



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110002478 A

(43)申请公布日 2019.07.12

(21)申请号 201810009905.3

(22)申请日 2018.01.05

(71)申请人 上海实业振泰化工有限公司  
地址 201499 上海市奉贤区南桥镇运河北路588号

(72)发明人 翟俊 宗俊

(51)Int.Cl.  
C01F 5/20(2006.01)  
C01F 5/08(2006.01)

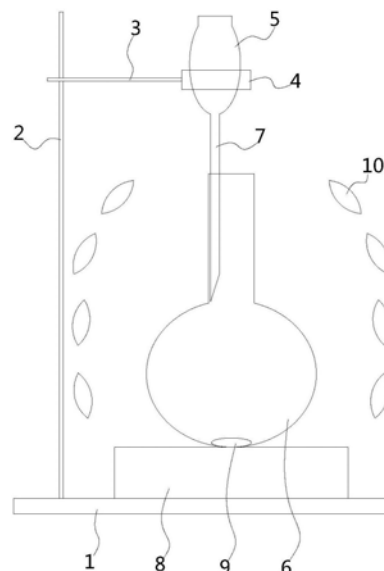
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置及方法

(57)摘要

本发明提出一种用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置,包括支撑机构、滴定机构、搅拌机构以及加热机构,滴定机构与搅拌机构装设于支撑机构上,滴定机构中具有容纳氨水及用后氧化镁经酸溶除杂处理形成的氯化镁液体的空间,由滴定机构进行反滴操作形成氢氧化镁沉淀,由加热机构对氢氧化镁沉淀进行加热得到片状氢氧化镁固体,并继续对氢氧化镁固体加热煅烧得到球状氧化镁。采用该装置及方法对硅钢级氧化镁在生产取向硅钢片过程中残留的黑色粉末进行回收处理,通过酸溶、除杂、沉淀、洗涤、烘干及煅烧等过程后,制备出超细的片状 $Mg(OH)_2$ 和小球状 $MgO$ 产物,以凸透镜聚焦产生热量对反应进行加热,直接以太阳光为能源,不消耗其他能源,过程绿色环保。



1. 用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置,其特征在于:

包括支撑机构、滴定机构、搅拌机构以及加热机构,滴定机构与搅拌机构装设于支撑机构上,滴定机构中具有容纳氨水及用后氧化镁经酸溶除杂处理形成的氯化镁液体的空间,由滴定机构和加热机构进行反滴操作形成氢氧化镁沉淀,水洗后由加热机构对氢氧化镁沉淀进行加热烘干得到片状氢氧化镁固体,并继续对氢氧化镁固体加热煅烧得到球状氧化镁。

2. 根据权利要求1所述的用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置,其特征在于:

支撑机构包括基座,基座上固定有立柱,立柱向基座上方伸出,其顶部固定有悬杆,悬杆末端具有定位环;

滴定机构包括可容纳氨水的分液漏斗,该分液漏斗置于定位环中,分液漏斗下方设有可容纳氯化镁液体的圆底烧瓶,该圆底烧瓶置于基座上,分液漏斗的下管伸入圆底烧瓶内;

搅拌机构包括磁力搅拌器,磁力搅拌器置于基座与圆底烧瓶之间,圆底烧瓶内放置有与磁力搅拌器适配的搅拌子,由磁力搅拌器驱动搅拌子对圆底烧瓶内的液体进行搅拌;

加热机构包括一组凸透镜以及煅烧炉,凸透镜设置有12~20个,凸透镜围绕圆底烧瓶排布,其光线聚焦点位于圆底烧瓶溶液内各处。

3. 用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 准备含有B、S、Fe、Al的用后MgO原料,通过高温处理去除其中的B、S;

(2) 采用HCl对步骤(1)处理后形成的MgO原料进行酸溶处理,形成含有 $MgCl_2$ 、 $Fe^{2+}$ 、 $Al^{3+}$ 的液体;

(3) 采用 $H_2O_2$ 对步骤(2)处理后形成的液体进行氧化处理,将 $Fe^{2+}$ 转化成 $Fe^{3+}$ ,再将 $Fe^{3+}$ 转化形成 $Fe(OH)_3$ 沉淀并过滤;

(4) 将步骤(3)处理后形成的液体进行处理,将 $Al^{3+}$ 转化形成 $Al(OH)_3$ 沉淀并过滤;

