



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115340076 B

(45) 授权公告日 2024. 05. 03

(21) 申请号 202210871671.X

C03C 1/04 (2006.01)

(22) 申请日 2022.07.22

C05C 3/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 115340076 A

(43) 申请公布日 2022.11.15

(73) 专利权人 承德莹科精细化工股份有限公司

地址 067500 河北省承德市平泉市平泉镇
东三家村

(72) 发明人 朱建平 林玉果 刘明钢 闫宏伟

黄雪锋 田厦 丛伟孜

(74) 专利代理机构 西安匠星互智知识产权代理

有限公司 61291

专利代理师 王凯敏

(51) Int. Cl.

C01B 25/37 (2006.01)

C01C 1/16 (2006.01)

C03C 1/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 105087004 A, 2015.11.25

CN 113044823 A, 2021.06.29

US 2009298672 A1, 2009.12.03

US 2011068295 A1, 2011.03.24

CN 110040708 A, 2019.07.23

JP 2007284304 A, 2007.11.01

US 5746944 A, 1998.05.05

CN 103553014 A, 2014.02.05

CN 101460402 A, 2009.06.17

詹献.磷酸沉淀法生产磷酸铈铈的工艺研究.《稀有金属与硬质合金》.2013,第18-25页.

冯新培.荧光级磷酸镧铈试合成工艺的研究.《中国稀土学会第四届学术年会》.2000,第491-492页.

审查员 孔维

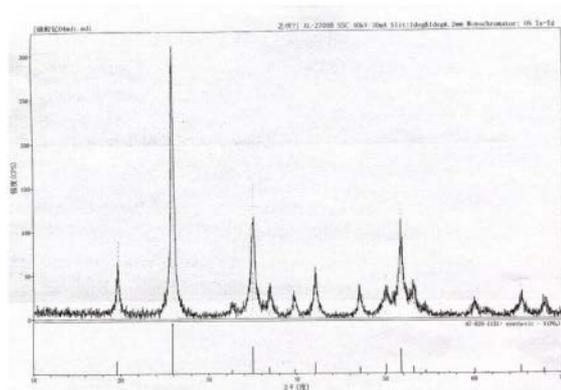
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种磷酸铈的制备方法

(57) 摘要

为解决目前的制备方法很难量产高纯度磷酸铈的技术问题,本发明提供了一种磷酸铈的制备方法,先采用盐酸溶解三氧化二铈得到氯化铈溶液,利用偏锡酸吸附除去溶液中的重金属杂质,同时,采用质量分数为1.5-2.5%的盐酸去除铁杂质,沉降、过滤后,能够得到纯净的氯化铈溶液。进一步的,向除杂后的氯化铈溶液中加入稀释的磷酸溶液,由于磷酸与氯化铈反应,副产为盐酸,其磷酸铈基本溶解在盐酸中因此析出较少,可直接作为晶种,向其中先加入少量氨水中,和少量盐酸制备磷酸铈晶种,然后再继续加入氨水,充分反应后形成粒子,得到磷酸铈合成液;对得到的磷酸铈合成液脱水、采用特殊的梯度烘干工艺,得到纯度大于99.9%的磷酸铈。



1. 一种磷酸钇的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1、纯化三氧化二钇

用高纯水将分析纯盐酸稀释到质量分数为15-22%,然后向其中加入三氧化二钇,升温至70-75℃搅拌反应30-60分钟,溶解至透明,加高纯水稀释至比重为1.1-1.12后,向反应液中加入偏锡酸和质量分数为1.5-2.5%的盐酸,加入偏锡酸的质量为所述三氧化二钇质量的1/500-1/1000,充分搅拌,沉降,过滤上清液,中控上清液中铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒含量均小于0.1ppm,得到纯净的氯化钇溶液;

步骤2、合成磷酸钇

步骤2.1、将食品级磷酸中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒含量均小于0.1ppm,加水稀释到质量分数为15-20%,加入到所述氯化钇溶液中,搅拌、升温至70-80℃;

