

二氧化钒的制备工艺现状

张帅, 李慧, 梁精龙

(华北理工大学 冶金与能源学院 现代冶金技术教育部重点实验室, 河北 唐山 (063210))

摘要: 概述了二氧化钒的基本特性及应用状况, 介绍了二氧化钒的制备工艺, 包括溶胶-凝胶法、水热法、磁控溅射法和化学气相沉积法研究现状及优缺点。并对未来如何更加合理的制备二氧化钒给出了自己的见解。

关键词: 二氧化钒; 溶胶-凝胶法; 水热法; 磁控溅射法; 化学气相沉积法

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2021.02.020

中图分类号: TD952 文献标志码: A 文章编号: 1000-6532 (2021) 02-0119-06

二氧化钒是一种深蓝色正方金结构的金属氧化物, 熔点为 1545 ℃。易溶于酸和碱, 不溶于水。十九世纪三十年代, 瑞典人 N.G.Sefstrom 首次将金属钒从铁矿渣中提取出来^[1], 1959 年, 科学家 F. J. Mofin 发现 V_2O_3 , VO, VO_2 等不同价态的钒的氧化物具有良好的半导体-金属的相变特性^[2], 其中 VO_2 从半导体相到金属相转变的临界温度较低, 当温度为 68 ℃ 以下时, 二氧化钒具有半导体的性质, 当温度为 68 ℃ 以上时, 二氧化钒具有金属的性质, 基于其独特的优势^[3-4], 二氧化钒被广泛应用于红外探测器^[5]、光开关^[6]、智能窗^[7]及热敏电阻^[8]等多个领域。

1 二氧化钒的制备工艺

1.1 溶胶-凝胶法

溶胶-凝胶法是由一种金属有机化合物、金属无机化合物或两者混合经水解得到溶胶, 在适当条件下形成凝胶得到氧化物的制备工艺。溶胶-凝胶法制备二氧化钒可分为无机溶胶-凝胶法和有

机溶胶-凝胶法, 通常前者以五氧化二钒和水为原料, 后者以含钒化合物和醇盐溶液为原料^[9]。

何琼^[10]等采用有机溶胶-凝胶法制备二氧化钒, 称取 2.1884 g 五氧化二钒与 5 mL 苯甲醇和 37.5 mL 异丁醇相混合。经过搅拌回流和离心后, 提取上清液, 静置 1 d 后再次进行离心分离。然后, 采用旋涂法在玻璃基片上进行涂膜。最后, 样品在马弗炉中于 400 ℃ 下分别退火 0.5 h、1 h、2 h、4 h、5 h, 得到不同退火条件的二氧化钒。结果表明: 当退火时间为 2 h 时, 氧化钒的价态主要为 +5 价, 五氧化二钒转变为了二氧化钒。

宋林伟^[11]等采用无机溶胶-凝胶法制备二氧化钒, 原料为 1 g 五氧化二钒和 100 mL 10% 双氧水, 在 80 ℃ 温度下水浴搅拌得到钒氧化物溶胶, 将制备好的溶胶连续涂抹两次于经亲水处理的云母片上, 在氮气保护气氛中 480 ℃ 处理 1 h 即可得到二氧化钒薄膜, 结果表明, 此方法制备的二氧化钒薄膜生长紧密且薄膜颗粒均匀分布在 100 nm 左右。

Wu J^[12]等用有机溶胶-凝胶法制备二氧化钒,

收稿日期: 2019-08-29; 改回日期: 2019-09-25

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51874141) 资助

作者简介: 张帅 (1994-), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为物理化学。

通信作者: 李慧 (1981-), 女, 博士, 副教授, 硕士研究生导师, 主要研究方向为资源综合利用与原料优化及金属材料制备。E-mail: 121775262@qq.com

