

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101817542 A

(43) 申请公布日 2010.09.01

(21) 申请号 201010161760.2

(22) 申请日 2010.05.04

(71) 申请人 大连理工大学

地址 116024 辽宁省大连市甘井子区凌工路
2 号

(72) 发明人 宁桂玲 庞洪昌 叶俊伟 王雪松
于严淏 林源

(74) 专利代理机构 大连理工大学专利中心
21200

代理人 梅洪玉

(51) Int. Cl.

C01F 5/14 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

一种基于水镁石制备高纯氢氧化镁纳米晶的方法

(57) 摘要

一种基于水镁石制备高纯氢氧化镁纳米晶的方法,属于功能无机材料制备技术领域,涉及到一种将水镁石矿物一步法制备成产品纯度高和形貌尺寸均一的氢氧化镁纳米晶的方法。将水镁石原料粉体在活化剂存在条件下活化,然后将活化的水镁石与溶剂、有机转晶剂按照一定比例混合均匀,放入反应釜中在一定温度下反应,之后自然冷却到室温,洗涤,过滤,干燥,获得高纯度的氢氧化镁纳米晶。本发明的有益效果在于经活化的水镁石可与有机分子充分接触,从而使转晶剂高效被利用,很大程度上缩短了转晶反应的时间;并且有机分子在转晶反应过程中可以重复利用,极大降低了生产成本。本发明既提高了水镁资源的利用效率,又符合当今绿色循环经济主题。

1. 一种基于水镁石制备高纯度氢氧化镁纳米晶的方法,其特征在于:

水镁石粉体的粒度在 325 ~ 8000 目范围内;活化助剂在氯化钠、六偏磷酸钠和草酸钠中选取,是它们中的一种或二种以上;反应溶剂在 C4 以下的醇、醚、酸或水中选取,是它们中的一种或二种以上;有机转晶剂为 C1 ~ C4 的直链烷基苯磺酸镁、显电性的 C3 ~ C10 的氨基酸、C4 ~ C12 的直链羧酸和十六烷基三甲基溴化铵,是它们中的一种或二种以上;水镁石和活化助剂的质量比为 100 : 1 ~ 3,活化浆料固液质量比为 1 : 4 ~ 1 : 40;活化后水镁石和反应溶剂的重量比为 1 : 1 ~ 50;活化后水镁石与有机转晶剂的质量比为 100 : 1 ~ 20;

制备的工艺流程如下:

步骤 1:将活化助剂与水镁石粉体充分混合后转移至活化设备中,在 100 ~ 400℃下保持 0.5 ~ 4 小时后自然冷却,备用;

步骤 2:将步骤 1 获得的活化后的水镁石粉体分散到反应溶剂中,配制活化浆料固液质量比为 1 : 4 ~ 1 : 40 的浆料,按水镁石粉体与有机转晶剂的质量比例为 100 : 1 ~ 20 加入有机转晶剂,在 100 ~ 500r/min 搅拌速度条件下搅拌反应 10 ~ 100min;

步骤 3:将步骤 2 获得的浆液转移至反应器中,保持 100 ~ 200℃反应 1 ~ 24 小时,然后将产物过滤、洗涤、干燥。

一种基于水镁石制备高纯氢氧化镁纳米晶的方法

技术领域

[0001] 本发明属于无机矿物纯化技术领域,涉及到一种基于水镁石粉体制备高纯氢氧化镁纳米晶的方法。

背景技术

[0002] 氢氧化镁是制备氧化镁和相关镁功能材料重要的前驱体,在荧光显示材料、新能源材料、基因蛋白及催化剂载体材料等领域都有着广泛的应用。氢氧化镁的纯度对后续产品的结构和性能有着重要影响。利用高纯度氢氧化镁纳米晶作为前驱体制备氧化镁纳米材料可以在不引入阴离子杂质的同时,将氢氧化镁纳米晶尺寸和形貌很好地递给氧化镁。目前氢氧化镁纳米晶的制备方法主要是向氯化镁溶液中加入不同的沉淀剂,再辅以表面活性剂或水热处理制得;也有利用菱镁矿或水镁石矿经煅烧制得活性较高的轻烧氧化镁,然后再水化制备纯度较高的氢氧化镁。如果利用天然矿物制备氢氧化镁纳米晶,需要将矿物经过酸浸取,再与碱沉淀剂反应制得。报道的这些方法大都需要消耗大量的酸和沉淀剂,产品成本较高,很多方法制备的产品纯度还不能满足高科技领域的要求。

