



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103332719 A

(43) 申请公布日 2013. 10. 02

(21) 申请号 201310301639. 9

(22) 申请日 2013. 07. 18

(71) 申请人 北京世纪地和控股有限公司
地址 100191 北京市海淀区花园东路 30 号
花园商务会馆 6418 室

(72) 发明人 张开元 徐美权

(51) Int. Cl.
C01F 7/34 (2006. 01)

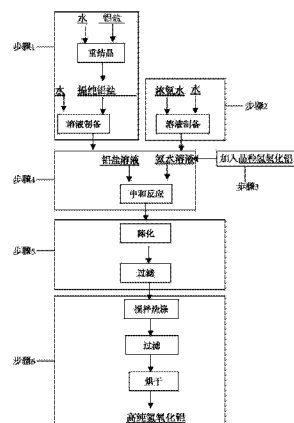
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种高纯氢氧化铝的生产方法

(57) 摘要

本发明涉及一种高纯氢氧化铝的生产方法。所述方法包括对原料铝盐进行提纯,制成浓度为 0. 1mol/L ~ 2. 0mol/L 的铝盐溶液;制备浓度为 0. 5mol/L ~ 15mol/L 的氨水溶液;在氨水溶液中加入 0g/L ~ 800g/L 的晶种,在加热并不断搅拌的条件下,缓慢加入铝盐溶液,氨水与铝盐反应生成氢氧化铝,当 pH 值达到 6 ~ 10, 停止加入铝盐溶液。停止加热搅拌,反应结束后进行陈化、过滤。氢氧化铝洗涤时加入表面活性剂,搅拌洗涤后继续过滤分离,再烘干后即可得到高纯氢氧化铝。本发明利用沉淀法制备氢氧化铝的工艺流程简单、易于操作,容易规模化生产,所得的氢氧化铝纯度高达 99. 99% 以上。



1. 一种高纯氢氧化铝的生产方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:

步骤1:对原料铝盐进行提纯,制备成浓度为 $0.1\text{mol/L} \sim 2.0\text{mol/L}$ 的铝盐溶液;

步骤2:制备浓度为 $0.5\text{mol/L} \sim 15\text{mol/L}$ 的氨水溶液;

步骤3:在氨水溶液中加入晶种氢氧化铝;

步骤4:在加热并不断搅拌的条件下,往氨水中缓慢加入铝盐溶液,氨水与铝盐反应生成氢氧化铝;

步骤5:当pH值达到 $6 \sim 10$,停止加入铝盐溶液,停止加热并停止搅拌,对生成的氢氧化铝进行陈化、过滤;

步骤6:搅拌洗涤步骤5陈化、过滤的氢氧化铝,洗涤时加入表面活性剂,搅拌洗涤后继续过滤分离,再经过烘干后即可得到高纯氢氧化铝。

2. 根据权利要求1所述高纯氢氧化铝的生产方法,其特征在于,所述步骤3中晶种氢氧化铝的加入量为 $0\text{g/L} \sim 800\text{g/L}$ 。

3. 根据权利要求1所述高纯氢氧化铝的生产方法,其特征在于,所述步骤4的加热反应温度在 $40^{\circ}\text{C} \sim 90^{\circ}\text{C}$ 。

4. 根据权利要求1所述高纯氢氧化铝的生产方法,其特征在于,所述步骤4的搅拌速度控制在 $30\text{r/min} \sim 1000\text{r/min}$ 。

5. 根据权利要求1所述高纯氢氧化铝的生产方法,其特征在于,所述步骤5的陈化时间为 $0\text{h} \sim 60\text{h}$ 。

6. 根据权利要求1所述高纯氢氧化铝的生产方法,其特征在于,所述步骤6中表面活性剂的加入量为氢氧化铝的 $0 \sim 10\%$ 。

7. 根据权利要求1所述高纯氢氧化铝的生产方法,其特征在于,所述步骤6,在加入表面活性剂之后,加入适量的温水,搅拌均匀。

8. 根据权利要求1所述高纯氢氧化铝的生产方法,其特征在于,所述步骤6中的高纯氢氧化铝经过焙烧后可以制得高纯氧化铝。

9. 根据权利要求1所述高纯氢氧化铝的生产方法,其特征在于,所述原料铝盐为硫酸铝、硫酸铝铵、硝酸铝或氯化铝。

一种高纯氢氧化铝的生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种氢氧化铝的生产方法,尤其涉及一种采用铝盐为原料生产高纯氢氧化铝的方法。