步骤2.2、将试剂级氨水中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒含量均小于0.1ppm,加高纯水稀释到质量分数为8-9.5%,先加入理论质量1/10-1/15的稀释后的氨水至步骤2.1的合成液中,保温85-90℃搅拌反应30-60分钟形成晶种,再向合成液中继续加入稀释后的氨水,调整PH值至2.5-3.5,保温85-90℃搅拌反应2-3小时,使粒子充分形成,得到磷酸钇合成液;

步骤3、脱水烘干磷酸钇

步骤3.1、对所述磷酸钇合成液压滤,然后水洗至PH为5-6,得到磷酸钇滤饼;

步骤3.2、将所述磷酸钇滤饼进行梯度烘干:

第一梯度:200-300℃,烘干2-3小时;

第二梯度:500-600℃,烘干2-3小时,得到高纯度磷酸钇。

2. 根据权利要求1所述的磷酸钇的制备方法,其特征在于:步骤1中加高纯水稀释至比重为1.1。

3. 根据权利要求2所述的磷酸钇的制备方法,其特征在于:步骤2.2中调整PH值至2.7。

4. 根据权利要求3所述的磷酸钇的制备方法,其特征在于:步骤3.1具体为:将磷酸钇合成液打入到板框压滤机中,采用1500目以上滤布进行压滤,水洗,水洗至PH为5-6,得到磷酸钇滤饼。

5. 一种高纯度磷酸钇,其特征在于:采用权利要求1-4任一所述的方法制备。

6. 一种光学玻璃,其特征在于:在玻璃熔制过程中,加入权利要求5所述的高纯度磷酸钇。

一种磷酸钇的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种磷酸钇的制备方法。

背景技术

[0002] 磷酸钇主要应用在特殊陶瓷、荧光材料、特种光学玻璃中,加入磷酸钇的光学玻璃会显示出特殊的光性、折射率,但要求的指标也相当严格,要求其中铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒均小于0.5ppm,目前市面上极少有生产高纯度磷酸钇的厂家,大多数为实验室产品,很难量产。但随着光学玻璃行业的快速发展,对高纯度磷酸钇的需要量越来越大,因此亟需一种高纯度磷酸钇的制备方法以满足日益增长的需求。

发明内容

[0003] 为了解决目前的制备方法很难量产高纯度磷酸钇的技术问题,本发明提供了一种磷酸钇的制备方法,可生产出纯度达到99.9%以上的磷酸钇。

[0004] 本发明的技术方案是:

[0005] 一种磷酸钇的制备方法,其特殊之处在于,包括以下步骤:

[0006] 步骤1、钇盐纯化

[0007] 用高纯水将分析纯盐酸稀释到质量分数为15-22%,然后向其中加入三氧化二钇,升温至70-75℃搅拌反应30-60分钟,溶解至透明,加高纯水稀释至比重为1.1-1.12后,向反应液中加入偏锡酸和质量分数为1.5-2.5%的盐酸,加入偏锡酸的质量为所述三氧化二钇质量的1/500-1/1000,充分搅拌,沉降,过滤上清液,中控上清液中铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒含量均小于0.1ppm,得到纯净的氯化钇溶液;反应方程式: $Y_2O_3+6HCl=YCl_3+3H_2O$;本步骤中通过偏锡酸吸附沉降过度金属杂质,通过质量分数为1.5-2.5%的盐酸增强铁的去除效果;

[0008] 步骤2、合成磷酸钇

[0009] 步骤2.1、将食品级磷酸中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒含量均小于0.1ppm,加水稀释到质量分数为15-20%,加入到所述氯化钇溶液中,搅拌、升温至70-80℃;反应方程式: $YCl_3+H_3PO_4=YPO_4+3HCl$;

