



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112479220 A

(43) 申请公布日 2021.03.12

(21) 申请号 202011392138.2

(22) 申请日 2020.12.02

(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 伍继君 朱云阳 于跃龙 曹振

(74) 专利代理机构 天津煜博知识产权代理事务
所(普通合伙) 12246

代理人 朱维

(51) Int.Cl.

C01B 35/02 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法

(57) 摘要

本发明涉及一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,属于硼提纯技术领域。本发明将低纯度无定形粗硼粉进行球磨过筛得到细粒级的粗硼粉,细粒级的粗硼粉加入混酸溶液中进行酸浸处理,过滤清洗后得到酸浸硼粉和酸浸液;酸浸清洗后的硼粉再采用碱液进行碱浸处理,得到碱浸后的硼粉和碱浸液,碱浸后的硼粉经洗涤至中性;最后经真空干燥即得高纯无定形硼粉。本发明方法稳定可靠,操作简单,成本低廉,附加值高,酸、碱浸出液可多次循环利用,适合于批量化生产。

1. 一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,其特征在于,具体步骤如下:

(1) 将低纯度无定形粗硼粉进行球磨过350目筛得到细粒级的粗硼粉;

(2) 将步骤(1)细粒级的粗硼粉加入混酸溶液中进行酸浸处理,得到酸浸硼粉和酸浸液,酸浸硼粉经水洗后得到除杂硼粉;其中混酸溶液中含有盐酸、氢氟酸、硝酸中的两种或三种;

(3) 将步骤(2)除杂硼粉采用碱液进行碱浸处理,得到碱浸硼粉和碱浸液,碱浸硼粉经水洗至中性,并利用真空干燥后过筛,即得高纯无定形硼粉。

2. 根据权利要求1所述无定形粗硼粉的湿法提纯方法,其特征在于:步骤(2)混酸溶液中盐酸浓度为 $0.1\sim 1\text{mol/L}$,氢氟酸的浓度为 $1\sim 5\text{mol/L}$ 、硝酸的浓度为 $0.5\sim 2\text{mol/L}$ 。

3. 根据权利要求2所述无定形粗硼粉的湿法提纯方法,其特征在于:步骤(2)粗硼粉与混酸溶液的固液比(g/mL)为 $1:5\sim 1:12$ 。

4. 根据权利要求3所述无定形粗硼粉的湿法提纯方法,其特征在于:步骤(2)酸浸处理的温度为 $60\sim 80^{\circ}\text{C}$,酸浸时间为 $1\sim 3\text{h}$ 。

5. 根据权利要求1所述无定形粗硼粉的湿法提纯方法,其特征在于:步骤(3)酸浸后的硼粉与碱液的固液比(g/mL)为 $1:5\sim 1:10$ 。

6. 根据权利要求5所述无定形粗硼粉的湿法提纯方法,其特征在于:步骤(3)碱液为氢氧化钠溶液,氢氧化钠溶液的浓度为 $0.1\sim 1\text{mol/L}$ 。

7. 根据权利要求6所述无定形粗硼粉的湿法提纯方法,其特征在于:步骤(3)碱浸处理的温度为 $80\sim 100^{\circ}\text{C}$,碱浸时间为 $1\sim 3\text{h}$ 。

一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,属于硼提纯技术领域。

背景技术

[0002] 硼粉是一种重要的硼精细化工产品,是一种灰黑色或棕色的粉末,化学性质比较活泼。硼具有较高的质量热值和体积热值,其质量热值高达59mJ/kg,是镁的2.3倍、铝的1.9倍;体积热值高达140kJ/cm³,是镁的3.09倍、铝的1.66倍。就其能量而言,硼应该是最佳的非金属燃料。并且无定形硼粉形状无规则,比表面积大使其着火温度大大降低。

[0003] 含硼富燃料推进剂,能够作为导弹、用冲压发动机的首选装药,能够满足空空导弹高速、远程和体积小的性能要求。硼粉在冶炼金属中能够作为合金组分,形成合金,改善金属的机械性能,有时能代替稀缺的金属,硼粉也能够用于制作各种硼化物与各种材料的添加剂,如陶瓷的添加剂。硼粉优良的燃烧性能被用于汽车工业,硼粉很突出一点是被用作安全气囊的引发剂。无定形硼粉是固体推进剂中具有应用前景的高焓值固体燃料添加剂,近年来,高纯的无定形硼粉已经进入航空、航天领域。

[0004] 论文“自蔓延冶金法制备硼粉”,即采用镁粉还原三氧化二硼得到纯度为92.43%的无定形硼粉;论文“镁热还原法制备无定形硼粉与工业化”中,经中试生产得到了93.13%含量的无定形硼粉,论文“镁热还原法制备超微细无定形硼粉”,采用自蔓延高温合成法,用超微细镁粉还原三氧化二硼,再经盐酸溶浸得到纯度为94.6%的无定形硼粉。镁粉还原三氧化二硼可以得到纯度在85~95%不等的无定形硼粉,对于杂质含量较多的低纯度(85~92%)硼粉而言,其物化性能无法达不到核能、航天、军工、化工和能源等领域的使用标准。