发明内容

[0003] 本发明提供一种基于水镁石粉体制备高纯氢氧化镁纳米晶的方法,利用有机转晶剂对金属离子的识别和络合作用,将含有杂质且形貌不规则的水镁石矿一步转化为形貌规则的高纯氢氧化镁纳米晶,有效脱除矿物中铁、钙等杂质,实现了工艺简便、成本廉价地合成形貌规则的高纯氢氧化镁纳米晶。

[0004] 本发明的技术方案为:将水镁石原料粉体在活化剂存在条件下活化,然后将活化的水镁石与溶剂、有机转晶剂按照一定比例混合均匀,放入反应釜中在一定温度下反应,之后自然冷却到室温,洗涤,过滤,干燥,获得高纯度的氢氧化镁纳米晶。其特征在于水镁石粉体颗粒粒度、活化助剂、活化温度、活化时间、反应溶剂、有机转晶剂、反应配方比例、反应温度和时间如下:

[0005] 水镁石粉体的粒度在 325 ~ 8000 目范围内;活化助剂在氯化钠、六偏磷酸钠和草酸钠中选取,是它们中的一种或一种以上;活化温度为 100 ~ 400℃;活化时间为 0.5 ~ 4 小时;反应溶剂在 C4 以下的醇、醚、酸或水中选取,是它们中的一种或一种以上;有机转晶剂为 C1 ~ C4 的直链烷基苯磺酸镁、显电性的 C3 ~ C10 的氨基酸、C4 ~ C12 的直链羧酸和十六烷基三甲基溴化铵,是它们中的一种或一种以上;水镁石和活化助剂的质量比为 100 : 1 ~ 3,活化浆料固液质量比为 1 : 4 ~ 1 : 40;活化后水镁石和反应溶剂的重量比为 1 : 1 ~ 50;活化后水镁石与有机转晶剂的质量比例为 100 : 1 ~ 20;反应温度为 100 ~ 200℃,反应时间为 1 ~ 24 小时。

[0006] 制备的工艺流程如下:

[0007] 步骤 1:将活化助剂与水镁石粉体充分混合后转移至活化设备中,在 100 ~ 400℃ 下保持 0.5 ~ 4 小时后自然冷却,备用;

[0008] 步骤2:将步骤1获得的活化后的水镁石粉体分散到反应溶剂中,调整溶剂量,配制成固液质量比为1:4~1:40的浆料,按水镁石粉体与有机转晶剂的质量比例为100:1~20加入有机转晶剂,在100~500r/min搅拌速度条件下搅拌反应10~100min;

[0009] 步骤3:将步骤2获得的浆液转移至反应器中,保持100~200℃反应1~24小时,然后将产物过滤、洗涤、干燥,即可得到高纯度的氢氧化镁纳米晶产品。

[0010] 本发明的优点和效果在于,表面活化使得水镁石表面容易吸附有机转晶剂,使其表面能与有机分子充分接触,从而使转晶剂高效被利用,很大程度上缩短了转晶反应的时间;有机分子在转晶反应过程中可以重复利用,极大降低了生产成本。本发明操作简便,产品尺寸和形貌均一,更重要的是将水镁石矿物一步法制备成高纯度的氢氧化镁纳米晶,既提高了水镁资源的利用效率,又符合当今绿色循环经济主题。本发明在制造成本、产品性能和环境友好等方面都展现出显著的竞争优势和利润空间。

具体实施方式

[0011] 以下结合技术方案详细叙述本发明的具体实施例。

[0012] 实施例1

[0013] 取325~8000目水镁石粉体100克,加入0.1克草酸钠作为活化处理助剂,在活化设备中保持3小时后自然冷却,备用;将1:1混合的丁醇/水混合溶剂400毫升,加入反应器中,保持500r/min搅拌转速制备成浆料;向浆料中加入5克对甲基苯磺酸镁,在100~500r/min条件下搅拌10~100min,浆料转移至反应器中保持180℃,持续反应12小时,反应完成后将产品过滤、洗涤,于80℃烘箱中干燥12小时即可得到高纯度的氢氧化镁纳米晶产品,氢氧化镁含量大于等于99.5%,粒度分布在50~500纳米范围内。产品符合国家化工行业纳米氢氧化镁标准(HG/T3821-2006)。