原料为摩尔比 1:80:8 的 V_2O_5 、 $C_4H_{10}O$ 和 C_7H_8O 的混合溶液。回流温度为 110°C ，4 h 过滤后得到有机钒的澄清溶胶。将溶胶依次经过酸性溶液 (HCl : H_2O_2 : $H_2O = 2:2:5$) 和碱性溶液 ($NH_3 \cdot H_2O$: H_2O_2 : $H_2O = 2:2:5$)，然后用旋涂法在云母片上重复涂抹 5 次，干凝胶薄膜退火在管式炉中，反应时间为 30 min，反应温度分别为 440°C 、 460°C 、 480°C 、 500°C 、 520°C 和 540°C ，得到 VO_2 薄膜。结果表明，在 500°C 时，制备的二氧化钒薄膜性能较佳。

溶胶-凝胶法具有操作简单、设备廉价、产品纯度高、粒径大小分布均匀等优点，但存在产品制备周期较长，原料价格比较昂贵等缺点。溶胶-凝胶法制备二氧化钒是目前的主流方法，通过此方法制备的二氧化钒薄膜主要应用红外探测和智能窗玻璃等方面，在建筑节能工程上展现出巨大的潜力，在未来在制备流程中要进行研究，缩短制备时间，找寻更经济的原料来降低成本。另外，对无机溶胶-凝胶法和有机溶胶-凝胶法都需进行进一步研究探索，提高生产效率，例如结合电磁技术来提高熔炼效率，此外还需选取更合适的衬底，找寻更加优异的材料来替代常用的云母片。

1.2 水热法

水热法是一种理想的湿化学方法，通过升高温度来加热反应容器中的溶液，溶液受热蒸发从而产生压力，使反应釜中产生高温高压气氛，导致容器内不溶和难溶的物质发生溶解和重结晶的变化。通过水热法制备二氧化钒生长的晶体晶形好，应用十分广泛^[13]。

易静^[14]等用水热法制备二氧化钒粉体，并探究了较佳制备工艺，原料为五氧化二钒和无水亚硫酸钠，混合后放入反应釜内，加入蒸馏水，调节 pH 值升温速率为以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 反应后将样品溶解于氢氧化钠溶液后过滤、洗涤烘干。结果表明，当温度为 50°C 、 $\text{pH} = 3$ 、反应时间为 24 h、填充度 0.7、 V_2O_5 : Na_2SO_3 为 1:1.2 时，制备的二氧化

钒效率最高最终产率为 85.4%

闫君^[15]采取水热法制备二氧化钒粉末，并探究了不同还原剂对二氧化钒结构的影响，实验原料分别为摩尔比为 1:1 的五氧化二钒与 $NaHSO_3$ 、苯乙胺、草酸，分别放入蒸馏水，搅拌后放入反应釜内加热至 190°C 保持 15 h，冷却干燥过滤后得到生成物，结果表明，当草酸和苯乙胺作为还原剂时，生成单斜结构二氧化钒，而当 $NaHSO_3$ 做为还原剂时，生成的二氧化钒为正交结构。

崔朝军^[16]等用水热合成法来这杯氧化钒纳米管，并探究了温度对氧化钒纳米管的影响，将 0.51 克 V_2O_5 （分析纯）粉末缓慢加入到 40 mL H_2O （30% 分析纯）中，在自制的带有回流装置的反应器中不停搅拌，反应剧烈并放出大量的热和气体，大约 20 min 后形成一种橘红色溶胶，老化 1 天后形成暗红色的 $V_2O_5 \cdot nH_2O$ 湿凝胶；然后将 0.675 g 十六胺（分析纯）加入到上述凝胶中，强力搅拌 24 h 后移入高压釜中，特定温度条件下水热反应 1 周，将产物取出分别用去离子水和乙醇洗涤数次，放入真空干燥箱中 80°C 干燥 5 h。为研究水热合成温度对氧化钒纳米管的形貌、结构及电化学性能的影响，分别制备了 120°C 、 150°C 和 180°C 水热反应条件下的氧化钒纳米管产物。经 150°C 水热合成的氧化钒纳米管产率高、形貌均一、管状结构稳定。

