



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110817935 A

(43)申请公布日 2020.02.21

(21)申请号 201911231759.X

(22)申请日 2019.12.05

(66)本国优先权数据

201910674535.X 2019.07.25 CN

(71)申请人 重庆东群科技有限公司

地址 400000 重庆市南岸区江溪路33号

(72)发明人 陈尚全 李世川 龙忠祥 蒋涛

刘权锋 张志宏 蒋文艺

(51)Int.Cl.

C01G 9/02(2006.01)

B82Y 30/00(2011.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种利用锌的再生资源制备高纯度氧化锌的方法

(57)摘要

本公开涉及一种制备高纯度氧化锌的方法,包括浸提步骤、反络合结晶步骤、漂洗步骤、干燥煅烧步骤。本公开首次实现了通过碳酸锌铵作为中间体制备高纯度氧化锌的工艺,利用碳酸锌铵的抗水性解决了湿法氧化锌工艺过程中夹带水溶物影响产品纯度的问题;利用锌的再生资源制备高纯度氧化锌,在实现资源化利用的同时解决生产过程造成的环境问题,工艺简便易行,成本低廉。

1. 一种制备高纯度氧化锌的方法,其特征在于,包括以下步骤:

浸提步骤:将含锌原料与浸提剂混合,搅拌进行浸提,然后过滤除去滤渣,将得到的滤液作为浸出液,对所述浸出液进行净化处理;

反络合结晶步骤:向净化后的浸出液中通入二氧化碳进行结晶,然后过滤,收集结晶析出的碳酸锌铵固体;

漂洗步骤:用水漂洗所述碳酸锌铵固体;

干燥煅烧步骤:将漂洗后的碳酸锌铵干燥,煅烧,得到高纯度氧化锌;

其中,所述浸提剂为氨和碳酸氢铵的混合水溶液,或氨和碳酸铵的混合水溶液,或氨、碳酸氢铵和碳酸铵的混合水溶液。

2. 根据权利要求1所述的制备高纯度氧化锌的方法,其中,所述浸提剂中总氨的质量浓度为2%-15%。

3. 根据权利要求1所述的制备高纯度氧化锌的方法,其中,所述浸提步骤得到的浸出液中的锌元素浓度为20-80g/L。

4. 根据权利要求1至3任一项所述的制备高纯度氧化锌的方法,其中,在所述反络合结晶步骤中,向净化后的浸出液中通入二氧化碳直至反应液中剩余的锌元素的浓度低于0.1g/L后进行过滤。

5. 根据权利要求1至3任一项所述的制备高纯度氧化锌的方法,其中,在所述反络合结晶步骤中,所述反络合结晶步骤在20-80℃的结晶温度下进行。

6. 根据权利要求1至3任一项所述的制备高纯度氧化锌的方法,其中,在所述反络合结晶步骤中,在通入二氧化碳之前,先向所述净化后的浸出液中添加表面活性剂。

7. 根据权利要求1至3任一项所述的制备高纯度氧化锌的方法,其中,在所述反络合结晶步骤中,进行反应结晶的时间为10-30分钟。

8. 根据权利要求1至3任一项所述的制备高纯度氧化锌的方法,其中,在所述反络合结晶步骤中,按照气相与液相体积比为0.3-3:1的量向净化后的浸出液中通入二氧化碳。

9. 根据权利要求1所述的制备高纯度氧化锌的方法,其中,所述高纯度氧化锌的纯度高于99.5%,粒径小于100nm。

10. 根据权利要求1至9任一项所述的制备高纯度氧化锌的方法,其中,所述含锌原料为再生锌原料。

一种利用锌的再生资源制备高纯度氧化锌的方法

技术领域

[0001] 本发明属于资源综合利用及精细化工的综合技术领域,涉及锌的再生资源的资源化利用及环境治理。

背景技术

[0002] 锌作为重要的工业原料,在钢铁、冶金、机械、电气、化工、轻工、军事和医药等领域有广泛用途。但是,根据调查情况,我国的锌资源探明储量并不丰富,具经济开采价值的锌矿总量不足。再生锌资源是发展循环产业的关键,对再生锌资源的充分利用将有助于缓解锌矿资源短缺的问题。目前再生锌资源的利用技术还存在很多不足,再生锌资源伴随的锌以外的其他成分复杂,甚至含有有毒有害成分,处理难度大,处理工艺成本高,难以经济有效地获得高纯度、高价值的锌产品。