(5) 以氨水为沉淀剂对步骤(4)处理后形成的液体进行反滴,其反应过程为 $MgCl_2 + NH_3 \cdot H_2O \rightarrow Mg(OH)_2$ 沉淀 $+ 2NH_4Cl$ ,滴定过程中采用凸透镜聚焦加热,经过滤、洗涤、干燥并研碎后得到片状 $Mg(OH)_2$ 固体粉末;

(6) 对步骤(5)形成的片状 $Mg(OH)_2$ 进行煅烧,将片状 $Mg(OH)_2$ 固转化成球状MgO,其反应过程为 $Mg(OH)_2 \rightarrow MgO + H_2O$ 。

4. 根据权利要求3所述的用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的方法,其特征在于:

步骤(5)中,物料反应比 $NH_3 \cdot H_2O : MgCl_2$ 为3.0~8.0,反应时间在40~80min,干燥温度为80~130℃,干燥时间为100~150min。

5. 根据权利要求3所述的用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的方法,其特征在于:

步骤(6)中,煅烧温度为800~1000℃,煅烧时间为90~150min。

## 用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置及方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及氧化镁生产技术,尤其涉及一种用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置及方法。

### 背景技术

[0002] 硅钢氧化镁在制造取向硅钢片过程中有着非常重要的用途,因此工业上对它的使用量需求也非常大。在工业生产取向型硅钢片中,首先将硅钢级氧化镁和水按一定比例混合成浆状体,然后涂布于硅钢片表面,最后在罩式炉内高温下进行煅烧,这样制得的硅钢片就具有很好的绝缘性及电磁强度。冷却后钢卷在开卷的过程中会脱落下大量黑色粉末,这种黑色粉末里富含镁、硅、铁等元素,特别是镁的含量非常高,以氧化镁的形式沉积在黑色粉末中。我国的几大钢铁企业每年要生产近百万吨取向型硅钢片,从而对硅钢级氧化镁的需求量也高达近万吨,那么生产过程中就残留了大量的这种黑色氧化镁粉末,它们已远远无法达到硅钢级氧化镁标准,不能再被利用。以前这些粉末都被直接闲置或者掩埋,不再重新开发利用,这样既造成资源的一种浪费,又对环境和生态造成一定的影响。因此如何将这黑色粉末中的镁回收再利用,这样经济上既减少成本,资源的回收利用在环保上也是一大贡献。目前对用后氧化镁的回收再利用进行研究的企事业单位还几乎没有,宝钢和武钢等大型企业也注意到资源回收利用的必要性,委托一些研究单位对用后氧化镁回收再利用进行讨论和研究,这也成了目前电工钢生产企业一个亟待解决的问题。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置及方法,对用后氧化镁进行回收利用。

[0004] 本发明为解决其技术问题所采用的技术方案是:

[0005] 用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置,包括支撑机构、滴定机构、搅拌机构以及加热机构,滴定机构与搅拌机构装设于支撑机构上,滴定机构中具有容纳氨水及用后氧化镁经酸溶除杂处理形成的氯化镁液体的空间,由滴定机构和加热机构进行反滴操作形成氢氧化镁沉淀,水洗后由加热机构对氢氧化镁沉淀进行加热烘干得到片状氢氧化镁固体,并继续对氢氧化镁固体加热煅烧得到球状氧化镁。

[0006] 支撑机构包括基座,基座上固定有立柱,立柱向基座上方伸出,其顶部固定有悬杆,悬杆末端具有定位环;

[0007] 滴定机构包括可容纳氨水的分液漏斗,该分液漏斗置于定位环中,分液漏斗下方设有可容纳氯化镁液体的圆底烧瓶,该圆底烧瓶置于基座上,分液漏斗的下管伸入圆底烧瓶内;

[0008] 搅拌机构包括磁力搅拌器,磁力搅拌器置于基座与圆底烧瓶之间,圆底烧瓶内放置有与磁力搅拌器适配的搅拌子,由磁力搅拌器驱动搅拌子对圆底烧瓶内的液体进行搅拌;

[0009] 加热机构包括一组凸透镜以及煅烧炉,凸透镜设置有12~20个,凸透镜围绕圆底烧瓶排布,其光线聚焦点位于圆底烧瓶溶液内各处。

[0010] 用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的方法,包括以下步骤:

[0011] (1) 准备含有B、S、Fe、Al的用后MgO原料,通过高温处理去除其中的B、S;

[0012] (2) 采用HCl对步骤(1)处理后形成的MgO原料进行酸溶处理,形成含有MgCl<sub>2</sub>、Fe<sup>2+</sup>、Al<sup>3+</sup>的液体;