[0005] 因此,低纯度无定形硼粉提纯对硼精细化工产业非常重要,但是,目前并没有低纯度硼粉的湿法提纯工艺方法。

发明内容

[0006] 本发明针对现有技术中低纯度无定形硼粉提纯中存在的问题,提供一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,本发明流程短,工艺简单可靠且易于操作,制备过程成本低,能够用于大规模生产,具有工业化潜力,提纯效果较好,提纯得到的高纯度硼粉产品价值高。

[0007] 一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,具体步骤如下:

[0008] (1) 将低纯度无定形粗硼粉进行球磨过350目筛得到细粒级的粗硼粉;

[0009] (2) 将步骤(1)细粒级的粗硼粉加入混酸溶液中进行酸浸处理,得到酸浸硼粉和酸浸液,酸浸硼粉经水洗后得到除杂硼粉;其中混酸溶液中含有盐酸、氢氟酸、硝酸中的两种或三种;

[0010] (3) 将步骤(2)除杂硼粉采用碱液进行碱浸处理,得到碱浸硼粉和碱浸液,碱浸硼粉经水洗至中性,并利用真空干燥后过筛,即得高纯无定形硼粉。

[0011] 所述步骤(2)混酸溶液中盐酸浓度为0.1~1mol/L,氢氟酸的浓度为1~5mol/L、硝酸的浓度为0.5~2mol/L;

- [0012] 所述步骤(2)粗硼粉与混酸溶液的固液比(g/mL)为1:5~1:12。
- [0013] 所述步骤(2)酸浸处理的温度为60~80℃,酸浸时间为1~3h;
- [0014] 所述步骤(3)酸浸后的硼粉与碱液的固液比(g/mL)为1:5~1:10;
- [0015] 所述步骤(3)碱液为氢氧化钠溶液,氢氧化钠溶液的浓度为0.1~1mol/L;
- [0016] 所述步骤(3)碱浸处理的温度为80~100℃,碱浸时间为1~3h;
- [0017] 本发明的有益效果是:
- [0018] (1)本发明通过球磨过筛使硼粉颗粒内的杂质充分暴露,硼粉中部分杂质如硼氧、硼镁、硼铁以及硼硅等化合物不易溶于盐酸,采用盐酸/氢氟酸/硝酸的混酸进行协同作用,能够更有效地去除粗硼粉中氧、镁、铁、硅等难溶杂质;在混酸浸出后再对硼粉采用碱浸处理,可强化去除硼粉中的硅氧化物和硅酸盐等杂质;
- [0019] (2)本发明方法具有工艺路线简单、成本低廉、产品附加值高的特点,其高纯无定形硼粉的纯度可达95%以上,能将自蔓延镁热还原无定形硼粉纯度再次提高,解决工业生产的硼粉纯度低的问题。

具体实施方式

[0020] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步详细说明,但本发明的保护范围并不限于所述内容。

[0021] 实施例1:一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,具体步骤如下:

[0022] (1)将市售纯度为85.6%的无定形粗硼粉进行球磨0.5h,过350目筛得到细粒级的粗硼粉;

[0023] (2)将步骤(1)细粒级的粗硼粉加入盐酸/氢氟酸的混酸溶液中,在温度为60℃条件下进行酸浸处理1h得到酸浸硼粉和酸浸液,酸浸硼粉经水洗涤得到除杂硼粉;其中混酸溶液中盐酸浓度为0.1mol/L,氢氟酸的浓度为1mol/L,粗硼粉与混酸溶液的固液比为1:5;

[0024] (3)将步骤(2)除杂硼粉加入到浓度为0.1mol/L的NaOH溶液中,在温度80℃下进行碱浸处理1h,得到碱浸硼粉和碱浸液,碱浸硼粉经水洗涤至中性;其中除杂硼粉与NaOH溶液的固液比为1:10;

[0025] (4)在温度为100℃、压力为10Pa条件下,真空干燥后过筛即得高纯无定形硼粉;

[0026] 经ICP分析,本实施例的高纯无定形硼粉的纯度为92.84%。

[0027] 实施例2:一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,具体步骤如下:

[0028] (1)将市售纯度为85.6%的无定形粗硼粉进行球磨0.5h,过350目筛得到细粒级的粗硼粉;

[0029] (2)将步骤(1)细粒级的粗硼粉加入盐酸/硝酸的混酸溶液中,在温度为80℃条件下进行酸浸处理2h得到酸浸硼粉和酸浸液,酸浸硼粉经水洗涤得到除杂硼粉,其中混酸溶液中盐酸浓度为0.5mol/L,硝酸浓度为0.5mol/L,粗硼粉与混酸溶液的固液比为1:6;

[0030] (3)将步骤(2)除杂硼粉加入到浓度为0.5mol/L的NaOH溶液中,在温度100℃下进行碱浸处理2h,得到碱浸硼粉和碱浸液,碱浸硼粉经水洗涤至中性;其中除杂硼粉与NaOH溶液的固液比为1:8;