[0010] 步骤2.2、将试剂级氨水中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒含量均小于0.1ppm,加高纯水稀释到质量分数为8-9.5%,先加入一小部分稀释后的氨水至步骤2.1的合成液中,保温85-90℃搅拌反应30-60分钟制备晶种,再向合成液中继续加入稀释后的氨水,调整PH值至2.5-3.5,保温85-90℃搅拌反应2-3小时,使粒子充分形成,得到磷酸钇合成液;由于上一步骤氯化钇与磷酸反应生成盐酸,大多数的磷酸钇都会被溶解到盐酸当中,因而本步骤加入氨水中和盐酸,将盐酸转化为氯化铵,使磷酸钇从盐酸中析出来;之所以调整PH值为2.5-3.5是为了防止磷酸钇水解,以及尽可能减少/防止磷酸一氢钇和/或磷酸二氢钇的生成;

[0011] 步骤3、脱水烘干磷酸钇

[0012] 步骤3.1、将磷酸钇合成液压滤,然后水洗至PH为5-6(此时母液中氯离子质量分数小于0.02%),得到磷酸钇滤饼;

[0013] 步骤3.2、将所述磷酸钇滤饼进行梯度烘干：

[0014] 第一梯度：200-300℃，烘干2-3小时；

[0015] 第二梯度：500-600℃，烘干2-3小时，得到磷酸钇。经检测，其纯度大于99.9%，铁小于1ppm，钴、镍、铜、镉、铬、钒均小于0.5ppm，五氧化二磷含量为38.5±1%。

[0016] 进一步地，步骤1中加高纯水稀释至比重为1.1时，除杂效果最好。

[0017] 进一步地，为了更好的形成晶种，步骤2.2中先加入理论质量1/10-1/15的氨水至步骤2.1的合成液中。

[0018] 进一步地，为了防止磷酸一氢钇和磷酸二氢钇的生成，步骤2.2中调整PH值至2.7。

[0019] 进一步地，步骤3.1具体为：将磷酸钇合成液打入到板框压滤机中，采用1500目以上滤布进行压滤，水洗，水洗至PH为5-6，得到磷酸钇滤饼。

[0020] 一种高纯度磷酸钇，其特殊之处在于：采用上述的方法制备。

[0021] 一种光学玻璃，其特殊之处在于：在玻璃熔制过程中，加入上述高纯度磷酸钇。

[0022] 本发明的有益效果是：

[0023] 1. 本发明采用易获得的三氧化二钇作为主要原料，考虑到若将三氧化二钇与磷酸直接合成，得到的磷酸钇纯度不够，杂质金属指标较高。故本发明采用多段转化的方式，先采用盐酸溶解三氧化二钇得到氯化钇溶液，由于氯化钇溶液显酸性，采用偏锡酸作为吸附剂，吸附除去溶液中的重金属杂质，同时，采用质量分数为1.5-2.5%的盐酸去除铁杂质，沉降、过滤后，能够得到纯净的氯化钇溶液。进一步的，向除杂后的氯化钇溶液中加入稀释的磷酸溶液，由于磷酸与氯化钇反应，副产为盐酸，其磷酸钇基本溶解在盐酸中因此析出较少，可直接作为晶种，向其中先加入少量氨水中和少量盐酸制备磷酸钇晶种，然后再继续加入氨水，充分反应后形成粒子，得到磷酸钇合成液；对得到的磷酸钇合成液脱水、采用特殊的梯度烘干工艺，得到纯度大于99.9%的磷酸钇，其铁含量小于1ppm，钴、镍、铜、镉、铬、钒含量小于0.5ppm。

[0024] 2. 对本发明步骤3.1中的母液回收、过滤、蒸发浓缩可得到氯化铵晶体，可用于其他用途，例如作为化肥。

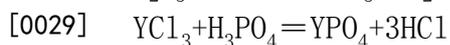
附图说明

[0025] 图1是本发明实施例1制备得到的磷酸钇的XRD图。

具体实施方式

[0026] 市场上生产的磷酸钇主要用于荧光材料及特殊陶瓷，其对金属杂质要求并不高，随着磷酸盐光学玻璃材料技术发展，磷酸钇作为光学玻璃添加剂，应用日渐广泛。作为一种光学玻璃添加剂，对其纯度与金属杂质（铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等）均有很高的指标要求。本发明提供的磷酸钇的制备工艺简单，可有效制备含量达到99.99%、金属杂质铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等均小于0.5ppm的高纯度磷酸钇，并且本发明的制备方法工业化操作设备简单、生产条件温和，废水废气排放极低，工艺稳定可靠。

