



(12)发明专利



(10)授权公告号 CN 106745112 B

(45)授权公告日 2018.04.06

(21)申请号 201611163030.X

(22)申请日 2016.12.15

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106745112 A

(43)申请公布日 2017.05.31

(73)专利权人 河南豫辰药业股份有限公司

地址 461100 河南省许昌市许昌县张潘镇
前汪村

(72)发明人 路明 刘培鸿 唐华伟 张培峰
刘玉层

(74)专利代理机构 北京科亿知识产权代理事务
所(普通合伙) 11350

代理人 汤东风

(51)Int.Cl.

C01F 5/30(2006.01)

(56)对比文件

CN 102344154 A, 2012.02.08, 全文.

CN 103130487 A, 2013.06.05, 全文.

US 3565579 A, 1971.02.23, 全文.

US 20070172433 A1, 2007.07.26, 全文.

CN 101638400 A, 2010.02.03, 全文.

US 20030143152 A1, 2003.07.31, 全文.

刘积灵等.无水氯化镁的制备技术及发展趋势.《无机盐工业》.2007,第39卷(第8期),第10-12页.

审查员 吴晗

(54)发明名称

一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化
镁的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,常温条件下,按照一定体积比向格氏废渣水解液中加入碳酸钠溶液,得到碳酸镁固体,用得到的碳酸镁调节格氏废渣水解液的pH,然后加入适量的镁粉除杂,加活性炭脱色,滤液加入盐酸调节pH,减压浓缩、降温析晶、离心,得到白色高纯度的六水合氯化镁。本发明从废液中回收氯化镁,改善了生产环境,减少三废排放,降低了环境污染,回收副产物氯化镁,工艺操作简单,工艺稳定,回收六水合氯化镁成本低,反应操作安全性高,产品质量好,利于工业化。

权利要求书1页 说明书3页

1. 一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,其特征是常温条件下,按一定体积比向格氏废渣水解液中加入一定浓度的碳酸钠溶液,得到碳酸镁固体,用得到的碳酸镁调节新的格氏废渣水解液的pH至6~7,然后加入适量的镁粉和活性炭除铜离子杂质和脱色,滤液加入盐酸调节pH,减压浓缩、降温析晶、离心,得到白色高纯度的六水合氯化镁。

2. 根据权利要求1所述的一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,其特征在于常温条件下,以格氏废渣水解液为原料,加入碳酸钠溶液,碳酸钠溶液的浓度为15~20%,格氏废渣水解液与碳酸钠溶液的体积比为4:1。

3. 根据权利要求1所述的一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,其特征在于碳酸镁固体与格氏废渣水解液的质量比0.006~0.008:1。

4. 根据权利要求1所述的一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,其特征在于调节格氏废渣水解液的pH后,加入镁粉,除去格氏废渣水解液中的 Cu^{2+} ,镁粉与格氏废渣水解液的质量比为0.001~0.003:1。

5. 根据权利要求1所述的一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,其特征在于用盐酸调节pH至3~4,减压浓缩至原格式废渣水解液体积的1/2,降温至10~15℃,保温搅拌析晶2小时。

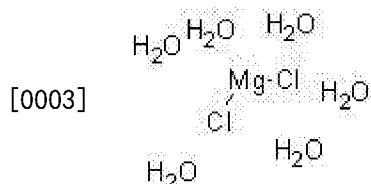
一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于医药中间体的合成制备领域,具体涉及一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法。

背景技术

[0002] 六水氯化镁又名水氯石,常温下纯品为无色单斜结晶,工业品通常呈黄褐色,易潮解,有苦咸味,溶于水和乙醇。用途广泛,在冶金工业中,用作耐火材料和砌炉壁的黏合剂,冶炼金属镁的原料;在建筑工业中用氯化镁与菱苦土制成坚硬的镁氧水泥,可以制人造石;在化学工业中是制造各种镁盐的原料;在农业上,制造棉花脱叶剂;食品工业做豆腐凝固剂;也可用作分析试剂;还用作防火剂;用于医药工业,医用透析溶液等。结构式如下式:



[0004] 六水合氯化镁的合成信息较少,国内外文献也不多,专利93109924《卤水制备白色六水合氯化镁的生产新工艺》由海盐卤水生产白色氯化镁的制备工艺方法,以海水晒盐后苦卤提取氯化钾和溴素后的母液即原料卤水为原料,经过加碱中和、加钙除硫、除渣、漂白、真空蒸发和制片等工艺步骤,可得到白色氯化镁,这种方法成本高,环境污染严重,耗费工时多,后处理操作繁琐,难于形成大规模生产;有文献介绍将菱镁矿加入水中。混合后缓缓加入盐酸。反应完全后,在溶液中加入硫酸和饱和硫化氢水溶液。静置、过滤,将滤液在80~90℃时加热,使滤液浓缩至相对密度1.33~1.35。再过滤、冷却、抽滤得氯化镁,此方法原料不易得,不宜在工业上大量使用,得到产品纯度不高,收率低;