Xiao X^[17]等用水热法来制备纳米二氧化钒，原料为五氧化二钒，草酸和五氧化二钒的摩尔比为 2:1，温度为 160°C 、 180°C 、 200°C ，时间分别为 24 h、36 h、48 h、60 h，五氧化二钒的浓度分别为 0.0125 mol/L、0.055 mol/L、0.15 mol/L、0.5 mol/L，反应后在 500°C 高压釜容器进行退火后反应冷却至室温。结果表明：当温度为 200°C ，时间为 48 h 时，五氧化二钒浓度 0.0125 mol/L 制备的二氧化钒薄膜效果较好。

水热法工艺实验条件苛刻，设备投资成本高，不易实现工业化，但是操作简单，便于操作，生

成物成分均匀, 纯度高, 晶粒细小, 仍然具有良好的发展前景。目前通过水热法制备的二氧化钒粉体由于其良好的电阻性能和光透过性能, 主要应用在控温材料和热敏电阻材料, 在红外辐射探测器以及温敏电阻等方面有着巨大的潜力, 未来制备工艺的发展趋势是优化实验设备, 在实现大规模生产的同时保证晶粒粒径及纯度, 在此基础上制备出更加具有实用价值的智能控温材料。

1.3 磁控溅射法

磁控溅射法根据电源的不同可分为射频磁控溅射法和直流磁控溅射法, 通常将高纯度的单质钒或不同价态的氧化钒作为靶材, 选取氧气、氩气和其他等离子气体, 对靶材进行溅射, 从而将钒粒子或者钒氧化的粒子溅射出来。此过程中与空气反应, 经过沉积、退火后制备二氧化钒^[18]。

李云龙等^[19]用直流磁控溅射法来制备二氧化钒, 衬底材料为单晶硅, 溅射功率 50 W, 工作气压为 0.8 Pa, 控制氧气和氩气加氧气的混合气体比例分别为 3.33%、6.66%、10%、13.33% 和 16.67%, 沉积的二氧化钒薄膜分别在 350℃、450℃ 和 550℃ 真空加热, 保温 1 h 后冷却至室温, 结果表明, 二氧化钒薄膜制备条件较为苛刻, 当温度为 450℃, 氧分压为 3.33% 时, 制备的二氧化钒薄膜效果较好。

韩宾等^[20]采用射频磁控溅射法来制备二氧化钒, 靶材为单晶硅, 溅射气体和反应气体分别为氩气和氧气, 溅射功率 200 W, 工作气压为 1 Pa、沉积温度为 300℃, 沉积时间分别为 5 min、15 min、25 min 和 35 min, 结果表明: 随着溅射时间的延长, 晶粒越来越趋于完整, 尺寸逐渐增大, 当溅射时间为 25 min 时, 晶粒大小较为均匀。

刘凤举等^[21]采用直流磁控溅射法来制备二氧化钒, 氧分压分别为 8%、10%、15%、20%、25%, 靶材为单质钒, 基底分别为玻璃和单晶硅, 溅射功率 200 W, 溅射时间 30 min, 在 500℃ 条件

下分别加热 1 h、2 h、3 h、4 h, 结果表明: 当氧分压, 玻璃片上为低价钒氧化物, 单晶硅片为五氧化二钒和三氧化二钒, 氧分压大于 20% 时, 玻璃和单晶硅薄膜均为五氧化二钒, 且玻璃片上五氧化二钒薄膜在 300℃ 加热 3 h 时物相转变为二氧化钒。

