

高纯度氧化镁的制备技术的研究

邢 焯 毕立亨 翟立强 (河北省镁质新材料技术创新中心, 河北 邢台 054600)

摘要: 氧化镁是一种十分重要的原料, 在食品、医疗、工业生产等多个领域均有广泛应用。氧化镁存在于自然界中, 要想获得高纯度氧化镁就需要采用专业的技术手段进行提取制备。本文基于当前的技术背景, 运用文献法、实验法、定性与定量分析法等分析探讨一种超高纯氧化镁的绿色环保清洁生产工艺进行分析探究, 旨在提高氧化镁制备质量与效率, 解决氧化镁制备过程中的环境污染与材料浪费问题。

关键词: 高纯度氧化镁; 制备技术; 加工工艺

作为自然界中的一种重要原料, 氧化镁的用途十分广泛。如其可以作为阻燃剂用于消防领域。传统阻燃材料的主要原料是含卤聚合物, 这类物质会大火中被分解, 分解后产生有毒的腐蚀气体以及烟雾, 不仅不利于救火而且还会对正常的消防救援活动产生阻碍作用。而氧化镁性能稳定, 安全性高, 可有效弥补传统阻燃剂的不足^[1]。此外氧化镁还可在生产用品领域发挥出重要作用, 如当前一些备受人们欢迎的电动牙刷就是以氧化镁为原料制成。总的来说, 氧化镁对我们的生活有着重要作用, 因此研究与优化高纯度氧化镁的制备技术也就十分重要且必要。

1 高纯度氧化镁的制备技术研究背景

当前现有的高纯氧化镁制备技术有纯碱法、氨法等, 这两类技术分别是以氯化镁与硫酸镁为原料, 利用专门的工艺设备从自然界中获取到高纯度的氧化镁。

如应用纯碱法制备氧化镁时, 是先于卤水内加入适量的水, 使其稀释, 将稀释后的液体加入到反应器中, 然后对物体进行搅拌处理, 当液体相对密度达到 1.16 时将定量的纯碱精制溶液添加到反应器中, 温度控制在 55℃ 左右进行反应, 得到重质碳酸镁。之后再经回转窑焙烧、颚式破碎机破碎, 最后进行风选, 最终得到轻质氧化镁。研究与实践证明, 纯碱法、氨法虽有一定的科学性与可行性, 但也存在一些技术缺陷, 如制备出的产品杂质含量较高, 而 MgO 含量普遍达不到 99.9% 的超高纯级^[2]。并且制备流程复杂, 难度较大, 且在制备过程中会产生较多的污染物, 不是十分的清洁环保。因此在当前背景下有必要继续推进高纯氧化镁制备技术与优化。

2 一种高纯度氧化镁的制备技术概述

这一超高纯氧化镁制备工艺是以水、硫酸以及轻烧氧化镁、CO₂ 作为原料, 经化合反应制备出中间体高纯碳酸镁, 然后再进行煅烧, 最后获得高纯氧化镁。

经试验与实践证明, 运用以上工艺技术制备高纯氧化镁, 制备出的产品杂质少, 纯度高达 99.9%。且整个制备工程清洁环保无污染, 制备过程中产生的绝大部分物料都能被循环使用, 只有少量废渣需进行特殊处理, 因而整体的应用效果相对理想^[3]。

3 高纯度氧化镁的具体制备流程与工艺

3.1 蒸馏

在蒸馏工艺中, 用到的原料为轻烧氧化镁以及硫酸铵母液, 将原料按照一定比例进行混合并加热, 混合料发

生反应后生成氧化镁、氨气以及其他硫酸盐等各项物质。在这一生产工艺中, 最重要的技术点是原料混合比例的计算与把握, 要想最终能获得高纯度的氧化镁, 就需将轻烧氧化镁与硫酸铵的摩尔比控制在 1:1~1:1.1。制备时添加 0.8~1.2mol/L 硫酸铵母液, 将搅拌速度控制在 30~60rpm, 反应时间控制在 4~7h, 反应温度控制在 85~100℃。4~7h 后, 回收稀镁浆与氨气, 此时稀镁浆中硫酸镁的浓度为 1.2~1.8mol/L^[4]。