[0013] (3) 采用H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>对步骤(2)处理后形成的液体进行氧化处理,将Fe<sup>2+</sup>转化成Fe<sup>3+</sup>,再将Fe<sup>3+</sup>转化形成Fe(OH)<sub>3</sub>沉淀并过滤;

[0014] (4) 将步骤(3)处理后形成的液体进行处理,将Al<sup>3+</sup>转化形成Al(OH)<sub>3</sub>沉淀并过滤;

[0015] (5) 以氨水为沉淀剂对步骤(4)处理后形成的液体进行反滴,其反应过程为MgCl<sub>2</sub>+NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O→Mg(OH)<sub>2</sub>沉淀+2NH<sub>4</sub>Cl,滴定过程中采用凸透镜聚焦加热,经过滤、洗涤、干燥并研碎后得到片状Mg(OH)<sub>2</sub>固体粉末;

[0016] (6) 对步骤(5)形成的片状Mg(OH)<sub>2</sub>进行煅烧,将片状Mg(OH)<sub>2</sub>固转化成球状MgO,其反应过程为Mg(OH)<sub>2</sub>→MgO+H<sub>2</sub>O。

[0017] 步骤(5)中,物料反应比NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O:MgCl<sub>2</sub>为3.0~8.0,反应时间在40~80min,干燥温度为80~130℃,干燥时间为100~150min。

[0018] 步骤(6)中,煅烧温度为800~1000℃,煅烧时间为90~150min。

[0019] 本发明的优点在于:

[0020] (1) 采用该装置及方法对硅钢级氧化镁在生产取向硅钢片过程中残留的黑色粉末进行回收处理,解决硅钢生产企业废料闲置问题,废料回收再利用对经济和环保也是一大贡献。

[0021] (2) 利用光学原理,以凸透镜聚焦方式产生热量配合反向滴定对反应进行加热,直接以太阳光为能源,不消耗其他能源,过程绿色环保,且太阳光易得,经济效益高。

[0022] (3) 通过酸溶、除杂、沉淀、过滤、洗涤、干燥和煅烧等过程后,制备出了超细的片状Mg(OH)<sub>2</sub>和小球状MgO产物,产物粒径小,比表面积大,回收率高达92%~98%,产物晶型结构稳定。

[0023] (4) 本发明所用的原料易得,成本低,且生产原理及工艺简单,仪器设备要求低,易于实现工业化。

## 附图说明

[0024] 图1是本发明提出的用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置的结构示意图。

## 具体实施方式

[0025] 为了使本发明实现的技术手段、创作特征、达成目的与功效易于明白了解,下面结合图示与具体实施例,进一步阐述本发明。

[0026] 如图1所示,本发明提出的用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的装置包括支撑机构、滴定机构、搅拌机构以及加热机构,滴定机构与搅拌机构装设于支撑机构上,滴定机构中具有容纳氨水及用后氧化镁经酸溶除杂处理形成的氯化镁液体的空间,由滴定

机构和加热机构进行反滴操作形成氢氧化镁沉淀,水洗后由加热机构对氢氧化镁沉淀进行加热烘干得到片状氢氧化镁固体,并继续对氢氧化镁固体加热煅烧得到球状氧化镁。支撑机构包括基座1,基座上固定有立柱2,立柱向基座上方伸出,其顶部固定有悬杆3,悬杆末端具有定位环4;滴定机构包括可容纳氨水的分液漏斗5,该分液漏斗置于定位环中,分液漏斗下方设有可容纳氯化镁液体的圆底烧瓶6,该圆底烧瓶置于基座上,分液漏斗的下管7伸入圆底烧瓶内;搅拌机构包括磁力搅拌器8,磁力搅拌器置于基座与圆底烧瓶之间,圆底烧瓶内放置有与磁力搅拌器适配的搅拌子9,由磁力搅拌器驱动搅拌子对圆底烧瓶内的液体进行搅拌;加热机构包括一组凸透镜10以及煅烧炉,凸透镜设置有12~20个,凸透镜围绕圆底烧瓶排布,其光线聚焦点位于圆底烧瓶溶液内各处。

[0027] 用后氧化镁制备片状氢氧化镁和球状氧化镁的方法,包括以下步骤:

[0028] (1) 准备含有B、S、Fe、Al的用后MgO原料,通过高温处理去除其中的B、S;

[0029] (2) 采用HCl对步骤(1)处理后形成的MgO原料进行酸溶处理,形成含有MgCl<sub>2</sub>、Fe<sup>2+</sup>、Al<sup>3+</sup>的液体;

