加入碳酸氢铵和过硫酸钠,保证溶液pH在7~8,待溶液反应中的固体沉淀全部被氧化变成淡黄色溶液后,继续反应1h,得到超纯AMV。所述硫酸钒溶液与络合剂葡萄糖酸钠液固比为3000:0.6,所述硫酸钒溶液与过硫酸钠液固比为16:1,所述硫酸钒溶液与碳酸氢铵体积比为2:1。

[0102] 步骤4将AMV干燥脱水,烘干至水份≤2%,以下简称超纯干AMV。

[0103] 步骤5将超纯干AMV用动态管式炉进行氧化煅烧,煅烧温度为580°C,煅烧时间为2h,煅烧后得到超纯五氧化二钒,纯度为99.994%。

[0104] 实施例3硫酸钒晶体杂质的检测数据汇总如表7所示。

[0105] 表7硫酸钒晶体杂质检测数据

K (wt%)	Na (wt%)	Fe (wt%)	Al (wt%)	Cr (wt%)	Ca (wt%)	Mg (wt%)
0.0008	0.0004	0.0002	0.0007	0.0002	0.0001	0.0001

[0107] 实施例3超纯干AMV杂质检测数据汇总如表8所示。

[0108] 表8超纯干AMV杂质检测数据

K (wt%)	Na (wt%)	Fe (wt%)	Al (wt%)	Cr (wt%)	Ca (wt%)	Mg (wt%)
0.0000	0.0003	0.0000	0.0000	0.0001	0.0000	0.0001

[0110] 从表8可以看出,超纯AMV中K、Na、Ca等每种杂质元素均控制在5ppm以内。

[0111] 实施例3中超纯五氧化二钒检测数据汇总如表9所示。

[0112] 表9超纯五氧化二钒检测数据

V ₂ O ₅ (wt%)	K (wt%)	Na (wt%)	Fe (wt%)	Al (wt%)	Cr (wt%)	Ca (wt%)	Mg (wt%)	S (wt%)
99.994	0.0000	0.0004	0.0000	0.0000	0.0001	0.0000	0.0001	0.0006

[0114] 从表9可以看出,本实施例制备的超纯五氧化二钒的 V_2O_5 含量为99.994%,K、Na、Ca、S等每种杂质元素可以控制在10ppm以内,五氧化二钒中总杂质不超过100ppm。

[0115] 实施例4

[0116] 实施例4公开了一种超纯五氧化二钒,如图1所示,其制备方法包括以下步骤:

[0117] 步骤1在300ml高纯水中加入220g磷酸,再加入220g四氧化二钒(四氧化二钒中包含的杂质及含量为:K 100ppm,Na 200ppm,Cr 10ppm,Ca 20ppm),搅拌升温至95°C,反应3h将其完全溶解,冷却降温至50°C,继续搅拌结晶15h,过滤得到磷酸氢氧钒晶体。

[0118] 步骤2用高纯水溶解磷酸氢氧钒,调整 $V=1.5\text{mol/L}$ 得到含钒结晶溶液。

[0119] 步骤3向磷酸氢氧钒溶液中先加入碳酸铵调整溶液pH至8,加入络合剂二乙醇胺,调整溶液温度在60°C,再同时加入碳酸铵和氯酸钠,保证溶液pH在7~8,待溶液反应中的固体沉淀全部被氧化变成淡黄色溶液后,继续反应1h,得到超纯AMV。所述磷酸氢氧钒溶液与络合剂二乙醇胺液固比为3000:0.5,所述磷酸氢氧钒溶液与氯酸钠液固比为18:1,所述磷酸氢氧钒溶液与碳酸铵体积比为2:1。

[0120] 步骤4将AMV干燥脱水,烘干至水份 $\leq 2\%$,以下简称超纯干AMV。

[0121] 步骤5将超纯干AMV用动态管式炉进行氧化煅烧,煅烧温度为600°C,煅烧时间为2h,煅烧后得到超纯五氧化二钒,纯度为99.995%。

[0122] 实施例4磷酸氢氧钒晶体杂质的检测数据汇总如表10所示。

[0123] 表10磷酸氢氧钒晶体杂质检测数据

[0124]