背景技术

[0002] 氢氧化铝是酸碱两性化合物,耐热耐磨,无味无毒,不挥发,加热至 250℃ 以上时脱水吸热,具有良好的消烟阻燃性能。氢氧化铝用途广泛:可用作橡胶、塑料和聚合物的无烟阻燃填料,生产牙膏的填料,人造地毯的填料,人造大理石、玛瑙的填料;造纸行业中用作增白剂和增光剂;是生产硫酸铝、明矾、氟化铝、水合氯化铝、铝酸钠等多种化工产品的原料;还用于生产抗胃酸药物。高纯氢氧化铝与普通氢氧化铝相比,杂质含量更低,可用于人造宝石的填料,生产高纯氧化铝、蓝宝石、红宝石等。

[0003] 高纯氢氧化铝的常规方法主要有改良的拜耳法,用偏铝酸钠溶液进行数次脱硅、脱铁,然后用特制的活性种子进行种分得到高纯氢氧化铝。但是采用改良拜耳法,产品的钠、硅杂质含量较高,纯度不理想,活性晶种的制备也很麻烦。

[0004] 高纯氢氧化铝的生产方法还有有机铝法,采用高纯铝片(纯度 99.999% 以上)反应制成有机铝化合物,主要是醇铝和烷基铝,再经过水解工艺,得到的高纯氢氧化铝。本方法制得的氢氧化铝纯度高,但是成本很高,而且只适合小规模生产。

发明内容

[0005] 本发明针对现有的高纯氢氧化铝生产工艺流程复杂、设备投资大、生产成本低、生产规模小、产品品质较差的缺点,提供一种工艺流程简单、设备投资少、生产成本低、产品品质好且易于大规模工业化生产的高纯氢氧化铝的生产方法。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明的技术方案如下:一种高纯氢氧化铝的生产方法包括以下步骤:

[0007] 步骤 1:对原料铝盐进行提纯,制备成浓度为 0.1mol/L ~ 2.0mol/L 的铝盐溶液;

[0008] 步骤 2:制备浓度为 0.5mol/L ~ 15mol/L 的氨水溶液;

[0009] 步骤 3:在氨水溶液中加入晶种氢氧化铝;

[0010] 步骤 4:在加热并不断搅拌的条件下,往氨水中缓慢加入铝盐溶液,氨水与铝盐反应生成氢氧化铝;

[0011] 步骤 5:当 pH 值达到 6 ~ 10,停止加入铝盐溶液,停止加热并停止搅拌,对生成的氢氧化铝进行陈化、过滤;

