

ПОЛУЧЕНИЕ ДВУОКСИ ВАНАДИЯ ВОССТАНОВЛЕНИЕМ ВАНАДИЕВОГО АНГИДРИДА АММИАКОМ

Г. Н. ХОДАЛЕВИЧ, Л. П. ГЕВЛИЧ

(Представлена семинаром кафедр неорганической химии ХТФ)

В предлагаемой работе рассмотрен метод получения двуокиси ванадия VO_2 восстановлением ванадиевого ангидрида аммиаком при разных температурах. Двуокись ванадия может быть получена следующими способами:

1) осторожным окислением полтораокиси ванадия кислородом воздуха по Куку [1];

2) путем длительного нагревания смеси полтораокиси ванадия с ванадиевым ангидридом [2];

3) разложением щавелевокислого ванадила при нагревании [2].

Получение двуокиси ванадия по первым двум способам невыгодно, так как связано с большой затратой времени, соответственно 3—8 суток. Третий способ, приведенный в руководстве Брауэра, был нами использован в предыдущей работе, в которой были конкретизированы условия синтеза двуокиси по этому способу.

В данной же работе двуокись ванадия была получена восстановлением аммиаком порошка ванадиевого ангидрида. Восстановление проводилось в интервале температур 300—500°C при постоянном токе аммиака. Газообразный аммиак получали из 25%-ного раствора аммиака (ч. д. а), который приливали по каплям в колбу Вюрца, содержащую сухой гидрат окиси калия.

Условия получения

Навеску ванадиевого ангидрида, тщательно растертую в фарфоровой ступке, насыпали в фарфоровую лодочку и помещали в кварцевую трубку, которую вносили в электрическую печь. До достижения заданной температуры восстановления через трубку пропускали ток углекислого газа. По достижении соответствующей температуры ток углекислого газа прекращали и пропускали аммиак со скоростью 15 л/час в течение 30 мин.

По истечении времени восстановления подачу аммиака прекращали, и полученный продукт охлаждали в токе углекислого газа до 80°C. Окончательное охлаждение полученного продукта проводилось в эксикаторе. Восстановление ванадиевого ангидрида в токе аммиака проводилось в интервале температур 300—500°C, в котором температурный режим менялся каждые 15—25°C.

Наилучший процент восстановления ванадиевого ангидрида до двуокиси ванадия был достигнут при температуре 390°C (табл. 1). Конеч-

ный продукт VO_2 — двуокись ванадия — порошок сине-черного цвета. Количественное определение ванадия в полученном продукте проводилось методом перманганатометрии.

Таблица 1

t °C	Время восстановления в минутах	Навеска ванадиевого ангидрида	Вес продукта восстановления	Содержание ванадия в продукте восстановления в %
305°	30	0,4497	0,4269	39,4
325°	30	0,4554	0,4276	46
350°	30	0,4505	0,4172	53,8
375°	30	0,4545	0,4160	56,8
390°	30	0,4550	0,4148	61
405°	30	0,4499	0,4099	61,8
410°	30	0,4551	0,4158	62,1
430°	30	0,4499	0,3969	74
450°	30	0,4551	0,4026	121

Содержание ванадия в двуокиси ванадия, полученной при температуре 390°С равно 61,0%, теоретически 61,42%. При более высоких температурах восстановление идет с образованием окислов ванадия низших валентностей.

Выводы

Разработан способ восстановления ванадиевого ангидрида до двуокиси ванадия.

Найдены оптимальные температурные условия восстановления ванадиевого ангидрида аммиаком.

ЛИТЕРАТУРА

1. O. A. Cook, J. Amer. Chem. Soc 69, 331, 1947.
2. Руководство по препаративной неорганической химии под редакцией И. Л. Брауэра, М., 1956.
3. Б. В. Некрасов. Основы общей химии, М., 1967.