



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110642274 B

(45) 授权公告日 2022.04.22

(21) 申请号 201911016755.X

(22) 申请日 2019.10.24

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110642274 A

(43) 申请公布日 2020.01.03

(73) 专利权人 西部矿业集团有限公司
地址 810001 青海省西宁市五四大街56号
专利权人 西部矿业股份有限公司
西部矿业集团科技发展有限公司
江西理工大学
西安建筑科技大学

(72) 发明人 罗仙平 宋学文 曹雨微 梁健
唐学昆

(74) 专利代理机构 北京科亿知识产权代理事务所(普通合伙) 11350

代理人 汤东风

(51) Int.Cl.
C01F 5/14 (2006.01)

审查员 唐春梅

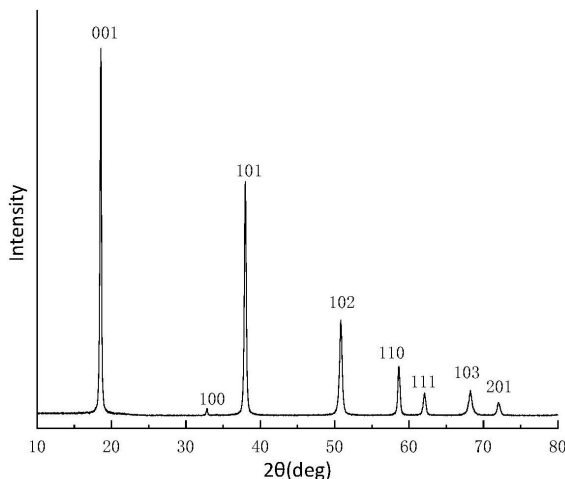
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54) 发明名称

一种大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法,称量好大粒径氢氧化镁和水氯镁石转入高温高压反应釜中,加入蒸馏水,搅拌进行水热处理,使得大粒径氢氧化镁实现充分的溶解-再结晶;将反应所得产物进行过滤、洗涤、干燥,得到阻燃剂用氢氧化镁。本发明以大粒径氢氧化镁为原料,水氯镁石为添加剂,其工艺流程简单、生产成本低,在未使用碱性添加剂(氢氧化钠、氢氧化钾等)的条件下,解决了氢氧化镁难以溶解的难题,实现了阻燃剂用氢氧化镁低成本、高效的制备;通过本发明制得的产品纯度高、粒径分布窄、粒径小($D_{50}=1.86\ \mu\text{m}$, $D_{90}=4.20\ \mu\text{m}$),形貌呈六角片状,具有极大的应用价值和市场价值。



1. 一种大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法,其特征在于:按以下步骤进行,

A、称量好大粒径氢氧化镁和水氯镁石,将称量好的大粒径氢氧化镁和水氯镁石转入高温高压反应釜中,在高温高压反应釜中加入蒸馏水;

B、大粒径氢氧化镁与蒸馏水及水氯镁石在一定的温度和搅拌速度下水热处理一定的时间,使得大粒径氢氧化镁实现充分的溶解-再结晶过程;

C、将反应所得产物进行过滤得到滤饼,滤饼经过洗涤、干燥得到阻燃剂用六角片状氢氧化镁;

在步骤A中,大粒径氢氧化镁的量为75-85份,水氯镁石的量为77-86份,蒸馏水的添加量为1440-1600份。

2. 根据权利要求1所述的大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法,其特征在于:在步骤A中,大粒径氢氧化镁的质量为80g,水氯镁石的质量为81.32g,蒸馏水的添加量为1520mL。

3. 根据权利要求1所述的大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法,其特征在于:在步骤A中,大粒径氢氧化镁与蒸馏水的质量比为1:(18-20),水氯镁石的物质的量为0.25mol/L。

4. 根据权利要求1所述的大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法,其特征在于:在步骤B中,大粒径氢氧化镁和水氯镁石在高温高压反应釜内在搅拌速度为500r/min、反应温度为160℃的条件下进行水热反应,反应时间为6h。

5. 根据权利要求1所述的大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法,其特征在于:在步骤C中,将制备的滤饼充分洗涤五次。

6. 根据权利要求1所述的大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法,其特征在于:所述大粒径氢氧化镁的粒径为40-60 μ m。

一种大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及阻燃级用六角片状氢氧化镁制备技术领域,尤其涉及一种以大粒径氢氧化镁为原料,采用水热法制备阻燃级用氢氧化镁的方法。

