

苦土—硫酸铵循环法制备氢氧化镁的研究

杨定明,石荣铭,王清成,白进伟
(西南工学院,四川 绵阳 621002)

摘要:本文对苦土—硫酸铵循环法制备氢氧化镁的工艺条件进行了试验研究,找到了提高产品质量以及镁和氨的回收率的适宜工艺条件,对苦土资源合理利用具有参考价值。
关键词:苦土;硫酸铵;循环法;氢氧化镁
中图分类号:TQ031 文献标识码:A 文章编号:1000-6532(2001)01-0009-03

1 前 言

目前制备氢氧化镁的原料及工艺主要有:一,利用 NaOH 和卤水、卤块反应,可制得高纯度氢氧化镁,但成本太高;二,利用锻烧白云石和卤水、卤块反应制备氢氧化镁以及利用石灰乳与卤水、卤块反应制备氢氧化镁。这两种工艺路线原料成本虽较低,但由于卤水、卤块及白云石、石灰乳中不可避免地带入杂质离子,使所得氢氧化镁纯度不高,其应用范围受到限制。本文采用菱苦土为原料的硫酸铵循环法制备氢氧化镁,并对其工艺条件进行了研究,为合理利用苦土资源、开拓制备阻燃级氢氧化镁的方法,提供一个适宜的途径。

2 实验原理和方法

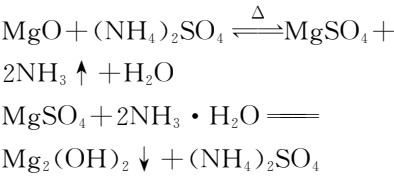
2.1 实验原理

菱苦土的主要成分是氧化镁,杂质成分有 CaO、Fe₂O₃、SiO₂ 等,其组成如表 1 所示。

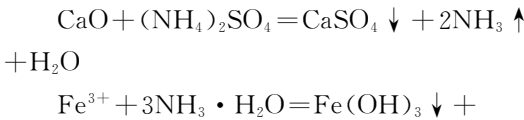
表 1 苦土的化学成分

成分	MgO	CaO	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O
含量/%	82.72	3.54	3.68	0.72	0.66	0.08	0.09

工艺涉及的化学反应方程式如下:



蒸出的氨用于沉淀氢氧化镁,产生的硫酸铵经浓缩后循环使用,生成的沉淀经过滤、洗涤、烘干后可得产品。在生产过程中,除杂可以通过下述反应进行:



3NH_4^+
 $\text{Al}^{3+} + 3\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{Al}(\text{OH})_3 \downarrow + 3\text{NH}_4^+$
而 SiO_2 则不进入溶液。

2.2 工艺流程

本工艺是先制得合格硫酸镁溶液后,再通过沉淀的方法制备氢氧化镁,其工艺流程见图 1。

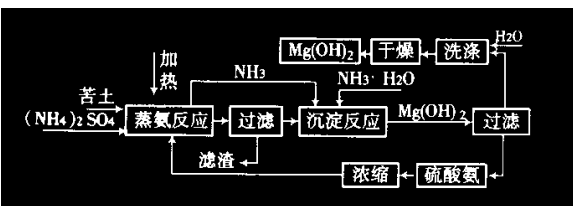


图 1 苦土—硫酸铵循环法制备氢氧化镁工艺流程

3 实验结果与讨论

根据图 1 的工艺流程,在制备氢氧化镁的过程中,主要研究了以下几个问题。

3.1 苦土与硫酸铵比对 MgO 浸出率的影响

苦土以 MgO 计,取 $X = \eta\text{MgO}/\eta(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, X 对 MgO 浸出率的影响如图 2 所示。当 $X=1.05$ 时,苦土中 MgO 的浸出率

达 80%。当 X 较大时,反应不完全, MgO 浸出不完全;当 X 较小时, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 用量增加,溶液中有少量结晶现象出现,使 MgO 浸出率有所下降,选取 $X=1.05$ 时,可确保 MgO 有较好的浸出率,此时 NH_3 的回收率达 68%。

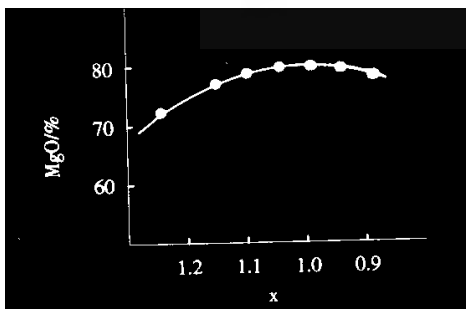


图 2 苦土与硫酸铵配比 X 对 MgO 浸出率的影响

3.2 用水量对 MgO 浸出率的影响

在苦土与硫酸铵反应过程中,若用水量少,则溶液中有 MgSO_4 结晶出现,用水量太大,则增加了水的空循环而使能耗增大,由表 2 可知,取水和硫酸铵的配比为 5.5 : 1.0 为宜,此时 NH_3 的回收率达 68%。