[0003] 氧化锌是锌的一种氧化物。难溶于水,可溶于酸和强碱。氧化锌是一种常用的化学添加剂,广泛地应用于塑料、硅酸盐制品、合成橡胶、润滑油、油漆涂料、药膏、粘合剂、食品、电池、阻燃剂等产品的制作中。氧化锌的能带隙和激子束缚能较大,透明度高,有优异的常温发光性能,在半导体领域的液晶显示器、薄膜晶体管、发光二极管等产品中均有应用。

[0004] 氧化锌的生产工艺主要分湿法、火法和间接法三大类。高纯度氧化锌产品要求氧化锌含量大于或等于99.7% (I型),或大于或等于99.5% (III型)。目前能达到高纯度氧化锌国家标准的产品,其制备工艺主要为间接法,该工艺通过纯金属锌的高温氧化制备氧化锌,成本很高。火法氧化锌产品传统上称为次氧化锌,属于氧化锌中的低端产品,并且其生产过程造成的污染很大。湿法工艺在产品粒径与重金属杂质元素控制上有一定优势,但受工艺中沉淀过程夹带水溶性杂质的影响,产品中氧化锌纯度的进一步提升遇到瓶颈,生产中难以稳定地得到符合高纯度氧化锌标准的产品。

[0005] 如何通过湿法,特别是直接利用锌的再生资源为起始原料制备高纯度氧化锌,是技术中需要解决的问题。

发明内容

[0006] 发明要解决的问题

[0007] 现有技术中火法、湿法生产氧化锌难以控制杂质含量,无法稳定生产高纯度氧化锌,而间接法生产高纯度氧化锌需要纯金属锌作为原料,成本很高。另一方面,需要通过对再生锌资源的利用填补锌原料的供应短缺,但现有的工艺对再生锌资源的处理效果不佳。本公开通过对处理工艺的改进,解决现有技术中一方面或几方面的问题。

[0008] 用于解决问题的方案

[0009] 为解决现有技术存在的问题,本公开提供一种制备高纯度氧化锌的方法,包括以下步骤:

[0010] 浸提步骤:将含锌原料与浸提剂混合,搅拌进行浸提,然后过滤除去滤渣,将得到的滤液作为浸出液,对所述浸出液进行净化处理;

[0011] 反络合结晶步骤:向净化后的浸出液中通入二氧化碳进行结晶,然后过滤,收集结晶析出的碳酸锌铵固体;

[0012] 漂洗步骤:用水漂洗所述碳酸锌铵固体;

[0013] 干燥煅烧步骤:将漂洗后的碳酸锌铵干燥,煅烧,得到高纯度氧化锌;

[0014] 其中,所述浸提剂为氨和碳酸氢铵的混合水溶液,或氨和碳酸铵的混合水溶液,或氨、碳酸氢铵和碳酸铵的混合水溶液。

[0015] 在本公开进一步的实施方案提供的制备高纯度氧化锌的方法中,所述浸提剂中总氨的质量浓度为2%-15%。

[0016] 在本公开进一步的实施方案提供的制备高纯度氧化锌的方法中,所述浸提步骤得到的浸出液中的锌元素浓度为20-80g/L。

[0017] 在本公开进一步的实施方案提供的制备高纯度氧化锌的方法中,在所述反络合结晶步骤中,向净化后的浸出液中通入二氧化碳直至反应液中剩余的锌元素的浓度低于0.1g/L后进行过滤。