[0005] 这些不利于工业化生产和提高产品质量,需要开发一种原材料易得,成本低,后处理操作简单,环境污染小,反应操作安全性高,反应收率高,产品质量好,利于工业化的六水合氯化镁的制备方法。

[0006] 格氏废渣水解液中含有大量氯化镁和杂质(如 Cu^{2+} 、 HCl 、THF等),直接当废水处理增加处理成本。可以从其中提取出副产物六水氯化镁,减少废水排放量。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法。

[0008] 基于上述目的,本发明采取了如下技术方案:

[0009] 本发明涉及一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,常温条件下,以格氏废渣水解液为原料,按照一定体积比向格氏废渣水解液中加入一定浓度的碳酸钠溶液,搅拌,离心,漂洗先得到碳酸镁固体,用得到的碳酸镁调节格氏废渣水解液的pH,加入适量的镁粉,静置1~2h;离心,向滤液中加入适量的活性炭,升温回流1小时后,趁热过滤,滤液用盐酸调节pH,减压浓缩、降温析晶、离心,得到白色高纯度(氯化镁含量 $\geq 46.0\%$)

的六水合氯化镁。本发明从废液中回收氯化镁,改善了生产环境,减少三废排放,降低了环境污染,回收副产物氯化镁,工艺操作简单,工艺稳定,回收六水合氯化镁成本低,反应操作安全性高,产品质量好,利于工业化。

[0010] 上述的一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,其特征在于常温条件下,以格氏废渣水解液为原料,加入碳酸钠溶液,碳酸钠溶液的浓度为15~20%,格氏废渣水解液与碳酸钠溶液的体积比为4:1;

[0011] 上述的一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,其特征在于用碳酸镁固体调节格氏废渣水解液的pH至6~7,碳酸镁固体与格氏废渣水解液的质量比0.006~0.008:1;

[0012] 上述的一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,其特征在于调节格氏废渣水解液的pH后,加入镁粉,除去格氏废渣水解液中的 Cu^{2+} ,镁粉与格氏废渣水解液的质量比为0.001~0.003:1;

[0013] 上述的一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法,其特征在于用盐酸调节pH至3~4,减压浓缩至原格式废渣水解液体积的1/2,降温至10~15℃,保温搅拌析晶2小时。

[0014] 本发明用格氏废渣水解液做反应原料,后处理操作简单,环境污染小,反应操作安全性高,反应收率高,产品质量好,成本低,利于工业化。

具体实施方式

[0015] 以下通过具体实施例对本发明的技术方案作进一步详细描述,但本发明的保护范围并不局限于此。

[0016] 实施例1

[0017] 一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法

[0018] 具体步骤如下:

[0019] 1. 配制20%浓度的碳酸钠溶液200mL;

[0020] 2. 向带有搅拌、温度计、回流冷凝器(带氧化钙干燥管)的四口瓶中加入800mL格氏废渣水解液,滴加200mL碳酸钠溶液,搅拌均匀,离心,滤饼用适量清水漂洗2-3次,得到白色碳酸镁固体;

[0021] 3. 向带有搅拌、温度计、滴加漏斗、回流冷凝器(带氧化钙干燥管)的四口瓶中依次加入200mL(260g)格氏废渣水解液(pH约为3),再加入1.6g上述得到的碳酸镁固体,搅拌均匀,调节pH至6.5,然后向反应液中边搅拌边加入0.44g镁粉,使与格氏废渣水解液中的 Cu^{2+} 充分反应,静置1~2h,离心;向滤液中加入适量的活性炭,升温回流1小时后,趁热过滤,降温,加入盐酸,调节pH=4,升温至60~70℃,减压浓缩至原格氏废渣水解液体积的1/2,降温至10~15℃,保温搅拌析晶2小时;离心,滤饼用适量清水漂洗2-3次,得到白色六水合氯化镁固体,烘干称重136.5g,取样检测,氯化镁含量46.5%。

[0022] 实施例2

[0023] 一种从格氏废渣水解液中回收六水合氯化镁的制备方法

[0024] 具体步骤如下:

[0025] 1. 配制15%浓度的碳酸钠溶液200mL;

[0026] 2.向带有搅拌、温度计、回流冷凝器(带氧化钙干燥管)的四口瓶中加入800mL格式废渣,滴加200mL碳酸钠溶液,搅拌均匀,离心,滤饼用适量清水漂洗2-3次,得到白色碳酸镁固体;

[0027] 3.向带有搅拌、温度计、滴加漏斗、回流冷凝器(带氧化钙干燥管)的四口瓶中依次加入200mL(260g)格式废渣(pH为3.5),再加入1.5g碳酸镁固体,搅拌均匀,调节 pH至6,然后向废渣中边搅拌边加入0.40g镁粉,使与格式废渣中的 Cu^{2+} 充分反应,静置1~2h;离心,向滤液中加入适量的活性炭,升温回流1小时后,趁热过滤,降温,加入盐酸,调节 pH至3,升温至60~70℃,减压浓缩至原格式废渣体积的1/2,降温至10~15℃,保温搅拌析晶2小时;离心,滤饼用适量清水漂洗2-3次,得到白色六水合氯化镁固体,烘干称重142.5g,取样检测,含量46.7%。