[0027] 主要反应方程式：



[0030] 以下结合附图及具体实例对本发明做进一步的描述。

[0031] 实施例1

[0032] 本实施例通过以下步骤制备高纯磷酸钇：

[0033] 步骤1、三氧化二钇纯化

[0034] 取分析纯盐酸160kg加入到反应釜中，加入高纯水稀释到质量分数为15%，向其中加入60kg三氧化二钇，盐酸与三氧化二钇的摩尔比为6:1，升温至70℃搅拌反应30分钟，溶解至透明，加高纯水稀释至比重为1.11，向其中加入60g偏锡酸（质量为三氧化二钇质量的1/1000）和少量质量分数为1.5-2.5%的盐酸（盐酸是为了除去三氧化二钇原料中的铁杂质，可根据原料中铁杂质含量估算盐酸用量，稍过量也可，后续会有氨水中和），沉降8小时后，将沉降的上清液通过1微米的滤芯过滤，中控上清液中铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm，得到纯净的氯化钇溶液；

[0035] 步骤2、磷酸钇合成

[0036] 步骤2.1、将食品级磷酸（质量分数为85%）中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm，取61kg加高纯水稀释到质量分数为15%，加入到步骤1得到的纯净的氯化钇溶液中，搅拌、升温至80℃；

[0037] 步骤2.2、将试剂级氨水中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm，加高纯水稀释到质量分数为8%，先缓慢加入理论质量1/10的稀释后氨水到步骤2.1得到的合成液中，保温85℃搅拌反应60分钟形成晶种，再继续加入稀释后的氨水调整PH值至2.5，保温85℃搅拌反应2小时，使粒子充分形成，得到磷酸钇合成液；

[0038] 步骤3、磷酸钇脱水烘干

[0039] 步骤3.1、将磷酸钇合成液打入到板框压滤机中，采用1500目滤布进行压滤，水洗，水洗至PH为5（此时测得母液中氯离子小于0.02%），得到磷酸钇滤饼；

[0040] 步骤3.2、将磷酸钇滤饼放到瓷盘子中铺平进行梯度烘干：

[0041] 第一梯度250℃烘干2小时；

[0042] 第二梯度550℃烘干3小时，得到目标产品。

[0043] 目标产品经过xrd定性为磷酸钇，如附图1所示。

[0044] 目标产品经过喹钼柠酮混合液法测定其中 P_2O_5 含量为38.3%；通过安捷伦5110-ICP-OES检测，得到产品中钴、镍、钛、钒、铬、镉、铜、铅均小于0.5ppm、铁含量为0.88ppm，指标符合要求。具体化验分析结果如下表所示：

[0045] 表1

品名： 磷酸钇	样品 类型	检验 方式	检测仪器		仪器工况		工作时长		标准配置日期					
分子式： YPO ₄	车间 取样	仪器 分析	5110 ICP-OES		点火正常工作 稳定		30 分钟		2022 年 1 月 25 日					
名称/批次	批量	取样 地点	检测结果											
			Co ppm	Cr ppm	Ti ppm	Cu ppm	Fe ppm	Mn ppm	Ni ppm	V ppm	Cd ppm	P ₂ O ₅ %	灼减 %	含量 %
磷酸钇 001	100kg	车间 库房	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	0.88	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	38.3	0.15	99.99

[0047] 实施例2

[0048] 本实施例通过以下步骤制备高纯磷酸钇：

[0049] 步骤1、三氧化二钇纯化

[0050] 取分析纯盐酸212.6kg加入到反应釜中,加入高纯水稀释到质量分数为20%,向其中加入80kg三氧化二钇,盐酸与三氧化二钇的摩尔比约为6:1,升温至70℃搅拌反应60分钟,溶解至透明,加高纯水稀释至比重为1.12,向其中加入100g偏锡酸(质量为三氧化二钇质量的1/800)和少量质量分数为1.8%的盐酸(盐酸是为了除去三氧化二钇原料中的铁杂质,可根据原料中铁杂质含量估算盐酸用量,稍过量也可,后续会有氨水中和),沉降8小时后,将沉降的上清液通过1微米的滤芯过滤,中控上清液中铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm,得到纯净的氯化钇溶液;