背景技术

[0002] 氢氧化镁产品是重要的镁质无机材料,其具有无毒、无污染、耐高温、耐腐蚀等优越物理化学性能,被广泛的用作抗菌、废水、废气和酸性水污染物的处理、造纸工业中的填充剂、电子和光学器件、生产氧化镁的前驱体及新一代的阻燃剂。氢氧化镁的粒径大小、粒径分布、微观形貌等特征对其在基体材料中的分散性和基体材料的物理化学性能有着决定性的影响。为提高氢氧化镁添加至高分子材料中的阻燃性能,需要大量添加的氢氧化镁到基体材料中才能达到国家规定的阻燃等级,然而氢氧化镁的大量添加回严重降低基体材料的物理化学性能,而微观结构排列有序、粒径分布窄且粒径较小的氢氧化镁阻燃效果高、添加量低,对基体材料的物理化学性能影响也小。为获得具有分散性好、形貌特殊、粒径小且分布窄的高性能氢氧化镁,国内外科技工作者开展了大量的研究。目前国内关于氢氧化镁的制备方法主要有简单沉淀法、水热法、溶胶-凝胶法、电化学法、微波辅助法、气相等。

[0003] 常规方法制备的氢氧化镁团聚严重,水热法可以实现对常规方法制备的氢氧化镁的优化。水热法是在高温高压的溶剂中发生的一种化学反应过程,其主要优点是反应条件可控,能够实现对制备的无机材料的晶体尺寸和形貌以及晶体的生长作用的控制,从而制备出团聚程度低、形貌规则的氢氧化镁。因此采用水热法制备氢氧化镁也有了大量的研究报告,关于水热法制备氢氧化镁影响因素的研究主要集中于反应温度、反应压力、矿化剂的诱导方面的研究。采用水热法对实现氢氧化镁的溶解-再结晶通常需要使用碱性添加剂,如氢氧化钠、氢氧化钾、氨水等,氢氧化钠、氢氧化钾等碱性添加剂价格高、腐蚀性强严重制约了其在工业上的大规模使用,使用廉价易得、腐蚀性低的添加剂促进氢氧化镁的溶解-再结晶具有极其重要的价值和意义。

[0004] 青海西部镁业有限公司利用盐湖卤水氯化镁石通过沉淀法已经成功地生产出了大粒径氢氧化镁,生产能力为16万吨/年,但是其生产的氢氧化镁产品粒径分布宽、粒径大、晶格尺寸大、晶体排列无规则、比表面积大,从而严重制约了企业在阻燃剂用氢氧化镁行业的发展。随着钾资源的开发利用,大量的水氯化镁作为废弃物排放,多年的排放累积已经造成了盐湖卤水的成份失衡,被称为“镁害”,这样既造成了资源浪费也带来了环境压力。如能利用盐湖废弃的水氯化镁制备氢氧化镁产品,不仅能很好的处理盐湖“镁害”,为现代镁产业开辟新的发展机遇,而且能实现经济、资源和环境的可持续发展。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是针对现有技术的缺点,提供一种工艺流程更简单、生产成本更低、具有环境友好型特点的大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化

镁的方法,其在实现阻燃级用氢氧化镁制备的同时及在不增加杂质离子的情况下,解决了实现氢氧化镁溶解-再结晶添加剂成本高、腐蚀性强的难题。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明采用如下技术方案:一种大粒径氢氧化镁水热法制备阻燃剂用六角片状氢氧化镁的方法,其特征在于:按以下步骤进行,

[0007] A、称量好大粒径氢氧化镁(粒径为40-60 μm)和水氯镁石,将称量好的大粒径氢氧化镁和水氯镁石转入高温高压反应釜中,在高温高压反应釜中加入蒸馏水;

[0008] B、大粒径氢氧化镁与蒸馏水及水氯镁石在一定的温度和搅拌速度下水热处理一定的时间,使得大粒径氢氧化镁实现充分的溶解-再结晶过程;

[0009] C、将反应所得产物进行过滤得到滤饼,滤饼经过洗涤、干燥得到阻燃剂用六角片状氢氧化镁,滤饼洗涤次数为五次。

[0010] 在步骤A中,大粒径氢氧化镁的量为75-85份,水氯镁石的量为77-86份,蒸馏水的添加量为1440-1600份。

[0011] 作为一个较佳实例,大粒径氢氧化镁的质量为80g,水氯镁石的质量为81.32g,蒸馏水的添加量为1520mL。

[0012] 在步骤A中,大粒径氢氧化镁与蒸馏水的质量比为1:(18-20),水氯镁石的物质的量为0.25mol/L。

[0013] 在步骤B中,大粒径氢氧化镁和水氯镁石在高温高压反应釜内在搅拌速度为500r/min、反应温度为160 $^{\circ}\text{C}$ (存在若干度的温差亦可)的条件下进行水热反应,反应时间为6h。