3.2 打浆

在打浆工序中, 将适量的轻烧氧化镁与硫酸进行混合, 使其发生反应, 增加稀镁浆中硫酸镁含量, 将其他金属杂志去除。设定打浆工序结束后, 反应液硫酸镁浓度为 2.5mol/L。那么在进行打浆时便称取定量的轻烧氧化镁与硫酸, 轻烧氧化镁添加摩尔量为硫酸的 1.05~1.3 倍。打浆时, 与稀镁浆与轻烧氧化镁的混合液中加入定量硫酸 (加入时保持匀速), 加入后对反应液的 pH 值进行测定, 使其稳定在 8~10。此外还需将反应温度与搅拌速度这两项工艺参数分别控制为 70~100℃ 与 30~60rpm, 以保证最终的制备效果能达到理想水平。结束加酸工作后, 将适量的沉淀剂加入其中, 提高温度让混合液体沸腾, 恒温 1~2h, 搅拌速度 20~30rpm。在加酸过程中, 杂离子会与游离的 OH⁻ 反应生成沉淀, 从而起到一定的净化效果。但仅经过一次沉淀净化, 物质中还会有杂质, 因此在后续还需进行二次净化, 以保证高纯氧化镁的纯度能达到 99.9%。在净化过程中, 采用一种具有同离子效应的除杂剂, 这种除杂剂不仅有很好的除杂沉淀效果, 而且也能防止新的杂质进入, 因而有利于提高氧化镁的纯度。

3.3 沉淀剂制备

将 CO₂ 通入蒸馏工序回收的氨水中形成适当浓度的碳化氨水溶液, 再加入一定量的碳酸氢铵制成沉淀剂。沉淀剂中的 CO₂ 摩尔数占总铵摩尔数的 45%~55%, 沉淀剂浓度以铵计为 4.0~5.5mol/L, 反应温度为常温。

3.4 氧化镁合成

对硫酸镁溶液进行增温加热处理, 当温度升高到设定值时将其快速添加到沉淀剂中, 让硫酸镁溶液进行复分解反应。在这一工序中, 要将硫酸镁溶液及沉淀剂的摩尔浓度控制在 1.8~2.2mol/L, 硫酸镁与沉淀剂的反应摩尔比为 1:0.9~1:1.1, 加料速度与搅拌时间、搅拌速度分别控制在 120~300s, 搅拌速度为 30~45rpm, 反应温度控制为

46~60℃范围内,静态陈化时间最短不少于1.45h,最长不超过3h。结束陈化工作后,对物料做分离处理,分离结束后得到碱式碳酸镁滤料,分离过程中对母料进行回收以便后续再次利用。分离工作结束后要将碱式碳酸镁晶体表面进行清洗,去除附着在其表面上的硫酸盐,以便后续各项工作能更顺利与高效的开展。

3.5 热解处理

合成作业完成后进行热解处理,具体的处理方法与步骤为:先对碱式碳酸镁(已经洗净)进行打浆,打浆结束后进行加热(温度达到90~100℃)。加热后将温度保持15~30min左右,搅拌时速度控制在20~40rpm。在进行以上处理时,碱式碳酸镁晶型会从4:1:8形态转化为4:1:5形态,转化后的形态更加稳定,同时晶间包裹的硫酸盐也会释放到热解液中。完成热解处理后,将其进行二次洗涤。经过洗涤后,碳酸镁晶体表面就会干净无瑕,不再附着有硫酸盐。

3.6 烘干与煅烧

完成热解处理后,最后进入到烘干与煅烧工序。先将已经过洗涤的碱式碳酸镁物料置于140℃的温度下,将其烘干,得到高纯碱式碳酸镁。之后,于专门的煅烧窑中送入碱式碳酸镁,在850~900℃温度下煅烧6~8个小时,制得超高纯氧化镁,氧化镁中MgO含量>99.9%。