[0051] 步骤2、磷酸钇合成

[0052] 步骤2.1、将食品级磷酸优级品(质量分数为85%)中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素均小于0.1ppm,取81.7kg加高纯水稀释到质量分数为15%,加入到步骤1得到的氯化钇溶液中,搅拌、升温至70℃;

[0053] 步骤2.2、将试剂级氨水中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm,加高纯水稀释到质量分数为8.5%,先缓慢加入理论质量1/12的稀释后氨水到步骤2.1得到的合成液中,保温85℃搅拌反应45分钟形成晶种,再继续加入稀释后的氨水调整PH值至3,保温85℃搅拌反应2.5小时,使粒子充分形成,得到磷酸钇合成液;

[0054] 步骤3、磷酸钇脱水烘干

[0055] 步骤3.1、将磷酸钇合成液打入到板框压滤机中,采用1500目滤布进行压滤,水洗,水洗至PH为5.4(此时测得母液中氯离子质量分数小于0.02%),得到磷酸钇滤饼;

[0056] 步骤3.2、将磷酸钇滤饼放到瓷盘子中铺平进行梯度烘干:

[0057] 第一梯度250℃烘干3小时;

[0058] 第二梯度600℃烘干2小时,得到目标产品。

[0059] 目标产品经过xrd定性为磷酸钇,与附图1所示基本一致。

[0060] 目标产品经过喹钼柠酮混合液法测定其中 P_2O_5 含量为38.6%;通过安捷伦5110-ICP-OES检测,得到产品中钴、镍、钛、钒、铬、镉、铜、铅均小于0.5ppm、铁0.92ppm,指标符合要求。具体化验分析结果如下表所示:

[0061] 表2

[0062]	品名: 磷酸钇	样品 类型	检验 方式	检测仪器	仪器工况	工作时长	标准配置日期								
	分子式: YPO_4	车间 取样	仪器 分析	5110 ICP-OES	点火正常工作 稳定	30 分钟	2022 年 1 月 25 日								
[0063]	名称/批次	批量	取样 地点	检测结果											
				Co	Cr	Ti	Cu	Fe	Mn	Ni	V	Cd	P_2O_5	灼减	含量
				ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	%	%	%
	磷酸钇 002	100kg	车间 库房	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	0.92	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	38.6	0.14	99.99

[0064] 实施例3

[0065] 本实施例通过以下步骤制备高纯磷酸钇:

[0066] 步骤1、三氧化二钇纯化

[0067] 取分析纯盐酸239.1kg加入到反应釜中,加入高纯水稀释到质量分数为20%,向其

中加入90kg三氧化二钇,盐酸与三氧化二钇的摩尔比为6:1,升温至75℃搅拌反应60分钟,溶解至透明,加高纯水稀释至比重为1.1,向其中加入180g偏锡酸(质量为三氧化二钇质量的1/500)和少量质量分数为2%的盐酸(盐酸是为了除去三氧化二钇原料中的铁杂质,可根据原料中铁杂质含量估算盐酸用量,稍过量也可,后续会有氨水中和),沉降8小时后,将沉降的上清液通过1微米的滤芯过滤,中控上清液中铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm,得到纯净的氯化钇溶液;

[0068] 步骤2、磷酸钇合成

[0069] 步骤2.1、将食品级磷酸(质量分数为85%)中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素均小于0.1ppm,取91.9kg加高纯水稀释到质量分数为15%,加入到步骤1得到的氯化钇溶液中,搅拌、升温至80℃;

[0070] 步骤2.2、将试剂级氨水中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm,加高纯水稀释到质量分数为8%,先缓慢加入理论质量1/10的稀释后氨水到步骤2.1得到的合成液中,保温85℃搅拌反应60分钟形成晶种,再继续加入稀释后的氨水调整PH值至2.7,保温85℃搅拌反应2.5小时,使粒子充分形成,得到磷酸钇合成液;

