

# 水热法提纯制备氢氧化镁的研究

闫修川<sup>1,2</sup>, 李召好<sup>1,2</sup>, 马培华<sup>1</sup>, 李法强<sup>1</sup>, 邓小川<sup>1</sup>

(1. 中国科学院青海盐湖研究所, 青海 西宁 810008;

2. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

**摘要:**以盐湖工业副产物氢氧化镁作为原料,在水热条件下,对氢氧化镁进行溶解——重结晶除杂。并对水热后氢氧化镁产品进行了表征,结果令人满意。

**关键词:**水热法;氢氧化镁;提纯

**中图分类号:**TQ132.2      **文献标识码:**A      **文章编号:**1008—858X(2006)01—0036—03

## 1 前言

镁资源是盐湖资源中储量较大的一种,也是地球上丰度较高的元素之一。但地壳中有开采价值的固体镁矿并不多,大多以可溶性镁盐贮存在海水或盐湖卤水中。就目前而言,盐湖中镁的有效利用程度非常低。盐湖工业中,产生的副产物含有数量可观的氢氧化镁,如果不加以利用势必会造成镁资源的浪费。由于氢氧化镁是新型的镁质阻燃剂,具有无毒、阻燃、抑烟、热稳定性高等优点,近年来已成为重要的无机阻燃剂。如果能提纯出氢氧化镁作为阻燃剂投入到市场中去,这对盐湖资源的综合利用具有非常大的意义。

盐湖工业中分离出的氢氧化镁副产物呈胶体状、粘度大、极性强、趋向于二次团聚,其中含有大量的杂质。与标准(HG/T3607—2000)<sup>[1]</sup>比较,杂质均超标,离阻燃剂的要求相差甚远。本文以卤水提锂副产物为原料,通过水热法来提纯氢氧化镁。水热法是在特制的密闭反应器里,采用水溶液作为反应介质,通过对反应器加热,创造了一个高温高压的环境,使晶体溶

解并且重结晶,从而得到了纯度高、粒度分布均匀的晶体。

## 2 实验部分

### 2.1 试剂与仪器

主要仪器和试剂:GS—2型高压釜(2L,大连第四仪表厂);SHZ—Ⅲ型循环水真空泵(上海亚荣生化仪器厂);DHG—9053A型电热恒温鼓风干燥箱(上海一恒科技有限公司)。NaOH,分析纯(北京中联化工试剂厂);Mg(OH)<sub>2</sub>粗品(卤水提锂副产物,NaOH沉淀盐湖卤水所得);乙醇,分析纯(成都市金山化工试剂厂);AgNO<sub>3</sub>试剂(0.1mol/L)

粉末的表征:采用日本RIGAKUD/max—3B型X射线粉末衍射仪(Cu靶,电压:40kV,电流:30mA)分析晶体结构;采用日本JEOL公司JSM—5600LV型扫描电子显微镜观察晶体形貌及其分布;采用英国Malvern Master 2000激光粒度仪分析粉末的团聚体尺寸和分布。

### 2.2 实验内容

称取一定质量的  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  粗品, 直接蒸馏水热(约  $80^\circ\text{C}$ )洗两次, 然后和矿化剂  $\text{NaOH}$  ( $2\text{ mol/L}$ ) 一并加入反应釜中, 量取一定体积的蒸馏水作为水热溶剂, 搅拌均匀。开启反应釜电源开关, 调节一定的搅拌速率和升温速率, 恒温 ( $180^\circ\text{C}$ ) 4 小时。高压釜中溶液经自然冷却, 抽滤, 用蒸馏水加热(约  $80^\circ\text{C}$ )洗涤滤饼, 至滤液

用  $0.1\text{ mol/L}$   $\text{AgNO}_3$  溶液检不出氯离子。再用无水乙醇洗涤 3 次, 抽滤, 得滤饼。将滤饼放入干燥箱中  $105^\circ\text{C}$  下干燥 16 个小时, 充分研磨, 得  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  产品, 并对其进行表征和检测。

2.3 结果和结论

2.3.1 水热前后氢氧化镁组成的比较

表 1 氢氧化镁粗品的组成  
Table 1 Composition of the raw material

| 元素名称 | Mg      | Cl     | Na     | B      | Li     | $\text{SO}_4^{2-}$ | Ca     | 其它元素 |
|------|---------|--------|--------|--------|--------|--------------------|--------|------|
| 含量/% | 27.6300 | 5.9427 | 4.4572 | 0.0545 | 0.8810 | 0.0090             | 0.1331 | 未作检测 |