[0012] 步骤 6:搅拌洗涤步骤 5 陈化、过滤的氢氧化铝,洗涤时加入表面活性剂,搅拌洗涤后继续过滤分离,再经过烘干后即可得到高纯氢氧化铝。

[0013] 进一步,所述步骤 3 中晶种氢氧化铝的加入量为 0g/L ~ 800g/L。

[0014] 进一步,所述步骤 4 的加热效果为控制反应温度在 40℃ -90℃,搅拌速度控制在 30r/min-1000r/min。

- [0015] 进一步,所述步骤 5 的陈化时间为 0h-60h。
- [0016] 进一步,所述步骤 6 中表面活性剂的加入量为氢氧化铝的 0-10%。
- [0017] 进一步,所述步骤 6, 在加入表面活性剂之后, 加入适量的温水,搅拌均匀。
- [0018] 进一步,所述步骤 6 中的高纯氢氧化铝经过焙烧后可以制得高纯氧化铝。
- [0019] 进一步,原料铝盐为硫酸铝、硫酸铝铵、硝酸铝或氯化铝。
- [0020] 本发明的有益效果是:本发明生产高纯氢氧化铝的方法,工艺流程简单、设备投资少、生产成本低、易于大规模工业化生产。铝盐水解或者与碱性物质反应时,容易生成溶胶或凝胶状氢氧化铝,对其它的胶体粒子、硫酸根离子等阴离子有很强的吸附能力,导致氢氧化铝纯度不高。本发明的技术方案通过控制晶种加入量、反应温度、搅拌速度、反应时间、pH 值等反应条件,并在氢氧化铝洗涤过程中加入少量的表面活性剂,能制取纯度为 99.99% 以上的高纯氢氧化铝。

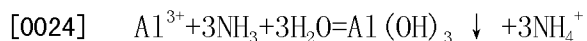
附图说明

- [0021] 图 1 为本发明的高纯氢氧化铝生产方法的工艺流程示意图。

具体实施方式

[0022] 以下结合附图对本发明的原理和特征进行描述,所举实例只用于解释本发明,并非用于限定本发明的范围。

[0023] 本发明的一种生产高纯氢氧化铝的方法,基于以下化学反应原理:



[0025] 如图 1 所示,所述方法包括以下步骤:

[0026] 步骤 1:对原料铝盐进行提纯,制备成浓度为 0.1mol/L ~ 2.0mol/L 的铝盐溶液。原料铝盐为用硫酸铝、硫酸铝铵、硝酸铝或氯化铝物。原料铝盐中如果铁、钛、钙、镁等金属离子杂质含量较高,可以采用重结晶等方法进行提纯,提纯后的铝盐制备成浓度为 0.1mol/L ~ 2.0mol/L 的溶液。

[0027] 步骤 2:制备浓度为 0.5mol/L ~ 15mol/L 的氨水溶液。

[0028] 步骤 3:在氨水溶液中加入晶种氢氧化铝,加入量为 0g/L ~ 800g/L。

[0029] 步骤 4:在加热并不断搅拌的条件下,往氨水中缓慢加入铝盐溶液,氨水与铝盐反应生成氢氧化铝。加热效果为控制反应温度在 40℃ -90℃,搅拌速度控制在 30r/min-1000r/min。

[0030] 步骤 5:当 pH 值达到 6 ~ 10,停止加入铝盐溶液。停止加热并停止搅拌,反应结束后对步骤 4 生成的氢氧化铝进行陈化、过滤;陈化时间为 0h-60h。

[0031] 步骤 6:搅拌洗涤步骤 5 陈化、过滤的氢氧化铝,洗涤时加入表面活性剂,然后加入适量的温水,搅拌洗涤后继续过滤分离,表面活性剂的加入量为氢氧化铝的 0-10%。再经过烘干后即可得到高纯氢氧化铝,高纯氢氧化铝经过焙烧后可以制得高纯氧化铝。

[0032] 下面以四个实施例对本发明一种高活性氧化铝的生产方法做进一步详细的描述。

[0033] 实施例 1

[0034] 对原料硫酸铝进行除杂,配制成浓度为 0.3mol/L 的硫酸铝溶液。取浓氨水配制成浓度为 10mol/L 溶液,氨水溶液中按 200g/L 的比例加入晶种氢氧化铝。在搅拌速度为 300r/

min 的条件下,缓慢地往氨水溶液中加入硫酸铝溶液,氨水与硫酸铝反应生成氢氧化铝。调节加热量,使反应温度控制在 45℃。当 pH 值达到 7,停止加入硫酸铝溶液。停止加热并停止搅拌,反应结束后陈化 4h,然后过滤分离得到氢氧化铝滤饼。氢氧化铝滤饼取出,按氢氧化铝量 2% 的比例加入表面活性剂,并加入适量的温水(50℃左右),搅拌均匀进行洗涤,再次过滤分离,再用适量温水进行洗涤。经过烘干后即可得到高纯氢氧化铝。氢氧化铝中各杂质成分为:Fe₂O₃0.001%、SiO₂0.001%、CaO0.001%、K₂O0.001%、SO₄²⁻0.001%