[0014] 由于现有技术已有使用 KCl 、 CaCl_2 等添加剂来制备大粒径氢氧化镁的技术,在此基础上,本发明采用水氯镁石($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)作为促进大粒径氢氧化镁溶解的添加剂,通过对反应过程的监测,在水氯镁石($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)存在的条件下,水氯镁石($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶解于水溶液中产生的 Mg^{2+} 和 Cl^- 能够不断的取代大粒径氢氧化镁中的 Mg^{2+} ,而且促使整个反应的水热体系在一定程度上实现局部区域中处于弱酸性环境,从而实现了氢氧化镁的溶解,最终实现了大粒径氢氧化镁水热法制备为阻燃级用氢氧化镁的目的。

[0015] 本发明以大粒径氢氧化镁为原料,将一定质量比例的大粒径氢氧化镁和水氯镁石加入到高温高压反应釜装置中,在一定的温度和搅拌速度下反应制备阻燃级用氢氧化镁;其工艺流程简单、生产成本低,不仅原料不会产生明显的环境污染,同时还实现了对废弃水氯镁石的利用,在实现阻燃级用氢氧化镁制备的同时解决了实现氢氧化镁溶解-再结晶添加剂成本高、腐蚀性强的难题,具有良好的经济效益、社会效益和环境效益;通过本发明制得的阻燃级用氢氧化镁产品呈六角片状,成分为高纯的氢氧化镁,粒径分布窄, D_{50} 为1.86 μm , D_{90} 为4.20 μm ,具有极大的应用价值和市场价值。

附图说明

[0016] 图1为阻燃级用氢氧化镁的X衍射分析结果(XRD谱图);

[0017] 图2为阻燃级用氢氧化镁扫描电镜图;

[0018] 图3为阻燃级用氢氧化镁激光粒度仪分析结果(粒径分布图)。

具体实施方式

[0019] 下面结合具体实施方式做进一步说明:

[0020] 实施例1,一、反应原料的准备:称量80g的大粒径氢氧化镁(粒径为40-60 μm),称量81.32g的水氯镁石,量取1520mL的蒸馏水,加入到2L的高温高压反应釜装置中。

[0021] 二、阻燃级用氢氧化镁的制备:将加入原料的高温高压反应釜装置密封,调控温度至160 $^{\circ}\text{C}$,调节转速至500r/min,准备就绪后,启动高温高压反应釜装置,在160 $^{\circ}\text{C}$ 、500r/min的条件下反应6h。产物经过滤、洗涤5次、干燥得到阻燃级用六角片状氢氧化镁。经计算制备的氢氧化镁 I_{001}/I_{101} 和 I_{001}/I_{110} 的极性比分别为1.57和3.81,X射线衍射实验证实其为表明极性极低氢氧化镁,经扫描电镜图证明其为六角片状的氢氧化镁,经激光粒度仪表明其粒径分布窄, D_{50} 为1.86 μm , D_{90} 为4.20 μm ,达到了中华人民共和国化工行业阻燃级用氢氧化镁的标准,如图1、图2和图3所示。

[0022] 实施例2,反应原料的准备:称量75g的大粒径氢氧化镁(粒径为40-60 μm),称量77g的水氯镁石,量取1440mL的蒸馏水,加入到2L的高温高压反应釜装置中。其它过程与实施例1相同。

[0023] 实施例3,反应原料的准备:称量85g的大粒径氢氧化镁(粒径为40-60 μm),称量86g的水氯镁石,量取1600mL的蒸馏水,加入到2L的高温高压反应釜装置中,其它过程同实施例1。

[0024] 以上已将本发明做一详细说明,以上所述,仅为本发明之较佳实施例而已,当不能限定本发明实施范围,即凡依本申请范围所作均等变化与修饰,皆应仍属本发明涵盖范围内。