由表 1 可以看出, 水热前原料中  $\text{Mg}$  的含量比较低, 成分比较复杂, 其中  $\text{Cl}$  和  $\text{Na}$  的含量较大。而水热之后, 产品中  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  的含量较高( $\geq 97\%$ ), 除杂效果非常明显。其原因可能是常温合成  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  的过程中, 由于  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  有胶体的性质, 其表面容易吸附杂质。除此之外, 由于  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  晶体属于六方结构, 此结构中存在着比较大的孔隙, 很容易夹带杂质。矿化剂存在的水热反应条件下,  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  粗品经历了一个溶解—重结晶的过程, 水热反应初期, 粗品之间的团聚和联结遭到破坏, 在水热介质中溶解, 以离子或离子团的形式进入溶液, 进而成核结晶重新形成晶粒。生长的晶体由于结晶质点排斥外来杂质的能力较强, 夹杂的杂质分散到液相, 洗涤产物时容易洗去。

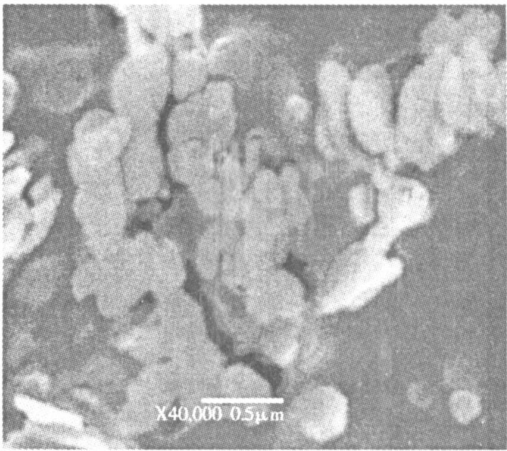


图 2 产品形貌  
Fig.2 SEM image of the product

2.3.2 X—射线谱图分析

原料的 XRD 谱图分别与标准谱图(JCPDS No.84—2164)和(JCPDSNo.05—0628)对比, 可以看出,  $2\theta$  为  $18.81^\circ$ 、 $32.92^\circ$ 、 $38.08^\circ$ 、 $50.93^\circ$ 、 $58.87^\circ$ 、 $68.88^\circ$  等处出现了  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  的特征衍射谱峰;  $2\theta$  为  $31.74^\circ$ 、 $46.01^\circ$ 、 $56.87^\circ$ 、 $68.80^\circ$  等处出现了  $\text{NaCl}$  的特征衍射谱峰, 且谱峰很强, 说明原料中  $\text{NaCl}$  含量很大, 此外还出现了其它一些不能指认的谱峰。

水热之后产物的 XRD 谱图与标准的  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  XRD 谱图(JCPDSNo.84—2164)比较, 基本上符合, 说明得到了纯度非常高的  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  产品。而且从图中也可以看出经过水热处理后,  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  特征衍射峰的强度发生了

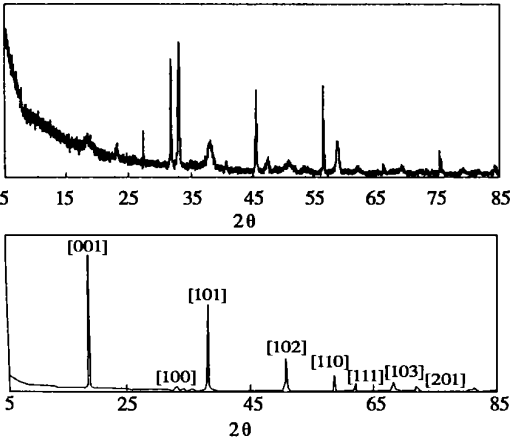


图 1 原料和氢氧化镁产物的 XRD 谱图  
Fig.1 XRD spectra of the raw material and the product

变化,[001]面对应的衍射峰强度高于[101]面的衍射峰强,这说明在水热体系中晶体的生长方向发生了变化,极性较强的[101]面逐渐减少,而极性弱的[001]面显露较多。前人的研究表明,Mg(OH)<sub>2</sub>粉体在[101]面上的极性及微观内应变均较大,是引起颗粒团聚的主要原因<sup>[2]</sup>。因此,生成的 Mg(OH)<sub>2</sub> 晶体的表面极性降低,微观内应力较小,减少了团聚。

2.3.3 产品形貌分析

图 1 所示所得 Mg(OH)<sub>2</sub> 水热反应之后的 SEM 形貌图,可以看出,所得产品为片状结构,粒度分布也比较均匀,平均粒径大约为 0.4μm,并且颗粒间有明显的界线,说明此产品具有良好的分散性。