Zhang H 等^[22]用直流磁控溅射法制备二氧化钒, 基底材料为氧化铟锡和玻璃片, 氧气流速度为分别为 1 mL/min、2 mL/min、3 mL/min 基质温度为 100℃, 沉积时间分别为 25℃、30℃ 和 50℃, 退火时间分别为 15 min、30 min、和 45 min, 退火温度分别为 250℃、300℃ 和 350℃, 结果表明: 二氧化钒薄膜形态和滞后宽度可以通过简单的变换来调节, 比如氧气流速, 退火温度或退火时间, 当二氧化钒薄膜由球状小颗粒组成时, 显示出大的滞后宽度, 若颗粒较小时, 则显示出小的滞后宽度。

磁控溅射法优势明显, 制备的二氧化钒薄膜厚度易于控制, 且成膜附着力比较高但是仍然存在着薄膜纯度较差, 经常有其他价态的钒氧化物掺杂, 但普遍存在的问题是薄膜纯度不高, 常含有其他价态钒氧化物, 成本比较高, 设备复杂, 难以实现工业化生产等缺点。磁控溅射法作为较新的制备工艺, 与其他二氧化钒的多种制备工艺相比并不成熟, 目前磁控溅射法制备的二氧化钒薄膜主要应用在红外探测方面的研究, 未来可应用于光存储介质, 实现对激光信息的存储功能。未来制备工艺的发展趋势是在基底材料, 靶材, 发射源进行研究从而达到制备纯度更高的二氧化钒薄膜, 此外还需要改善制备工艺的稳定性, 降低复杂度, 从而降低生产成本。

1.4 化学气相沉积法

化学气相沉积法是通过载气将反应物引入反应室, 然后在基底上发生化学反应和沉积过程来制备薄膜的方法, 前驱物一般为钒的氯化物和有机化合物, 根据压力的差异可分为常压气相沉积

法和低压金属有机化合物气相沉积法^[23]。

Sahana M B^[23]通过低压金属有机化学气相沉积来制备二氧化钒,使用 β -二酮络合物,乙酰丙酮氧钒作为前体,将二氧化钒的薄膜沉积在玻璃上。结果表明:发在475~520℃的温度范围内形成的二氧化钒薄膜纯度最高,在475℃下生长的薄膜晶格越紧密,在520℃时,薄膜有些多孔,此外,在475℃下沉积的薄膜在转变中显示出小的温度滞后。在520℃下生长的薄膜的转变温度较高,温度滞后较大。

Maruyama T等^[24]用常压气相沉积法来制备二氧化钒,原料为乙酰丙酮钒,基板为熔融的石英,将原料加热至220℃,产生的气体通过氩气传送,然后通入空气,将混合气体通入到熔融的石英,加热至500℃,然后用1.5 h降至200℃,使制备的薄膜经历了缓慢的沉积冷却。为了比较,另一组样品快速冷却沉积制备薄膜,结果表明,通过1.5 h的缓慢沉积可以防止薄膜上产生V307杂质,制备的二氧化钒薄膜更加纯净。

Vernardou D等^[25]利用常压气相沉积法制备二氧化钒,原料为四氯化钒,衬底材料为玻璃,载体为高纯氮气,四氯化钒与水的比例为1:1、1:2、1:3、1:5、1:7,衬底温度为350℃、400℃和450℃,结果表明,制备的二氧化钒薄膜纯度受四氯化钒与水的比例的浓度和温度的影响,当比例为1:5,温度为150℃时,制备的二氧化钒薄膜效果较好。

化学气相沉积法制备二氧化钒薄膜优点是成本低廉,不需要抽真空,产品的致密度和纯度较高,但是制备的二氧化钒薄膜不连续且部分二氧化钒晶体为针状,相对于其他制备工艺,化学气相沉积法可以实现大规模生产,且产物具有良好的光致相变特性,可作为军用红外探测器的窗口材料,在军工领域内有着良好的发展。此方法制备的二氧化钒薄膜未来的发展趋势是解决掺杂困难而相