[0071] 步骤3、磷酸钇脱水烘干

[0072] 步骤3.1、将磷酸钇合成液打入到板框压滤机中,采用1500目滤布进行压滤,水洗,水洗至PH5(此时测得母液中氯离子质量分数小于0.02%),得到磷酸钇滤饼;

[0073] 步骤3.2、将磷酸钇滤饼放到瓷盘子中铺平进行梯度烘干:

[0074] 第一梯度280℃烘干2.5小时;

[0075] 第二梯度550℃烘干2小时,得到目标产品。

[0076] 目标产品经过xrd定性为磷酸钇,与附图1所示基本一致。

[0077] 目标产品经过喹钼柠酮混合液法测定其中 P_2O_5 含量为38.2%;通过安捷伦5110-ICP-OES检测,得到产品中钴、镍、钛、钒、铬、镉、铜、铅均小于0.5ppm、铁0.76ppm,指标符合要求。具体化验分析结果如下表所示:

[0078] 表3

品名: 磷酸钇	样品 类型	检验 方式	检测仪器		仪器工况		工作时长		标准配置日期					
分子式: YPO ₄	车间 取样	仪器 分析	5110 ICP-OES		点火正常工作 稳定		30 分钟		2022 年 1 月 25 日					
名称/批次	批量	取样 地点	检测结果											
			Co ppm	Cr ppm	Ti ppm	Cu ppm	Fe ppm	Mn ppm	Ni ppm	V ppm	Cd ppm	P ₂ O ₅ %	灼减 %	含量 %
磷酸钇 003	100kg	车间 库房	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	0.76	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	38.2	0.14	99.99

[0080] 实施例4

[0081] 本实施例通过以下步骤制备高纯磷酸钇:

[0082] 步骤1、三氧化二钇纯化

[0083] 取分析纯盐酸185.8kg加入到反应釜中,加入高纯水稀释到质量分数为18%,向其中加入70kg三氧化二钇,盐酸与三氧化二钇的摩尔比约为6:1,升温至75℃搅拌反应45分钟,溶解至透明,加高纯水稀释至比重为1.105,向其中加入100g偏锡酸(质量为三氧化二钇质量的1/700)和少量质量分数为2.3%的盐酸(盐酸是为了除去三氧化二钇原料中的铁杂

质,可根据原料中铁杂质含量估算盐酸用量,稍过量也可,后续会有氨水中和),沉降8小时后,将沉降的上清液通过1微米的滤芯过滤,中控上清液中铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm,得到纯净的氯化钇溶液;

[0084] 步骤2、磷酸钇合成

[0085] 步骤2.1、将食品级磷酸(质量分数为85%)中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素均小于0.1ppm,取71.5kg加高纯水稀释到质量分数为20%,加入到步骤1得到的氯化钇溶液中,搅拌、升温至80℃;

[0086] 步骤2.2、将试剂级氨水中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm,加高纯水稀释到质量分数为9.5%,先缓慢加入理论质量1/15的稀释后氨水到步骤2.1得到的合成液中,保温90℃搅拌反应30分钟形成晶种,再继续加入稀释后的氨水调整PH值至3.2,保温90℃搅拌反应2小时,使粒子充分形成,得到磷酸钇合成液;

[0087] 步骤3、磷酸钇脱水烘干

[0088] 步骤3.1、将磷酸钇合成液打入到板框压滤机中,采用1500目滤布进行压滤,水洗,水洗至PH为6(此时测得母液中氯离子质量分数小于0.02%),得到磷酸钇滤饼;

[0089] 步骤3.2、将磷酸钇滤饼放到瓷盘子中铺平进行梯度烘干:

[0090] 第一梯度230℃烘干2小时;

[0091] 第二梯度580℃烘干2小时,得到目标产品。

[0092] 目标产品经过xrd定性为磷酸钇,与附图1所示基本一致。

[0093] 目标产品经过喹钼柠酮混合液法测定其中 P_2O_5 含量为38.4%;通过安捷伦5110-ICP-OES检测,得到产品中钴、镍、钛、钒、铬、镉、铜、铅均小于0.5ppm、铁0.9ppm,指标符合要求。具体化验分析结果如下表所示:

[0094] 表4

品名: 磷酸钇	样品 类型	检验 方式	检测仪器			仪器工况		工作时长			标准配置日期			
分子式: YPO ₄	车间 取样	仪器 分析	5110 ICP-OES			点火正常工作 稳定		30 分钟			2022 年 1 月 25 日			
名称/批次	批量	取样 地点	检测结果											
			Co ppm	Cr ppm	Ti ppm	Cu ppm	Fe ppm	Mn ppm	Ni ppm	V ppm	Cd ppm	P ₂ O ₅ %	灼减 %	含量 %
磷酸钇 004	100kg	车间 库房	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	0.9	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	38.4	0.13	99.99

[0096] 实施例5

[0097] 本实施例通过以下步骤制备高纯磷酸钇:

[0098] 步骤1、三氧化二钇纯化

[0099] 取分析纯盐酸239.1kg加入到反应釜中,加入高纯水稀释到质量分数为16%,向其中加入90kg三氧化二钇,盐酸与三氧化二钇的摩尔比为6:1,升温至72℃搅拌反应35分钟,溶解至透明,加高纯水稀释至比重为1.115,向其中加入180g偏锡酸(质量为三氧化二钇质量的1/500)和少量质量分数为2.5%的盐酸(盐酸是为了除去三氧化二钇原料中的铁杂质,可根据原料中铁杂质含量估算盐酸用量,稍过量也可,后续会有氨水中和),沉降8小时后,将沉降的上清液通过1微米的滤芯过滤,中控上清液中铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm,得到纯净的氯化钇溶液;

[0100] 步骤2、磷酸钇合成

[0101] 步骤2.1、将食品级磷酸(质量分数为85%)中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素均小于0.1ppm,取91.9kg加高纯水稀释到质量分数为18%,加入到步骤1得到的氯化钇溶液中,搅拌、升温至80℃;

[0102] 步骤2.2、将试剂级氨水中控至其铁、钴、镍、铜、镉、铬、钒等元素含量均小于0.1ppm,加高纯水稀释到质量分数为9.5%,先缓慢加入理论质量1/15的稀释后氨水到步骤2.1得到的合成液中,保温90℃搅拌反应30分钟形成晶种,再继续加入稀释后的氨水调整PH值至3.5,保温90℃搅拌反应3小时,使粒子充分形成,得到磷酸钇合成液;

[0103] 步骤3、磷酸钇脱水烘干

[0104] 步骤3.1、将磷酸钇合成液打入到板框压滤机中,采用1500目滤布进行压滤,水洗,水洗至PH5.6(此时测得母液中氯离子质量分数小于0.02%),得到磷酸钇滤饼;

[0105] 步骤3.2、将磷酸钇滤饼放到瓷盘子中铺平进行梯度烘干:

[0106] 第一梯度300℃烘干2小时;

[0107] 第二梯度600℃烘干2小时,得到目标产品。

[0108] 目标产品经过xrd定性为磷酸钇,与附图1所示基本一致。

[0109] 目标产品经过喹钼柠酮混合液法测定其中 P_2O_5 含量为38.3%;通过安捷伦5110-ICP-OES检测,得到产品中钴、镍、钛、钒、铬、镉、铜、铅均小于0.5ppm、铁0.85ppm,指标符合要求。具体化验分析结果如下表所示:

[0110] 表5

[0111]

品名: 磷酸钇	样品 类型	检验 方式	检测仪器		仪器工况		工作时长			标准配置日期				
分子式: YPO_4	车间 取样	仪器 分析	5110 ICP-OES		点火正常工作 稳定		30 分钟			2022 年 1 月 25 日				
名称/批次	批量	取样 地点	检测结果											
			Co ppm	Cr ppm	Ti ppm	Cu ppm	Fe ppm	Mn ppm	Ni ppm	V ppm	Cd ppm	P_2O_5 %	灼减 %	含量 %
磷酸钇 005	100kg	车间 库房	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	0.85	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	38.3	0.16	99.99