[0018] 在本公开进一步的实施方案提供的制备高纯度氧化锌的方法中,在所述反络合结晶步骤中,所述反络合结晶步骤在20-80℃的结晶温度下进行。

[0019] 在本公开进一步的实施方案提供的制备高纯度氧化锌的方法中,在所述反络合结晶步骤中,在通入二氧化碳之前,先向所述净化后的浸出液中添加表面活性剂。

[0020] 在本公开进一步的实施方案提供的制备高纯度氧化锌的方法中,在所述反络合结晶步骤中,进行反应结晶的时间为10-30分钟。

[0021] 在本公开进一步的实施方案提供的制备高纯度氧化锌的方法中,在所述反络合结晶步骤中,按照气相与液相体积比为0.3-3:1的量向净化后的浸出液中通入二氧化碳。

[0022] 在本公开进一步的实施方案提供的制备高纯度氧化锌的方法中,所述高纯度氧化锌的纯度高于99.5%,粒径小于100nm。

[0023] 在本公开进一步的实施方案提供的制备高纯度氧化锌的方法中,所述含锌原料为再生锌原料。

[0024] 发明的效果

[0025] 本公开实现了以下一方面或多方面的有利技术效果:

[0026] 1) 首次实现了通过碳酸锌铵作为中间体制备高纯度氧化锌的工艺,利用碳酸锌铵的抗水性解决了湿法氧化锌工艺中沉淀过程夹带水溶物影响终产品纯度的问题。

[0027] 2) 本公开的工艺没有使用传统湿法工艺的蒸氨过程,而是通过改变锌氨络离子的络合环境而结晶出碳酸锌铵,进而由碳酸锌铵分解得氧化锌,本工艺的结晶过程避免了蒸氨过程重金属杂质的共结晶,避免了蒸氨工艺的高能耗弊端,也防止了夹带其他水溶性杂质,有效地提高了氧化锌产品的纯度,改善了生产高纯度氧化锌工艺的稳定性。

[0028] 3) 本公开的方法可以利用锌的再生资源制备高纯度氧化锌,在实现资源化利用的同时解决生产过程造成的环境问题,具有良好的经济与社会效益。

[0029] 5) 本公开的方法,辅助原料氨与二氧化碳可循环利用,不仅节能降耗,而且安全环保。

[0030] 6) 本公开的方法工艺简便易行,成本低廉。

具体实施方式

[0031] 在本公开中,除非另有说明,“碳酸氨合锌”是锌氨络离子与碳酸根形成的化合物的总称,包括 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]\text{CO}_3$ (碳酸四氨合锌)、 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_3]\text{CO}_3$ (碳酸三氨合锌)、 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_2]\text{CO}_3$ (碳酸二氨合锌)、 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)]\text{CO}_3$ (碳酸一氨合锌)等。

[0032] 在本公开中,除非另有说明,“锌氨络离子”是各级氨合锌络离子的总称,包括 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ (四氨合锌离子)、 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_3]^{2+}$ (三氨合锌离子)、 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_2]^{2+}$ (二氨合锌离子)、 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)]^{2+}$ (一氨合锌离子)等。

[0033] 在本公开中,除非另有说明,溶液中的“总氨”是指该溶液中 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 NH_3 、 NH_4^+ 的总和;溶液中的“有效碳酸根”是指该溶液中碳酸根与碳酸氢根的总和。

[0034] “任选的”或“任选地”表示随后所述的步骤可以进行,或者可以不进行,并且该表述包括随后所述的步骤进行的情形和随后所述的步骤不进行的情形。

[0035] 本公开的生产工艺使用的含锌原料范围广泛。虽然可以用较高纯度的氧化锌作为起始原料,但由于本公开的工艺选择性高、对原料其他成分的耐受性好,从生产的经济型角度出发,优选采用再生锌原料作为起始原料,具体例如次氧化锌、镀锌灰、冶炼含锌炉灰、冶炼锌泥、冶炼含锌渣、钢厂转炉灰、钢厂电炉灰等。

[0036] 化学反应式

[0037] 1. 锌铵络合

[0038] $\text{ZnO} + (i-2)\text{NH}_3 + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 = [\text{Zn}(\text{NH}_3)_i]\text{CO}_3 + 2\text{H}_2\text{O}$ (i为2至4的整数) 或

[0039] $\text{ZnO} + (i-1)\text{NH}_3 + \text{NH}_4\text{HCO}_3 = [\text{Zn}(\text{NH}_3)_i]\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$ (i为1至4的整数)