变温度容易改变的问题,制定详细的方案来确定沉积条件,尽可能的降低温度、节约成本。

1.5 其他制备工艺

除上述介绍的几种常用的制备二氧化钒工艺,还有蒸发法^[26]、氢水平衡法^[27]、热解法等^[20],但有局限性,存在着生产成本低、附着力低存在,杂质等问题,不易实现工业化生产,单一的制备工艺不能满足对材料的要求,多种制备工艺结合可知得更加优异的二氧化钒,如采用微波辅热—甲醇还原法来制备二氧化钒^[28],克服可传统水热还原法反应温度高,粉体颗粒大等缺点,具有受热均匀,反应速度快等特点。未来还要寻找更多的制备方法来制备不同特性的二氧化钒,为工业化发展打下理论基础。

2 结 论

二氧化钒良好的特性让其变为材料领域研究的热点,经过多年的工艺研究,不同二氧化钒的制备工艺也有其各自的特点,目前国内外二氧化钒的研究集中在降低相变温度,光学以及性能的提高,此外,退火的时间、温度以及气氛也对二氧化钒的优劣性有很大影响,伴随着二氧化钒制备工艺的不断进步,未来二氧化钒将会在更多功能材料领域有着广泛的应用。

参考文献:

- [1] Nakajima M, Takubo N, Hiroi Z, et al. Study of photo-induced phenomena in VO₂ by terahertz pump-probe spectroscopy[J]. Journal of Luminescence, 2009, 129(12): 1802-1805.
- [2] Morin F J. Oxides which show a metal-to-insulator transition at the Neel temperature[J]. Physical review letters, 1959, 3(1): 34.
- [3] CHAE B G, Youn D H, Kim H T, et al. Fabrication and electrical properties of pure VO₂ phase films[J]. arXiv preprint cond-mat/0311616, 2003.
- [4] 康晓春, 赵颖, 王胤博, 等. 二氧化钒制备与应用的新进展[J]. 材料导报: 纳米与新材料专辑, 2008 (3): 196-199.
- KANG X C, ZHAO Y, WANG Y B, et al. New progress in preparation and application of vanadium dioxide [J]. Materials

Bulletin: Nanometer and New Materials, 2008 (3): 196-199.

[5] 许旻, 邱家稳, 何延春, 等. 二氧化钒薄膜的结构、制备与应用 [J]. 真空与低温, 2001, 7(3): 136-138.

XU M, QIU J W, HE Y C, et al. Structure of vanadium dioxide film, preparation and application [J]. Vacuum & Low Temperature, 2001, 7(3): 136-138.

[6] LEE Y W, KIM B J, CHOI S, et al. Photo-assisted electrical gating in a two-terminal device based on vanadium dioxide thin film[J]. Optics Express, 2007, 15(19): 12108-12113.

[7] GAO Y, CAO C, DAI L, et al. Phase and shape controlled VO₂ nanostructures by antimony doping[J]. Energy & Environmental Science, 2012, 5(9): 8708-8715.

[8] 丰世凤, 宁桂玲, 王舰, 等. 二氧化钒薄膜制备研究的最新进展 [J]. 化工进展, 2007, 26(6): 814-818.

FENG S F, NING G L, WANG J, et al. Recent progress in the preparation of vanadium dioxide thin films [J]. Chemical Industry Progress, 2007, 26(6): 814-818.

[9] 张晟熙, 杨鑫, 程江, 等. 二氧化钒薄膜制备方法和热致相变性质的研究进展 [J]. 重庆文理学院学报, 2015, 34(5): 1-8.

ZHANG S X, YANG X, CHENG J, et al. Research progress of vanadium dioxide thin film preparation method and thermogenic phase transition property [J]. Journal of Chongqing University of Arts and Sciences, 2015, 34(5): 1-8.

[10] 何琼, 许向东, 温粤江, 等. 溶胶-凝胶法制备氧化钒薄膜的结构及特性研究 [J]. 实验技术与管理, 2013 (3): 35-38.