[0035] 实施例 2

[0036] 对原料硝酸铝进行除杂,配制成浓度为 0.4mol/L 的硝酸铝溶液。取浓氨水配制成浓度为 6mol/L 溶液。在搅拌速度为 200r/min 的条件下,缓慢地往氨水溶液中加入硝酸铝溶液,氨水与硝酸铝反应生成氢氧化铝。调节加热量,使反应温度控制在 65℃。当 pH 值达到 8,停止加入硝酸铝溶液。停止加热并停止搅拌,反应结束后陈化 3h,然后过滤分离得到氢氧化铝滤饼。氢氧化铝滤饼取出,按氢氧化铝量 1.5% 的比例加入表面活性剂,并加入适量的温水(60℃左右),搅拌均匀进行洗涤,再次过滤分离,再用适量温水进行洗涤。经过烘干后即可得到高纯氢氧化铝。氢氧化铝中各杂质成分为:Fe₂O₃0.001%、SiO₂0.001%、K₂O0.001%。

[0037] 实施例 3

[0038] 对原料硫酸铝铵进行除杂,配制成浓度为 0.6mol/L 的硫酸铝铵溶液。取浓氨水配制成浓度为 4mol/L 溶液,氨水溶液中按 150g/L 的比例加入晶种氢氧化铝。在搅拌速度为 600r/min 的条件下,缓慢地往氨水溶液中加入硫酸铝铵溶液,氨水与硫酸铝铵反应生成氢氧化铝。调节加热量,使反应温度控制在 75℃。当 pH 值达到 8.5,停止加入硫酸铝铵溶液。停止加热并停止搅拌,反应结束后过滤分离得到氢氧化铝滤饼。氢氧化铝滤饼取出,按氢氧化铝量 0.5% 的比例加入表面活性剂,并加入适量的温水(60℃左右),搅拌均匀进行洗涤,再次过滤分离,再用适量温水进行洗涤。经过烘干后即可得到高纯氢氧化铝。氢氧化铝中各杂质成分为:Fe₂O₃0.001%、SiO₂0.001%、Na₂O0.001%、SO₄²⁻0.001%

[0039] 实施例 4

[0040] 对原料氯化铝进行除杂,配制成浓度为 0.5mol/L 的氯化铝溶液。取浓氨水配制成浓度为 5mol/L 溶液,氨水溶液中按 250g/L 的比例加入晶种氢氧化铝。在搅拌速度为 600r/min 的条件下,缓慢地往氨水溶液中加入氯化铝溶液,氨水与氯化铝反应生成氢氧化铝。调节加热量,使反应温度控制在 60℃。当 pH 值达到 7.2,停止加入氯化铝溶液。停止加热并停止搅拌,反应结束后陈化 2h,然后过滤分离得到氢氧化铝滤饼。氢氧化铝滤饼取出,按氢氧化铝量 1% 的比例加入表面活性剂,并加入适量的温水(50℃左右),搅拌均匀进行洗涤,再次过滤分离,再用适量温水进行洗涤。经过烘干后即可得到高纯氢氧化铝。氢氧化铝中各杂质成分为:Fe₂O₃0.001%、SiO₂0.002%、CaO0.001%、K₂O0.001%。

[0041] 效果:

[0042]

	氢氧化铝的纯度	杂质总含量	Fe ₂ O ₃ 含量	SiO ₂ 含量	Na ₂ O含量	CaO含量	K ₂ O含量	SO ₄ ²⁻ 含量
实施例1	99.995%	0.005%	0.001%	0.001%	—	0.001%	0.001%	0.001%
实施例2	99.996%	0.004%	0.001%	0.001%	—	—	0.001%	—
实施例3	99.995%	0.005%	0.001%	0.001%	0.001%	—	—	0.001%
实施例4	99.994%	0.006%	0.001%	0.002%	—	0.001%	0.001%	—