[0040] 2. 反络合结晶

[0041] 形成碱式碳酸锌:

[0042] $3[\text{Zn}(\text{NH}_3)_i]\text{CO}_3 + 3\text{H}_2\text{O} = \text{ZnCO}_3 \cdot 2\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} + 2(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 + (3i-4)\text{NH}_3$

[0043] (i为2至4的整数)

[0044] 继续通入二氧化碳,碳酸铵转化为碳酸氢铵:

[0045] $2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 = (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$

[0046] $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} = 2\text{NH}_4\text{HCO}_3$

[0047] 形成碳酸锌铵:

[0048] $2[\text{ZnCO}_3 \cdot 2\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] + 6\text{NH}_4\text{HCO}_3 + \text{CO}_2 = 3[(\text{ZnCO}_3)_2 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3] + 9\text{H}_2\text{O}$. 碳酸锌铵分解

[0049] $[(\text{ZnCO}_3)_2 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3] = 2\text{ZnO} + 3\text{CO}_2 + 2\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

[0050] 具体工艺步骤步骤1锌氨络合浸提

[0051] 将含锌原料与配制好的浸提剂以一定比例混合进行搅拌浸提,在浸提过程中,原料中的锌成分转化为各级锌氨络离子进入到溶液中。浸提后进行过滤,除去滤渣,得到的滤液为浸出液。

[0052] 浸提剂可以是氨和碳酸氢铵的混合水溶液,或者氨和碳酸铵的混合水溶液,或者氨、碳酸氢铵和碳酸铵的混合水溶液。

[0053] 浸提剂中总氨的质量浓度为2%–15%,更优选4%–8%,特别优选总氨质量浓度低于6%,例如 $2\% \leq \text{总氨浓度} < 6\%$,特别是 $5\% \leq \text{总氨浓度} < 6\%$ 。溶液中的总氨会在随后的工艺步骤中转化为碳酸氢铵,如果本步骤中采用优选的总氨浓度,则后续转化成的碳酸氢

铵在溶液中的浓度不会过高,可避免碳酸氢铵析出而影响产品纯度。

[0054] 浸提剂中有效碳酸根的总量没有限制,一般而言,可以估算将原料中的锌成分转化为碳酸氢合锌理论上所需要消耗的碳酸根的量,在此理论用量的基础上增加0%-200%,由此确定浸提剂中有效碳酸根的总量。

[0055] 浸提剂与原料的重量比没有特别限制,只要将锌成分充分浸出即可。优选浸提剂与含锌原料的比例按照充分浸提后得到的浸出液中锌元素浓度在10g/L以上(优选20-80g/L,进一步优选30-50g/L)进行配置,可充分利用浸提剂达到良好的浸提效果。

[0056] 浸提的温度没有特别限制,只要使原料中的锌成分被浸出即可,优选20-80℃,进一步优选30-50℃。将含锌原料与浸提剂混合后进行搅拌,搅拌时间没有特别限制,优选1-2小时。

[0057] 对浸出得到的浸出液(锌氨络合液)进行净化处理,将锌离子外的其他金属离子充分除去,从而保证产品纯度。可以利用公知的方法进行净化,例如添加高锰酸钾进行氧化、添加锌粉进行置换等。必要时过滤除去滤渣。将净化后的浸出液送至下一流程。

[0058] 步骤2反络合结晶

[0059] 在反络合结晶步骤中,向净化后的浸出液通入二氧化碳,使锌成分开始析出。随着二氧化碳的继续通入,浸出液中游离氨转化为铵根,溶液中的碳酸根转化为碳酸氢根。在通入足量二氧化碳的环境中,含锌元素的固体主要转化为碳酸锌铵的形式。因此,本步骤改变了锌氨络离子的存在环境,失去络合环境后的锌氨络离子最终转化为碳酸锌铵结晶。

[0060] 碳酸锌铵结晶过程充分进行后,将反应物过滤,收集过滤得到的碳酸锌铵固体。通入足量的二氧化碳可以使碳酸锌铵结晶反应充分进行,具体的判断方式不限,例如可以基于反应式进行理论计算估计反应充分进行,或者,可以向净化后的浸出液通入二氧化碳,直至反应液中剩余的锌元素的浓度低于0.1g/L,此时可认为反应充分。

