



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107879366 A

(43)申请公布日 2018.04.06

(21)申请号 201711043300.8

(22)申请日 2017.10.31

(71)申请人 昆明理工大学

地址 650093 云南省昆明市五华区学府路
253号

(72)发明人 郁青春 叶标 杨斌 邓勇
陈秀敏 王飞 徐宝强 刘大春
蒋文龙 李一夫

(51)Int.Cl.

C01F 7/20(2006.01)

C01F 7/22(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法

(57)摘要

本发明涉及一种从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法，属于氧化铝技术领域。首先将分别球磨后粉煤灰和焙烧活化剂过120目标准筛后按照质量比为1:0.5~4.0混合均匀，然后再温度为750~950℃条件下焙烧0.5~2h得到焙烧物料；其中焙烧活化剂为碳酸钠或氯化钠与氯化钙混合焙烧活化剂；将得到的焙烧物料按照液固比为8~15:1mL/g加入浓度为1~3mol/L硫酸溶液，在温度为70~90℃浸出1~2h，固液分离得到硫酸铝溶液和尾渣。本方法工艺取得低能耗，低成本，提取率高的效果，为粉煤灰的高附加值利用开辟新方法。

1. 一种从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法,其特征在于具体步骤如下:

步骤1、首先将分别球磨后粉煤灰和焙烧活化剂过120目标准筛后按照质量比为1:0.5~4.0混合均匀,然后再温度为750~950℃条件下焙烧0.5~2h得到焙烧物料;其中焙烧活化剂为碳酸钠或氯化钠与氯化钙混合焙烧活化剂;

步骤2、将步骤1得到的焙烧物料按照液固比为8~15:1mL/g加入浓度为1~3mol/L硫酸溶液,在温度为70~90℃浸出1~2h,固液分离得到硫酸铝溶液和尾渣。

2. 根据权利要求1所述的从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法,其特征在于:所述碳酸钠或氯化钠的钠盐与氯化钙质量比为1:1.0~1:9.0。

一种从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法，属于氧化铝技术领域。

背景技术

[0002] 粉煤灰是燃煤发电厂排放的一种固体废弃物。我国每年产生大量的粉煤灰，但是利用率较低而且多是粗放型规模利用，主要是利用在道路工程、回填工程和建筑工程。粉煤灰化学成分以氧化铝和二氧化硅为主，还有少量的氧化铁和其他稀散金属等。粗放型利用不仅对环境带来巨大的压力，还浪费了粉煤灰中的有价成分。这与建设资源节约型、环境友好型社会的方向不一致，所以现在对粉煤灰的综合利用越来越重视，开始利用粉煤灰提取氧化铝、二氧化硅和稀有金属，合成沸石材料和莫来石等复合材料。从粉煤灰中提取氧化铝有利于粉煤灰的综合利用，具有良好的社会效益和经济效益。

[0003] 粉煤灰中的氧化铝主要在莫来石中，莫来石性质稳定难溶于酸碱，不进行处理很难直接利用。对粉煤灰进行活化处理，破坏莫来石内部的Al-Si键，提高粉煤灰中氧化铝活性，有利于莫来石的分解和氧化铝的提取。目前有很多粉煤灰的活化处理方法，主要有机械活化、焙烧活化、酸浸活化、微波活化等。

[0004] 机械活化可以减小粉煤灰粒度，增大固体表面积，从而提高粉煤灰化学活性。唐云等《活化方式对粉煤灰烧结熟料中氧化铝溶出的影响》轻金属，2009(4):19-21. 实验研究表明：通过控制其他实验条件，随着机械活化程度增大，氧化铝的溶出率先增后减，在增加机械活化工序后氧化铝的溶出率提高到80.82%。