2.3.4 表观粒径的变化

经水热后,晶体表观平均粒径减小,粒度分布均匀,团聚程度明显得到改善,分散性得到了

提高。

2.3.5 纯化结晶机理

水热体系中,加入矿化剂 NaOH,OH<sup>-</sup> 的浓度上升,这样的水热液相体系可以改变 Mg(OH)<sub>2</sub>晶体的生长方向,促进[001]面的发育,抑制[101]极性面的生长,生成极性小的产物。根据负离子配位多面体模型<sup>[3]</sup>,从晶体的生长基元考虑,OH<sup>-</sup>的浓度的增加,有利于生长基元 Mg(OH)<sub>6</sub><sup>4-</sup> 形成,强化了Mg(OH)<sub>2</sub>晶体的水热生长过程,结晶质点排斥外来杂质的能力较强,夹杂的杂质分散到液相。另外从负离子的交换能力大小方面来分析,由于以下的粒子交换能力存在下列关系:OH<sup>-</sup> > B(OH)<sub>4</sub><sup>-</sup> (H<sub>2</sub>BO<sub>3</sub><sup>-</sup>, H<sub>2</sub>BO<sub>2</sub><sup>-</sup>) > Cl<sup>-</sup>,加入 NaOH 后,溶液中的 pH 增大,有助于交换被吸附的 B(OH)<sub>4</sub><sup>-</sup> (H<sub>2</sub>BO<sub>3</sub><sup>-</sup>, H<sub>2</sub>BO<sub>2</sub><sup>-</sup>) 和 Cl<sup>-</sup>,从而达到纯化的目的。

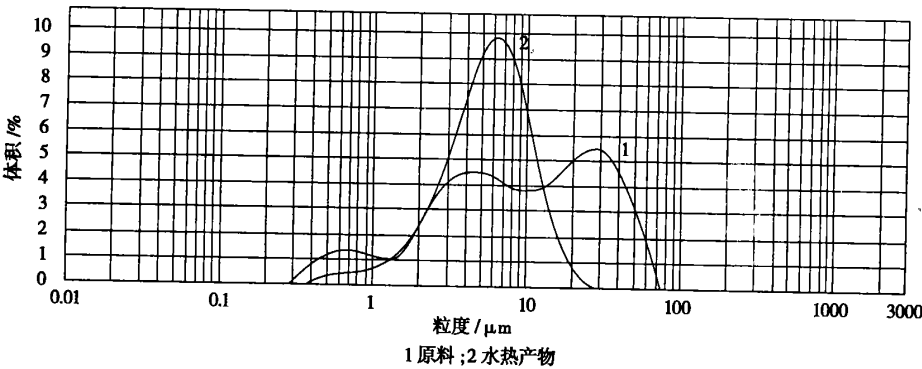


图 3 氢氧化镁的粒度分布图

Fig.3 Particle size distribution of Mg(OH)<sub>2</sub>

3 结 论

采用水热方法成功地对氢氧化镁粗品进行了处理,有效地去除了杂质,减轻了团聚现象,改善了颗粒的分散性。这对于制取氢氧化镁阻燃剂很有意义。

参考文献:

[1] 苏培基·工业氢氧化镁化工行业标准简介[J]·化工标准计量质量,2001,(4);3—4.  
[2] 吴会军,向兰,金永成,金涌·高分散氢氧化镁粉体的制备及其影响因素[J]·无机材料学报,2004,19(5):1181-1185.  
[3] 向兰,金永成,金涌·氢氧化钠溶液中氢氧化镁的水热改性[J]·过程工程学报,2003,3(2):116—120.

(下转第 54 页)

Quantificational Research of Paleotemperature from  
Oxygen Isotope Records for Lacustrine Carbonates

ZENG Cheng

( Department of Geography, Xiangfan University, Xiangfan 441053, China )

**Abstract:** The technique of isotopic geological thermometer was applied to paleotemperature reconstruction of sea water since being put forward, which was subsequently introduced into lacustrine sediments. Two aspects with regards to the quantificational research of paleotemperature from oxygen isotope records for lacustrine carbonates are of much concern. One is the influencing mechanism of temperature on oxygen isotope composition, another is related to the relation between Sr/Ca of lacustrine ostracodes and paleosalinity. Further, the corresponding critique is given in this paper.

**Key words:** Lacustrine carbonate; Oxygen isotope composition; Paleotemperature

(上接第 38 页)

Study on the Purification of Magnesium Hydroxide  
by Hydrothermal Method

YAN Xiu-chuan<sup>1,2</sup>, LI Zhao-hao<sup>1,2</sup>, MA Pei-hua<sup>1</sup>, LI Fa-qiang<sup>1</sup>, Deng Xiao-chuan<sup>1</sup>

(1. Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining, Qinghai 810008, China;

2. Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

**Abstract:** In the experiment, crude magnesium hydroxide from salt lake industry was used as the raw material, magnesium hydroxide dissolved and formed crystals again by hydrothermal treatment. The products after hydrothermal treatment were characterized by means of modern instruments and the results were satisfactory.

**Key words:** Hydrothermal method; Magnesium hydroxide; Purification