[0043] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

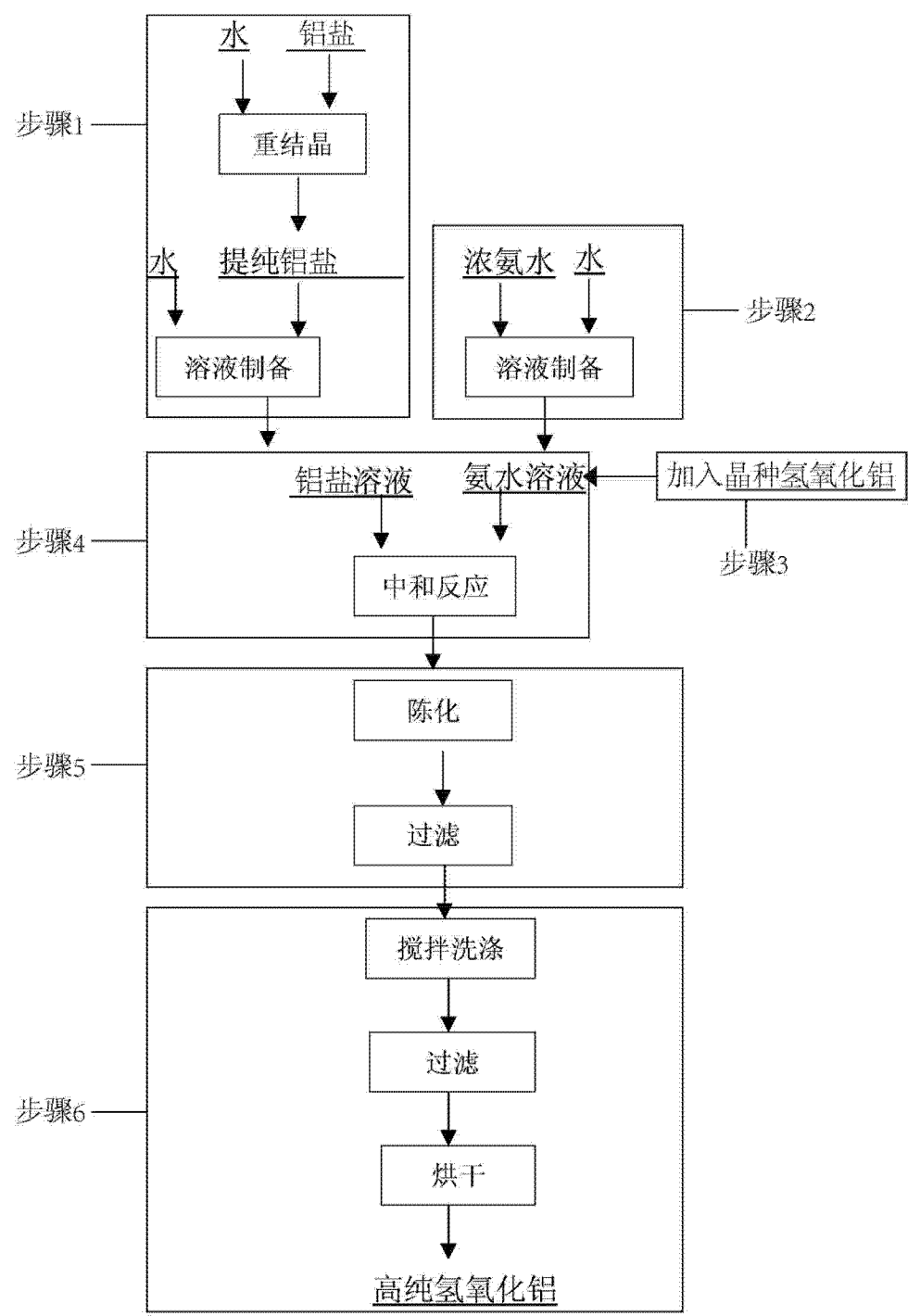


图 1