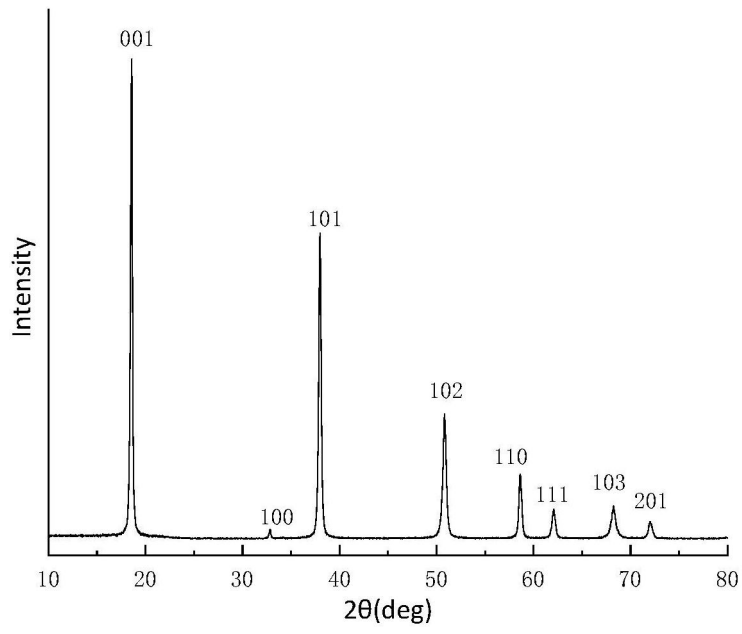


图1

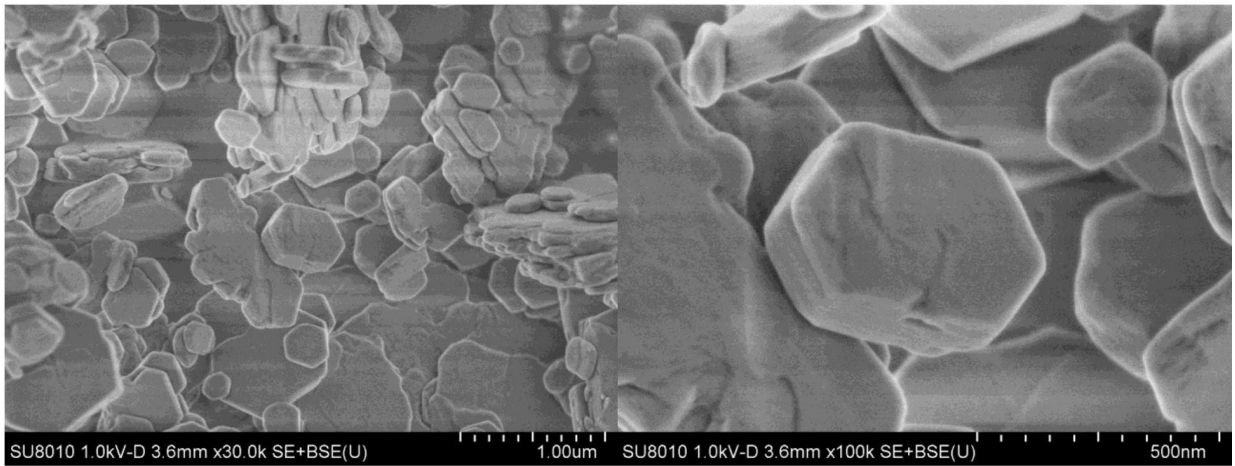


图2

粒度特征参数

D(4,3)	2.26 μm	D50	1.81 μm	D(3,2)	1.60 μm	S.S.A.	3.75 sq. m/c. c.
D10	0.92 μm	D25	1.17 μm	D75	2.70 μm	D90	4.20 μm

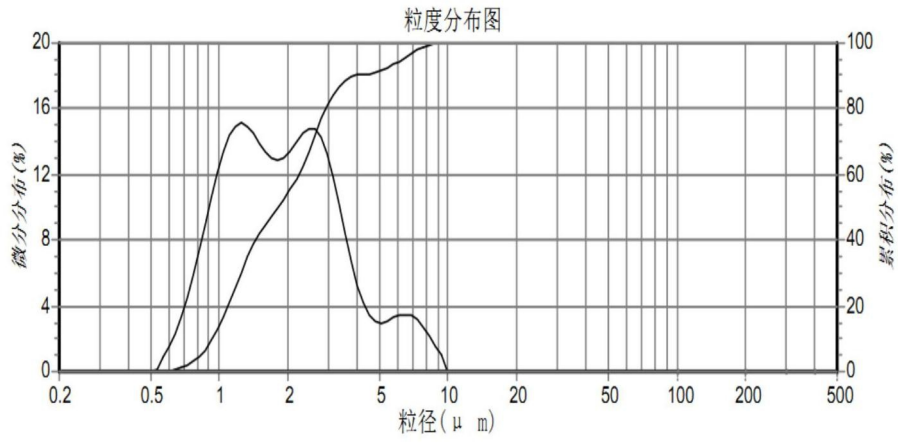


图3