[0030] (3) 采用H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>对步骤(2)处理后形成的液体进行氧化处理,将Fe<sup>2+</sup>转化成Fe<sup>3+</sup>,再将Fe<sup>3+</sup>转化形成Fe(OH)<sub>3</sub>沉淀并过滤;

[0031] (4) 将步骤(3)处理后形成的液体进行处理,将Al<sup>3+</sup>转化形成Al(OH)<sub>3</sub>沉淀并过滤;

[0032] (5) 以氨水为沉淀剂对步骤(4)处理后形成的液体进行反滴,其反应过程为MgCl<sub>2</sub>+NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O→Mg(OH)<sub>2</sub>沉淀+2NH<sub>4</sub>Cl,滴定过程中采用凸透镜聚焦加热,经过滤、洗涤、干燥并研碎后得到片状Mg(OH)<sub>2</sub>固体粉末;

[0033] (6) 对步骤(5)形成的片状Mg(OH)<sub>2</sub>进行煅烧,将片状Mg(OH)<sub>2</sub>固转化成球状MgO,其反应过程为Mg(OH)<sub>2</sub>→MgO+H<sub>2</sub>O。

[0034] 步骤(5)中,物料反应比NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O:MgCl<sub>2</sub>为3.0~8.0,反应时间在40~80min,干燥温度为80~130℃,干燥时间为100~150min。

[0035] 步骤(6)中,煅烧温度为800~1000℃,煅烧时间为90~150min。

[0036] 该方法以用后氧化镁为原料,经过酸溶、除杂后,以氨水为沉淀剂,通过控制物料反应比NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O:MgCl<sub>2</sub>为3.0~8.0时,透镜数为12~20个,反应时间在40~80min,干燥温度为80~130℃,干燥时间为100~150min,制备出中粒径(D50)在1μm以下的片状Mg(OH)<sub>2</sub>,

[0037] 其中D50最小的只有0.45~0.75μm,比表面积高达3.50~5.50m<sup>2</sup>/g,回收率也高达92%~98%,且产物的晶型结构稳定,含杂质较少。当煅烧温度为800~1000℃,煅烧时间为90~150min时,片状Mg(OH)<sub>2</sub>会变成球状氧化镁。

[0038] 以上实施方式只为说明本发明的技术构思及特点,其目的在于让本领域的技术人员了解本发明的内容并加以实施,并不能以此限制本发明的保护范围,凡根据本发明精神实质所做的等效变化或修饰,都应涵盖在本发明的保护范围内。

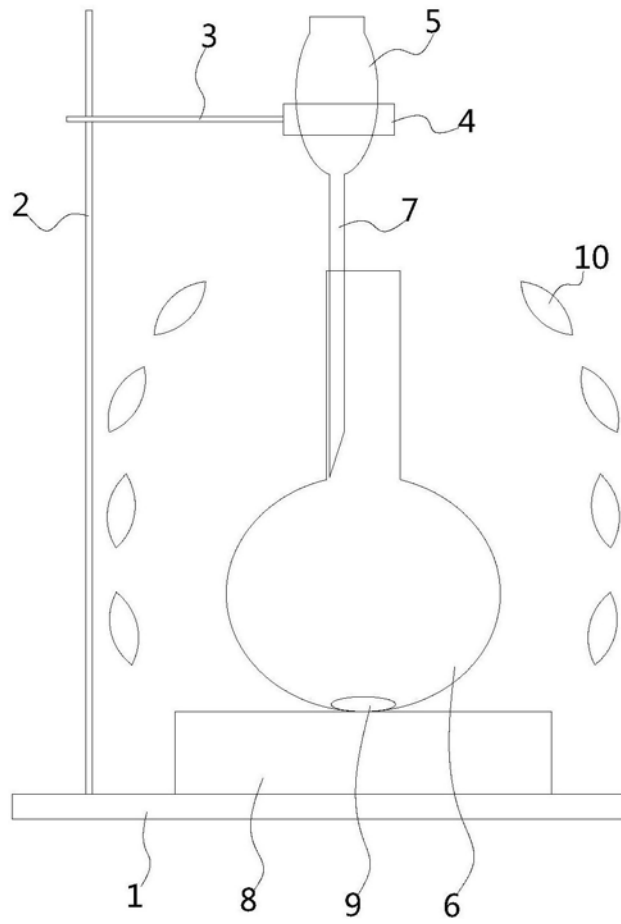


图1