HW Q, XU X D, WEN Y J, et al. Study on the structure and properties of Vanadium oxide thin films prepared by sol-gel method [J]. Experimental Technology and Management, 2013 (3): 35-38.

[11] 宋林伟, 黄婉霞, 张玉波, 等. VO₂ 薄膜的制备及其热致相变特性研究 [J]. 功能材料, 2013, 44(8): 1110-1112.

SONG L W, HUANG W X, ZHANG Y B, et al. Preparation of VO₂ thin films and study on its thermogenic phase transition characteristics [J]. Functional Materials, 2013, 44(8): 1110-1112.

[12] WU J, HUANG W, SHI Q, et al. Effect of annealing temperature on thermochromic properties of vanadium dioxide thin films deposited by organic sol-gel method[J]. Applied Surface Science, 2013, 268: 556-560.

[13] NI S, ZENG H, YANG X. Fabrication of VO₂ (B) nanobelts and their application in lithium ion batteries[J]. Journal of Nanomaterials, 2011(3).

[14] 易静, 颜文斌, 张晓君, 等. 水热法制备纳米二氧化钒粉体 [J]. 精细化工, 2016, 33(04): 361-365.

YI J, YAN W B, ZHANG X J, et al. Preparation of nano vanadium dioxide powder by hydrothermal method [J]. Fine chemical industry, 2016, 33(04): 361-365.

[15] 闫君. 水热法制备二氧化钒粉末 [D]. 鞍山: 辽宁科技大

学, 2014.

YAN J. Preparation of Vanadium dioxide powder by hydrothermal method [D]. Liaoning University of Science and Technology, 2014.

[16] 崔朝军, 王磊, 牛永生, 等. 水热合成温度对氧化钒纳米管的影响 [J]. 化工新型材料, 2013, 41(6): 75-77.

CUI C J, WANG L, NIU Y S, et al. Effect of hydrothermal synthesis temperature on vanadium oxide nanotubes [J]. Chemical new materials, 2013, 41(6): 75-77.

[17] XIAO X, CHENG H, DONG G, et al. A facile process to prepare one dimension VO₂ nanostructures with superior metal-semiconductor transition[J]. CrystEngComm, 2013, 15(6): 1095-1106.

[18] Shigesato Y, Enomoto M, Odaka H. Thermochromic VO₂ films deposited by RF magnetron sputtering using V₂O₃ or V₂O₅ targets[J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2000, 39(10R): 6016.

[19] 李云龙, 付花睿, 张霄, 等. 磁控溅射制备低相转变温度氧化钒薄膜 [J]. 金属功能材料, 2017, 24(3): 18-24.

LI Y L, FU H R, ZHANG X, et al. Preparation of vanadium oxide thin films with low phase transition temperature by magnetron sputtering [J]. Metal functional materials, 2017, 24(3): 18-24.

[20] 韩宾, 赵青南, 杨晓东, 等. 磁控溅射法制备二氧化钒薄膜及其性能表征 [J]. 稀有金属材料与工程, 2009, 38(4): 717-721.

HAN B, ZHAO Q N, YANG X D, et al. Preparation and characterization of vanadium dioxide thin films by magnetron sputtering [J]. Rare metal materials and engineering, 2009, 38(4): 717-721.

[21] 刘凤举, 余志明, 陈爽, 等. 反应磁控溅射法制备氧化钒薄膜 [J]. 稀有金属材料与工程, 2008, 37(12): 2221-2225

LIU F J, YU Z M, CHEN S, et al. Preparation of vanadium oxide thin films by reactive magnetron sputtering [J]. Rare metal materials and engineering, 2008, 37(12): 2221-2225

[22] ZHANG H, WU Z, YAN D, et al. Tunable hysteresis in metal-insulator transition of nanostructured vanadium oxide thin films deposited by reactive direct current magnetron sputtering[J]. Thin Solid Films, 2014, 552: 218-224.