4 结语

研究与实践证明,本文探讨的高纯度氧化镁的制备技术具有相对理想的应用效果。该技术方法以轻烧氧化镁、

硫酸、CO₂和水为原料,制备高纯碳酸镁和超高纯氧化镁,制得的高纯氧化镁纯度达到99.9%。与其他现有高纯氧化镁制备方法相比,该技术方法工艺简单、便于操作、成本低廉且环保效果理想,最重要的是能获得极高纯度的氧化镁,有效解决了在其他技术体系下生产出来的氧化镁杂质含量大的问题。应用这一技术方法制备高纯度氧化镁可将氧化镁制备活动对自然环境的污染降到最低,在制备过程中,大部分物质都能被回收利用,只有较少的沉渣需要进行处理,因而大大降低了环境压力,同时也减少了成本投入,让企业能获得更大的经济效益。经研究与实践证明,该技术方法有较高的实用性与较大的推广利用价值,目前已经实现工业化生产。

参考文献:

- [1] 跌名.一种磷尾矿富集并联合产高纯度轻质碳酸钙和氢氧化镁的新技术[J].无机盐工业,2019,51(03):82.
- [2] 夏红亮,王维,谈发堂,乔学亮.高纯度纳米过氧化镁的制备与表征[A].中国化学会、中国化学会催化委员会.第十一届全国环境催化与环境材料学术会议论文集[C].中国化学会、中国化学会催化委员会:沈阳师范大学化学化工学院,2018:1.
- [3] 吴良彪,王建荣.高纯度超细氧化镁的制备工艺探讨[J].江西化工,2018(03):93-96.
- [4] 姜润田,于洁玫,黄太仲,张振伟,孙国新.水热合成法制备高纯度轻质氧化镁[J].洛阳师范学院学报,2013,32(02):66-68.

(上接第96页)

解决措施:为防止外取热系统超负荷,引起蒸汽品质变差,导致汽轮机结垢,在原料性质,降低残炭,降低生焦方面优化;到2022年大检修,装置已运行10年,对达到设计使用寿命的设备特别是影响长周期的关键设备进行统计评估,包括换热器、空冷管束、加热炉炉管、脱硫洗涤塔喷嘴、临界流速喷嘴、分馏塔填料、常顶板换等,需要专业检验评估后使用。

5 优化方向

5.1 优化原料来源

①2019年5月份加工负荷明显提高,是由于多家炼厂检修,公司原料供应充足,车间按照调度下发的生产周计划严格执行,以周保月,装置加工量大;②适当降低常三线95%,将直馏柴油压入渣油中,提高催化装置负荷。

5.2 降低生焦

通过优化操作,降低反再生焦,降低外取热器取热负荷。

5.3 优化催化剂配方降低液化气产率

①与兰州催化剂厂交流,通过优化催化剂配方,降低液化气产率,保证装置在夏季的分馏稳定空冷的冷却负荷;②2018年大检修新加了丙烯助剂系统,通过加助剂的方式保证丙烯产率大于6%;③分馏稳定空冷增上喷水设施,提高空冷在夏季的冷却负荷。

5.4 CCOC项目

使用石化院开发的深度降低催化裂化汽油烯烃含量的CCOC灵活工艺成套技术,在保证汽油辛烷值的同时,增产低碳烯烃降、低催化汽油烯烃含量的目的。

5.5 解决分馏塔结盐问题

开展解决分馏塔结盐的技术交流,与兄弟单位沟通,增设分馏塔顶除盐设施,彻底解决此问题,消除隐患。

5.6 关注影响装置长周期的重点设备运行,确保运行平稳

①做好烟机、富气压缩机、油浆系统、沉降器顶防结焦、设备防腐蚀等长周期运行攻关工作,制定长周期运行方案、对重要参数列表监控,出现异常及时汇报,重大问题专项汇报;②编写装置2022年的大检修计划编写工作,梳理制约装置长周期运行的隐患和瓶颈问题,对达到设计使用寿命的设备特别是影响长周期的关键设备进行统计评估,确定整改思路,列入到重点检修项目,为装置下一个周期的安全平稳运行奠定基础。

参考文献:

- [1] 林世雄.石油炼制工程[M].北京:石油工业出版社,2000.
- [2] 陈俊武等.催化裂化工艺与工程[M].北京:中国石化出版社,2005.
- [3] 马伯文.催化裂化装置技术问答[M].北京:中国石化出版社,2003.