[0061] 为了实现物料循环,可以对过滤得到的液体进行升温,使其中的碳酸氢铵分解、二氧化碳逸出,将逸出的二氧化碳回收,循环通入到浸出液中,加热逸出二氧化碳后的液体则可循环用于对含锌原料的浸提。

[0062] 关于反络合结晶的反应条件,虽然高温高压可以提高反应速度,但在过高的温度或压力下,结晶物中容易混杂碱式碳酸锌,且容易伴随携带水溶性杂质混入沉淀中,不利于终产品纯度的提高。而适当控制反应条件,可以使结晶沉淀基本以碳酸锌铵的形式发生,碳酸锌铵因其作为抗水剂本身具有疏水性质,可有效避免携带水溶性杂质,有助于改善终产品纯度。因此,优选的结晶条件为常压或低于0.3MPa的低压环境(即通入常压或压力低于0.3MPa的二氧化碳),结晶温度20-80℃,优选30-50℃。

[0063] 本工艺向含有氨的浸出液中通入二氧化碳,生成碳酸铵、碳酸氢铵,二氧化碳与碳酸铵及碳酸氢铵水溶液形成的特别的气液相环境有利于产生微细结晶体,另外碳酸锌铵本身具有疏水性,有利于阻止晶体长大。因此本公开的基本工艺有助于得到粒径微细的产物。

[0064] 特别地,在基本工艺的基础上,如果采用进一步的辅助措施,则不仅有助于提高终产品中氧化锌的纯度,还有利于进一步控制粒径,得到纳米级微细产品。优选的辅助措施包括下列一种或几种:

[0065] 1) 控制通入的二氧化碳气泡的细度和二氧化碳通入量,形成利于产生超细结晶体的气液相环境,特别是微纳米级二氧化碳气泡不仅利于纳米碳酸锌铵的结晶,同时也提高

二氧化碳的吸收效率,二氧化碳通入量以形成的气相与液相体积比0.3-3:1为优选;

[0066] 2) 在通入二氧化碳之前,先向浸出液中添加表面活性剂,如十二烷基苯磺酸钠(用量按生产每吨氧化锌添加表面活性剂30-100克)等,有利于晶体的细化及控制晶体的长大;

[0067] 3) 较低的锌氨络离子浓度有助于得到较小的结晶粒径,如果需要在获得纳米级产品和兼顾生产效率之间达到平衡,浸出液中锌质量浓度优选20-80g/L,进一步优选30-50g/L;

[0068] 4) 在保证反应充分的情况下,选择较短的结晶时间,例如10-30分钟,以防止晶生长大;可以通过二氧化碳快速曝气的方式,将碳酸锌铵结晶体粒径控制在100nm以内;

[0069] 5) 增加结晶过程的搅拌强度,通过物理方法控制晶体的生长速度;

[0070] 6) 控制结晶温度,结晶温度越低,结晶粒径越小,在兼顾生产效率的同时,结晶温度优选控制在20-80℃,进一步优选30-50℃;

[0071] 7) 结晶体快速分离,晶体形成后快速从液体中分离出来,控制晶体的生长。

[0072] 步骤3漂洗

[0073] 用水漂洗步骤2过滤得到的碳酸锌铵固体。加水进行充分漂洗,然后过滤,收集漂洗后的碳酸锌铵固体。

[0074] 步骤4干燥煅烧

[0075] 将漂洗后的碳酸锌铵干燥,将干燥后的碳酸锌铵进行煅烧,优选的煅烧温度为400-900℃,更优选600-900℃,优选煅烧时间1-2小时。煅烧得到终产品高纯度氧化锌,终产品中氧化锌的含量大于99.5%,其粒径小于100nm。

[0076] 通过本公开的方法可以产出高纯度氧化锌,特别地可以产出高纯纳米氧化锌。尤其实现了以杂质较多的锌再生资源作为原料,稳定地得到高纯度氧化锌/高纯纳米氧化锌产品,并且工艺过程简单快速,节能环保。