[0005] 焙烧活化是目前研究最多，工艺最成熟的活化方式。焙烧活化剂主要有石灰石、碱石灰、硫酸盐等。赵喆等《石灰石烧结法从粉煤灰提取氧化铝的研究》. 金属材料与冶金工程，2008，36(2):16-18. 进行石灰石烧结法从粉煤灰提取氧化铝实验，在生料配方C/A 值为1.8，焙烧温度1380℃，保温时间60 min条件下，氧化铝溶出率可达79%以上。薛金根等《粉煤灰碱石灰烧结法提取氧化铝的研究》粉煤灰综合利用，1992(1):20-23. 开展了碱石灰烧结法从粉煤灰提取氧化铝的研究，当用脱硅粉煤灰为原料，钙比为2.1，碱比为0.96，在1220℃温度下焙烧30min，氧化铝标准溶出率大于94%。李来时等《以粉煤灰为原料制备高纯氧化铝》化工学报，2006，57(9):2189-2193. 实验研究表明硫酸铵与粒度D50 在5 μm 以下粉煤灰中摩尔比为10、在400℃温度下焙烧2. 5 h，则氧化铝的提取率可达95. 6 %.

酸浸活化是目前活化效率最高的方式。主要有盐酸浸出法、浓硫酸浸出法和氟铵助溶法。常志达等《聚合铝的制备及其应用》辽宁工程技术大学学报,2009,28(s2):100-101. 制备聚合铝实验研究表明：粉煤灰在700℃煅烧之后用浓度为17 %的盐酸在温度90 ℃下浸取3 h，盐酸和粉煤灰的体积质量比为4 ml/g，铝的浸取率可达35 %. 陈朝秩等《用硫酸从粉煤灰中直接浸出氧化铝》湿法冶金，2013(5):309-311. 通过实验研究，在液固比5:1，粉煤灰在温度为180℃的初始浓度3.7mol/L硫酸中浸出时间5h，氧化铝浸出率为94.16%。赵剑宇等《氟铵助溶法从粉煤灰提取氧化铝新工艺的研究》无机盐工业，2003，35(4):40-41. 采用氟铵助溶法提取粉煤灰中的氧化铝，铝浸出率可达到97 %以上。

[0006] 微波辐射能迅速提高反应体系温度,促使Al-Si键断裂,降低反应活化能。赵剑宇等《微波助溶从粉煤灰提取氧化铝新工艺研究》无机盐工业,2005,37(2):47-49.采用高温烧结—微波辐射联合操作工艺,在一级微波辐射功率450 W下辐射2-3min,二级微波辐射功率720W下辐射8-10min,氧化铝的溶出率在95%以上。

[0007] 目前以上几种活化方法都在实验室都有研究并取得不错的实验效果,但是各自的缺点也很大程度上限制其工业化运用。焙烧活化的焙烧剂的价格贵、提取率不高、能耗大,酸浸活化的设备要求高、环境污染大,微波活化虽然提取率高但是加热技术大型化工业化困难,综合成本高。因此找到一种能耗低,成本低,提取率高的粉煤灰提氧化铝的活化方法十分有益。

发明内容

[0008] 针对上述现有技术存在的问题及不足,本发明提供一种从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法。本方法工艺取得低能耗,低成本,提取率高的效果,为粉煤灰的高附加值利用开辟新方法。本发明通过以下技术方案实现。

[0009] 一种从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法,其具体步骤如下:

步骤1、首先将分别球磨后粉煤灰和焙烧活化剂过120目标准筛后按照质量比为1:0.5~4.0混合均匀,然后再温度为750~950℃条件下焙烧0.5~2h得到焙烧物料;其中焙烧活化剂为碳酸钠或氯化钠与氯化钙混合焙烧活化剂;

步骤2、将步骤1得到的焙烧物料按照液固比为8~15:1mL/g加入浓度为1~3mol/L硫酸溶液,在温度为70~90℃浸出1~2h,固液分离得到硫酸铝溶液和尾渣。

[0010] 所述碳酸钠或氯化钠的钠盐与氯化钙质量比为1:1.0~1:9.0。

[0011] 本发明的有益效果是:

(1)本发明使用复合焙烧活化剂,碳酸钠或氯化钠钠盐活化剂的价格便宜的优势,也有 CaCl_2 活化剂铝提取率高特点。

[0012] (2)本发明焙烧温度(750~950℃)相较于石灰石烧结法(1300~1400℃)和碱石灰烧结法(1200℃)的温度低,能耗小,成本低。

[0013] (3)本发明对粉煤灰中的氧化铝含量无要求,对未预处理脱硅的低铝粉煤灰也适用。

具体实施方式

[0014] 下面结合具体实施方式,对本发明作进一步说明。

[0015] 本发明所有实施例的粉煤灰来自河南巩义某火电厂,其化学组成如表1所示。

[0016] 表1 粉煤灰的化学组成(质量分数%)

Al_2O_3	SiO_2	TFe	CaO	MgO	烧失量
24.48	53.38	3.57	1.64	0.74	7.24

[0017] 实施例1

该从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法,其具体步骤如下:

步骤1、首先将分别球磨后粉煤灰(粉煤灰百分比含量如表1所示)和焙烧活化剂过120

目标准筛后按照质量比为1:4.0混合均匀,然后再温度为850℃条件下焙烧1.33h得到焙烧物料;其中焙烧活化剂为碳酸钠与氯化钙混合焙烧活化剂;碳酸钠与氯化钙质量比为1:4.0;

步骤2、将步骤1得到的焙烧物料按照液固比为8:1mL/g加入浓度为1mol/L硫酸溶液,在温度为70℃浸出1h,固液分离得到硫酸铝溶液和尾渣。

[0018] 经本实施例后,检测尾渣中的氧化铝和二氧化硅含量,计算得出氧化铝的提取率为91.83%。与单纯的只采用氯化钙活化剂相比,成本减少1425元/吨,且与只采用用氯化钙活化剂的提取率91.24%相比,提取率相差不多。

[0019] 实施例2

该从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法,其具体步骤如下:

步骤1、首先将分别球磨后粉煤灰(粉煤灰百分比含量如表1所示)和焙烧活化剂过120目标准筛后按照质量比为1:0.5混合均匀,然后再温度为750℃条件下焙烧2h得到焙烧物料;其中焙烧活化剂为碳酸钠与氯化钙混合焙烧活化剂;碳酸钠与氯化钙质量比为1:1;

步骤2、将步骤1得到的焙烧物料按照液固比为15:1mL/g加入浓度为3mol/L硫酸溶液,在温度为90℃浸出2h,固液分离得到硫酸铝溶液和尾渣。

[0020] 经本实施例后,检测尾渣中的氧化铝和二氧化硅含量,计算得出氧化铝的提取率为88.45%。与单纯的只采用氯化钙活化剂相比,成本减少462元/吨,且与只采用用氯化钙活化剂的提取率87.8%相比,提取率相差不多。

[0021] 实施例3

该从粉煤灰中提取氧化铝的活化方法,其具体步骤如下:

步骤1、首先将分别球磨后粉煤灰(粉煤灰百分比含量如表1所示)和焙烧活化剂过120目标准筛后按照质量比为1:2.0混合均匀,然后再温度为950℃条件下焙烧0.5h得到焙烧物料;其中焙烧活化剂为氯化钠与氯化钙混合焙烧活化剂;氯化钠与氯化钙质量比为1:9.0;

步骤2、将步骤1得到的焙烧物料按照液固比为10:1mL/g加入浓度为2mol/L硫酸溶液,在温度为80℃浸出1.5h,固液分离得到硫酸铝溶液和尾渣。

[0022] 经本实施例后,检测尾渣中的氧化铝和二氧化硅含量,计算得出氧化铝的提取率为94.12 %。与单纯的只采用氯化钙活化剂相比,成本减少1128元/吨,且与只采用用氯化钙活化剂的提取率93.56%相比,提取率相差不多。

[0023] 以上对本发明的具体实施方式作了详细说明,但是本发明并不限于上述实施方式,在本领域普通技术人员所具备的知识范围内,还可以在不脱离本发明宗旨的前提下作出各种变化。