[23] Sahana M B, Dharmaprakash M S, Shivashankar S A. Microstructure and properties of VO₂ thin films deposited by MOCVD from vanadyl acetylacetonate[J]. Journal of Materials Chemistry, 2002, 12(2): 333-338.

[24] Maruyama T, Ikuta Y. Vanadium dioxide thin films prepared by chemical vapour deposition from vanadium (III) acetylacetonate[J]. Journal of materials science, 1993, 28(18): 5073-5078.

[25] Vernardou D, Paterakis P, Drosos H, et al. A study of the

electrochemical performance of vanadium oxide thin films grown by atmospheric pressure chemical vapour deposition[J]. Solar Energy Materials and Solar Cells, 2011, 95(10): 2842-2847.

[26] Axelevitch A, Gorenstein B, Golan G. Investigation of the electrical transport mechanism in VOx thin films[J]. Microelectronics Reliability, 2011, 51(12): 2119-2123.

[27] 葛欣, 尚志航, 秦岩, 等. 氢水平衡法制备二氧化钒薄膜及 XPS 能谱分析 [J]. 光谱实验室, 2002, 19(6): 819-821.

GE X, SHANG Z H, QIN Y, et al. Preparation of vanadium

dioxide thin films by hydrogen-water equilibrium method and XPS energy spectrum analysis [J]. Spectroscopy Laboratory, 2002, 19(6): 819-821.

[28] 陈益超, 颜文斌, 石爱华, 等. 微波辅助 - 甲醇还原法制备 M 相二氧化钒粉体 [J]. 材料科学与工艺, 2019, 27(3): 41-46.

CHEN Y C, YAN W B, SHI A H, et al. Preparation of M-phase vanadium dioxide powder by microwave assisted thermal-methanol reduction [J]. Materials Science and Technology, 2019, 27(3): 41-46.

Status Quo of on the Preparation Process of Vanadium Dioxide

Zhang Shuai, Li Hui, Liang Jinglong

(Key Laboratory of Modern Metallurgical Technology, Ministry of Education, School of Metallurgy and Energy, North China University of Technology, Tangshan, Hebei, China)

Abstract: The basic characteristics and application status of vanadium dioxide are summarized. The preparation process of vanadium dioxide is introduced, including the research status, advantages and disadvantages of sol-gel method, hydrothermal method, magnetron sputtering method and chemical vapor deposition method. And His own insights on how to prepare vanadium dioxide more rationally in the future were given.

Keywords: Vanadium dioxide; Sol-gel method; Hydrothermal method; Magnetron sputtering method; Chemical vapor deposition

////////////////////////////////////
(上接 136 页)

Experimental Study on Re-dressing of Dahongshan Middle Ore of Kunming Iron and Steel

Chen Junliang¹, Yang Bo¹, Li Xiuzhi¹, Zhi Jinghao¹, Xiao Ripeng²

(1. Kunming University of Science and Technology, Kunming, Yunnan, China; 2. Kunming Science and Technology Kaijisi Technology Co., Ltd., Kunming, Yunnan, China)

Abstract: The iron grade of Dahongshan iron ore of Kunshan iron and steel is 50.68%. The main components of useful minerals are hematite and magnetite. The gangue minerals are mainly chlorite and quartz. The proportion of fine-grained minerals in the mineral is relatively large, The grade is higher, -74 μm particle size accounts for 89.05% of the total weight, the iron distribution rate is 92.77%, -38 μm accounts for 51.07% of the total, and the average iron grade reaches 54.58%. According to the properties of the Dahongshan iron ore in Kunshan iron and steel, a curved surface spreading film sorter was used to conduct experimental research on iron recovery. Under the best conditions, a good index of iron grade 61.12% and recovery rate 81.26% was obtained.

Keywords: Hematite; Magnetite; Gravity separation; KGS-II