[0077] 下面将结合实施例对本公开的实施方案进行详细描述,但是本领域技术人员将会理解,下列实施例仅用于说明本公开,而不应视为对本公开的范围的限定。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市购获得的常规产品。

[0078] 实施例1

[0079] 某热镀锌厂锌灰,锌含量46.21%,该原料中的锌成分以氧化锌为主要存在形式。

[0080] 取300克原料,放入3000毫升的氨-碳铵混合液(总氨质量浓度6%,碳酸根质量浓度5%)中进行搅拌浸提,浸提温度常温,搅拌时间为2小时,然后进行过滤,过滤后液体中锌质量浓度39.3g/L,将过滤后的锌氨络合液进行净化处理。

[0081] 取2000毫升净化后的锌氨络合液,通入二氧化碳气体进行结晶反应。当液体中锌浓度低于0.1g/L时终止结晶反应。

[0082] 将结晶体过滤后,过滤后的结晶体按液固5:1的比例加水进行漂洗。将漂洗后的结晶体进行烘干,将烘干后的晶体在800度下煅烧2小时,制得高纯度氧化锌产品,对氧化锌产品进行取样分析,氧化锌含量99.9%。

[0083] 实施例2

[0084] 某钢厂中频炉灰,锌含量39.26%,该原料中的锌成分以氧化锌为主要存在形式。

[0085] 取300克原料,放入3000毫升的氨-碳铵混合液(总氨质量浓度6%,碳酸根质量浓

度5%)中进行搅拌浸提,浸提温度常温,搅拌时间为2小时,然后进行过滤,过滤后液体中锌浓度35.3g/L,将过滤后的锌氨络合液进行净化处理。

[0086] 取2000毫升净化后的锌氨络合液,通入二氧化碳气体进行结晶反应。当液体中锌浓度低于0.1g/L时终止结晶反应。

[0087] 将结晶体过滤后,过滤后的结晶体按液固5:1的比例加水进行漂洗。将漂洗后的结晶体进行烘干,将烘干后的晶体在800度下煅烧2小时,制得高纯度氧化锌产品,对氧化锌产品进行取样分析,氧化锌含量99.8%。

[0088] 实施例3

[0089] 某钢厂转炉灰,锌含量42.41%,该原料中的锌成分以氧化锌为主要存在形式。

[0090] 取300克原料,放入3000毫升的氨-碳铵混合液(总氨质量浓度5%,碳酸根质量浓度5%)中进行搅拌浸提,浸提温度常温,搅拌时间为2小时,然后进行过滤,过滤后液体中锌浓度29.2g/L,将过滤后的锌氨络合液进行净化处理。

[0091] 取2000毫升净化后的锌氨络合液,通入二氧化碳气体进行结晶反应。当液体中锌浓度低于0.1g/L时终止结晶反应。

[0092] 将结晶体过滤后,过滤后的结晶体按液固5:1的比例加水进行漂洗。将漂洗后的结晶体进行烘干,将烘干后的晶体在450度下煅烧2小时,制得高纯纳米氧化锌产品,对产品进行取样分析,氧化锌含量99.5%,XRD粒径42.3nm。

[0093] 实施例4

[0094] 某铜厂含锌炉灰,锌含量48.17%,该原料中的锌成分以氧化锌为主要存在形式。

[0095] 取200克原料,放入3000毫升的氨-碳铵混合液(总氨质量浓度5%,碳酸根质量浓度5%)中进行搅拌浸提,浸提温度常温,搅拌时间为2小时,然后进行过滤,过滤后液体中锌浓度28.9g/L,将过滤后的锌氨络合液进行净化处理。

[0096] 取2000毫升净化后的锌氨络合液,通入二氧化碳气体进行结晶反应。当液体中锌浓度低于0.1g/L时终止结晶反应。

[0097] 将结晶体过滤后,过滤后的结晶体按液固5:1的比例加水进行漂洗。将漂洗后的结晶体进行烘干,将烘干后的晶体在500度下煅烧2小时,制得高纯纳米氧化锌产品,对产品进行取样分析,氧化锌含量99.7%,XRD粒径56.2nm。