3.3 合格 MgSO_4 溶液的制备

实验表明:在 $X=1.05$ 、水和硫酸铵之比

表 2 用水量实验

项 目	1	2	3	4	5	6
$\text{H}_2\text{O}/(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4/\text{L} : \text{kg}$	3.5 : 1	4.0 : 1	4.5 : 1	5.0 : 1	5.5 : 1	6.0 : 1
MgO 浸出率/%	63.2	68.4	72.0	79.5	80.0	80.0
MgSO_4 溶液状况	结晶	结晶	微结晶	无结晶	无结晶	无结晶

达 5.5 : 1.0 时,在加热煮沸下浸取 60min,将所得溶液趁热过滤,其滤液成分如表 3 所示。从表中可以看出所得滤液(MgSO_4 溶液)较纯净,达到了化学纯。这是因为反应后所得溶液 $\text{pH}=7.08$,在此条件下 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 均已定量沉淀完全(以金属离子浓度为 10^{-6}mol/L 计时, Fe^{3+} 、 Al^{3+} 完全沉淀时的 pH 值分别为 4.0 和 5.1);按反应中所加 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的量计算,溶液中 Ca^{2+} 浓度应为 $6.86 \times 10^{-6}\text{mol/L}$,确保了 MgSO_4 溶液的纯度。这为制

备较纯氢氧化镁创造了有利条件。

表 3 MgSO_4 溶液成分

成分	Mg^{2+}	Ca^{2+}	Fe^{3+}	Al^{3+}	SO_4^{2-}
含量/ $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	27.6	0.05	未检出	未检出	未分析

3.4 制备 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 工艺条件的确定

根据表 3,可以计算出 Ca^{2+} 开始沉淀时的 pH 值为 12.82,而 Mg^{2+} 沉淀完全时(Mg^{2+} 以 10^{-5}mol/L 计), pH 值为 11.12,此时只要保证氨水浓度大于 0.1mol/L 即可。

将回收的氨水溶液,再补充适量浓氨水,使其浓度达 10.0mol/L 即可(此时 pH=12.13)。氨镁比($X = \eta_{\text{NH}_3} / \eta_{\text{Mg}^{2+}}$)对 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 收率的影响如图 3 所示。当 X 达 8:1 时,其收率达 88%;当 X 增大时,其收率基本不变。这是因为随反应的进行,溶液中 NH_4^+ 增加后与溶液中的氨构成一缓冲体系,pH 值基本不变之故。在实际生产中取氨镁比为 8:1 即可。同时选择 30~40℃ 温度反应 20min 左右,一方面有利于 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 较快地生成,另一方面又不使氨较快挥发。

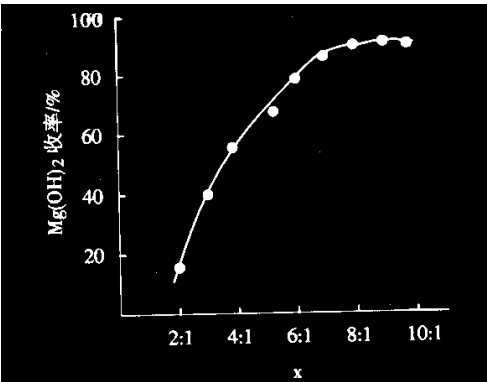


图 3 氨镁比 X 对 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 收率的影响

4 产品检测

将所得 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 产品参照 HG1—324—77 和 GB1612—79 标准进行检验,其结果

如表 4 所示。
由表可见产品纯度较高,其含量达到了
表 4 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 成分分析/%

$\text{Mg}(\text{OH})_2$	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	SO_4^{2-}	Fe^{3+}	Al^{3+}	H_2O
96.26	0.526	未检出	未检出	未检出	3.21

阻燃级 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 含量要求(>95%)。所得 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 产品颜色洁白,呈无定形状,其比表面积为 7.15m²/g。

5 结 论

1. 利用苦土、硫酸铵制备出合格 MgSO_4 溶液,再利用该溶液吸收蒸出的氨,补充适量浓氨水制备 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 的循环方法,经大量实验证明是完全可行的。在利用这一循环工艺生产过程中,对苦土中 MgO 的回收率达 70% 以上,氨的回收率达 68%。
2. 在该工艺中,所得 MgSO_4 溶液经过滤后,不需除杂步骤,即可得合格 MgSO_4 溶液。实验表明,用这种 MgSO_4 溶液可使得产品纯度达 96% 以上。这为合理利用苦土资源,开拓制备 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 的新方法提供了参考,在实现工业生产上具有现实意义。

[参 考 文 献]

1 杜新生、曲后恒.无机盐工业[J].1996(4):24
2 周卫平、买买提江.无机盐工业[J].1997(4):25
3 J. A. Dean, Lange's Handbook of Chemistry, 12th. ed. 1979, 5~12

Study on Preparation of Magnesium Hydroxide from Bitter Earth—Ammonium Sulfate by Circulation Method

YANG Ding-ming, SHI Rong-ming, WANG Qing-cheng, Bai Jin-wei
(Southwest Institute of Technology, Mianyang, Sichuan, China)

Abstract: In this paper, the technological conditions for preparation of magnesium hydroxide from bitter earth — ammonium sulfate by circulation method have been studied, and the suitable conditions to increase quality of product and recovery of ammonia and magnesium oxide have been found. It has important significance for rational utilization of bitter earth resources.

Key words: Bitter earth; Ammonium sulfate; Circulation method; Magnesium hydroxide