K (wt %)	Na (wt %)	Fe (wt %)	Al (wt %)	Cr (wt %)	Ca (wt %)	Mg (wt %)
0.0014	0.0008	0.0003	0.0008	0.0003	0.0007	0.0002

[0125] 实施例4超纯干AMV杂质检测数据汇总如表11所示。

[0126] 表11超纯干AMV杂质检测数据

[0127]

K (wt %)	Na (wt %)	Fe (wt %)	Al (wt %)	Cr (wt %)	Ca (wt %)	Mg (wt %)
0.0002	0.0001	0.0001	0.0001	0.0003	0.0000	0.0002

[0128] 从表11可以看出,超纯AMV中K、Na、Ca等每种杂质元素均控制在5ppm以内。

[0129] 实施例4中超纯五氧化二钒检测数据汇总如表12所示。

[0130] 表12超纯五氧化二钒检测数据

[0131]

V_2O_5 (wt%)	K (wt%)	Na (wt%)	Fe (wt%)	Al (wt%)	Cr (wt%)	Ca (wt%)	Mg (wt%)	S (wt%)
99.995	0.0003	0.0001	0.0001	0.0001	0.0004	0.0000	0.0003	0.0005

[0132] 从表12可以看出,本实施例制备的超纯五氧化二钒的 V_2O_5 含量为99.995%,K、Na、Ca、S等每种杂质元素可以控制在10ppm以内,五氧化二钒中总杂质不超过100ppm。

[0133] 最后应说明的是:以上各实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述各实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分或者全部技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的范围。

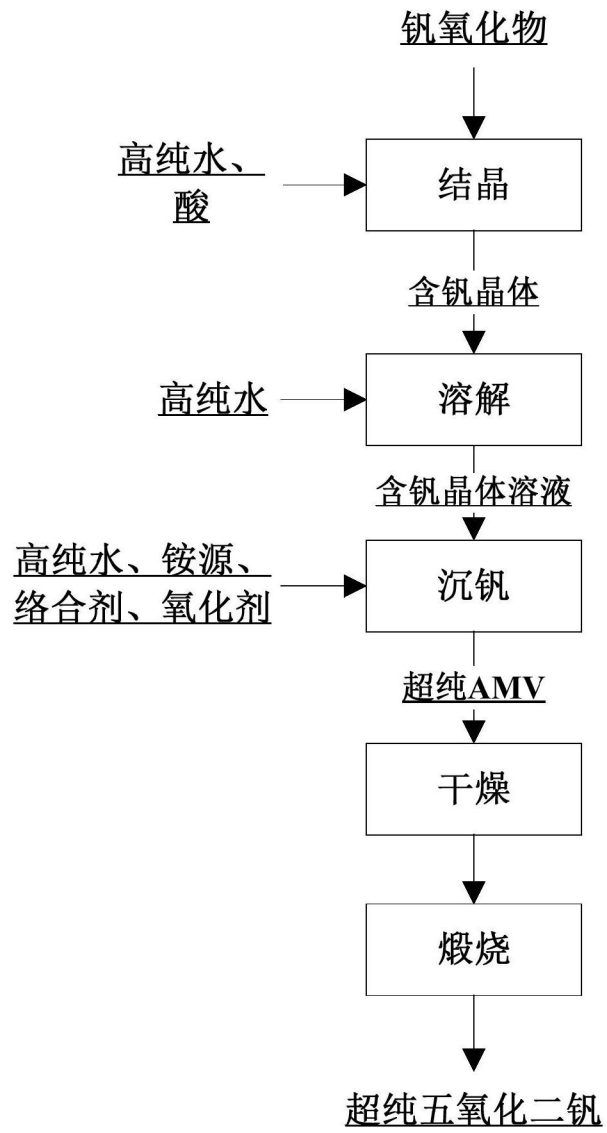


图1