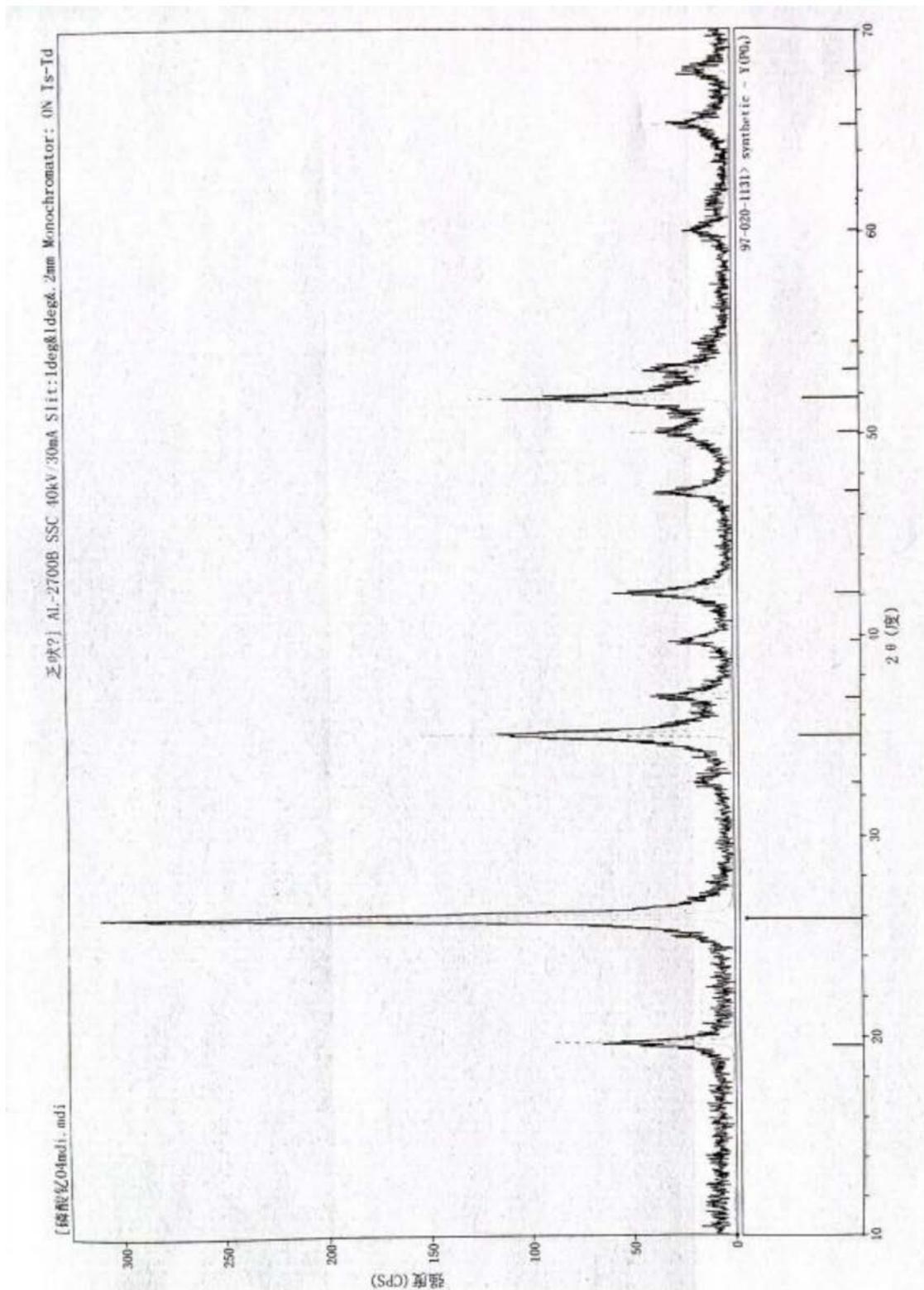


图1