[0031] (4)在温度为100℃、压力为20Pa条件下,真空干燥后过筛即得高纯无定形硼粉;

[0032] 经ICP分析,本实施例的高纯无定形硼粉的纯度为93.34%。

[0033] 实施例3:一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,具体步骤如下:

[0034] (1) 将市售纯度为85.6%的无定形粗硼粉进行球磨2h,过350目筛得到细粒级的粗硼粉;

[0035] (2) 将步骤(1)细粒级的粗硼粉加入到氢氟酸/硝酸的混酸溶液中,在温度为70℃条件下进行酸浸处理3h得到酸浸硼粉和酸浸液,酸浸硼粉经水洗涤得到除杂硼粉,其中混酸溶液中氢氟酸浓度为2mol/L,硝酸浓度为2mol/L,粗硼粉与混酸溶液的固液比为1:12;

[0036] (3) 将步骤(2)除杂硼粉加入到浓度为0.8mol/L的NaOH溶液中,在温度100℃下进行碱浸处理3h,得到碱浸硼粉和碱浸液,碱浸硼粉经水洗涤至中性;其中除杂硼粉与NaOH溶液的固液比为1:5,

[0037] (4) 在温度为100℃、压力为20Pa条件下,真空干燥后过筛即得高纯无定形硼粉;

[0038] 经ICP分析,本实施例的高纯无定形硼粉的纯度为94.27%。

[0039] 实施例4:一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,具体步骤如下:

[0040] (1) 将市售纯度为87.7%的无定形粗硼粉进行球磨1h,过350目筛得到细粒级的粗硼粉;

[0041] (2) 将步骤(1)细粒级的粗硼粉加入到盐酸/氢氟酸/硝酸的混酸溶液中,在温度为80℃条件下进行酸浸处理3h得到酸浸硼粉和酸浸液,酸浸硼粉经水洗涤得到除杂硼粉,其中混酸溶液中盐酸浓度为1mol/L,氢氟酸浓度为5mol/L,硝酸浓度为2mol/L,粗硼粉与混酸溶液的固液比为1:12;

[0042] (3) 将步骤(2)除杂硼粉加入到浓度为1.0mol/L的NaOH溶液中,在温度100℃下进行碱浸处理3h,得到碱浸硼粉和碱浸液,碱浸硼粉经水洗涤至中性;其中除杂硼粉与NaOH溶液的固液比为1:5,

[0043] (4) 在温度为100℃、压力为20Pa条件下,真空干燥后过筛即得高纯度无定形硼粉;

[0044] 经ICP分析,本实施例的高纯无定形硼粉的纯度为95.58%。

[0045] 实施例5:一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,具体步骤如下:

[0046] (1) 将市售纯度为87.7%的无定形粗硼粉进行球磨1h,过350目筛得到细粒级的粗硼粉;

[0047] (2) 将步骤(1)细粒级的粗硼粉加入到氢氟酸/硝酸的混酸溶液中,在温度为80℃条件下进行酸浸处理3h得到酸浸硼粉和酸浸液,酸浸硼粉经水洗涤得到除杂硼粉,其中混酸溶液中氢氟酸浓度为4mol/L,硝酸浓度为1.5mol/L,粗硼粉与混酸溶液的固液比为1:10;

[0048] (3) 将步骤(2)除杂硼粉加入到浓度为1mol/L的NaOH溶液中,在温度100℃下进行碱浸处理3h,得到碱浸硼粉和碱浸液,碱浸硼粉经水洗涤至中性;其中除杂硼粉与NaOH溶液的固液比为1:10;

[0049] (4) 在温度为100℃、压力为20Pa条件下,真空干燥后过筛即得高纯度无定形硼粉;

[0050] 经ICP分析,本实施例的高纯无定形硼粉的纯度为95.30%。

[0051] 实施例6:一种无定形粗硼粉的湿法提纯方法,具体步骤如下:

[0052] (1) 将市售纯度为88.5%的无定形粗硼粉进行球磨3h,过350目筛得到细粒级的粗硼粉;

[0053] (2) 将步骤(1)细粒级的粗硼粉加入到盐酸/氢氟酸/硝酸的混酸溶液中,在温度为80℃条件下进行酸浸处理3h得到酸浸硼粉和酸浸液,酸浸硼粉经水洗涤得到除杂硼粉,其

中混酸溶液中盐酸浓度为0.8mol/L,氢氟酸浓度为3mol/L,硝酸浓度为1mol/L,粗硼粉与混酸溶液的固液比为1:12;

[0054] (3) 将步骤(2)除杂硼粉加入到浓度为1.0mo/L的NaOH溶液中,在温度100℃下进行碱浸处理3h,得到碱浸硼粉和碱浸液,碱浸硼粉经水洗涤至中性;其中除杂硼粉与NaOH溶液的固液比为1:5,

[0055] (4) 在温度为100℃、压力为20Pa条件下,真空干燥后过筛即得高纯度无定形硼粉;

[0056] 经ICP分析,本实施例的高纯无定形硼粉的纯度为96.61%。

[0057] 上面对本发明的具体实施例作了详细说明,但是本发明并不限于上述实施例,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。