



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103420405 A

(43) 申请公布日 2013.12.04

(21) 申请号 201310336464.5

(22) 申请日 2013.08.05

(71) 申请人 山西大学

地址 030006 山西省太原市小店区坞城路  
92号

申请人 山西瑞恩泽科技有限公司

(72) 发明人 郭彦霞 李瑶瑶 程芳琴 薛芳斌  
范越强

(74) 专利代理机构 山西五维专利事务所(有限  
公司) 14105

代理人 杨耀田

(51) Int. Cl.

*C01F 7/02* (2006.01)

*B09B 3/00* (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种从含铝废渣中提取氧化铝的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种从含铝废渣中提取氧化铝的方法,该方法是将煤矸石和/或粉煤灰与一定量的赤泥和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  配料,经烧结得到反应活性高的烧结熟料,然后用盐酸溶液酸浸形成铝盐溶液,加入质量浓度为 30~37% 的浓盐酸,制得结晶氯化铝,将结晶氯化铝溶解后用氨水沉淀析出氢氧化铝,然后在  $400^\circ\text{C}\sim 1300^\circ\text{C}$  煅烧,得到不同晶型的氧化铝产品。本发明工艺简单,制得的氧化铝含铁量低、产品纯度高,是一种赤泥和煤矸石和/或粉煤灰协同处理的好方法。

1. 一种从含铝废渣中提取氧化铝的方法,其特征在于,步骤包括:

(1) 配料:将煤矸石和 / 或粉煤灰与赤泥和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  配料并混匀,使配料中 Na、Al、Si 摩尔比为 0.5 ~ 1.5:1:1;

(2) 烧结:将配料在 600 ~ 1000℃ 下烧结,得到反应活性高的烧结熟料;

(3) 酸浸:用质量浓度为 15 ~ 25% 的盐酸溶液与烧结熟料在 80 ~ 120℃ 反应,得到含氯化铝的铝盐溶液;

(4) 浓缩结晶:将铝盐溶液浓缩至有白色晶体析出时,在浓缩液中加入质量浓度为 30 ~ 37% 的浓盐酸进行常温结晶,加入量为浓缩液的 2 ~ 7 倍,搅拌,静置,然后固液分离,得到结晶氯化铝;

(5) 氧化铝制备:将结晶氯化铝溶解,加入氨水,沉淀析出氢氧化铝,然后将氢氧化铝分别在 400℃ ~ 1300℃ 煅烧,得到不同晶型的氧化铝产品。

2. 如权利要求 1 所述的一种从含铝废渣中提取氧化铝的方法,其特征在于,所述的粉煤灰为燃煤形成的飞灰、底灰或锅炉渣,或它们的混合物。

3. 如权利要求 1 所述的一种从含铝废渣中提取氧化铝的方法,其特征在于,所述的煤矸石和 / 或粉煤灰与赤泥、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$  的配比满足 Na、Al、Si 摩尔比为 0.8 ~ 1.3:1:1。

4. 如权利要求 1 所述的一种从含铝废渣中提取氧化铝的方法,其特征在于,所述的烧结温度为 750℃ -900℃。

5. 如权利要求 1 所述的一种从含铝废渣中提取氧化铝的方法,其特征在于,所述的浓缩结晶中浓盐酸的加入量为浓缩液的 2.5 ~ 5 倍。

## 一种从含铝废渣中提取氧化铝的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于废弃物综合利用领域,涉及赤泥与煤矸石和 / 或粉煤灰共处理提取高纯氧化铝的方法。

### 背景技术

[0002] 煤炭在开采、洗选加工过程中产生了大量的煤矸石,在燃烧过程中又会产生大量的粉煤灰,严重破坏了生态环境。目前煤矸石和 / 或粉煤灰主要用于建工、建材等低值化方面,利用途径单一,利用量有限,进行煤矸石和 / 或粉煤灰的高值化利用是解决煤矸石和 / 或粉煤灰污染问题的有效途径。赤泥是在氧化铝生产过程中产生的固体废渣,碱含量很高,高碱含量造成赤泥在综合利用上的困难,目前综合利用率不足 5%(《大宗工业固体废物综合利用“十二五”规划》),大量堆存带来了非常严重的资源浪费和土地碱化的环境问题。

[0003] 赤泥与煤矸石和 / 或粉煤灰均为含铝废渣,其中均含有丰富的氧化铝,从其中提取氧化铝成为其资源化利用的重要方向。但赤泥碱含量高,利用难度大,如何充分利用赤泥碱含量高的特点,开发高效的赤泥与煤矸石和 / 或粉煤灰协同处理提取氧化铝的技术对提高这些含铝废渣的综合利用率意义重大。 $\text{Na}_2\text{CO}_3$  活化煤矸石和 / 或粉煤灰然后再用酸浸取其中的氧化铝对于提高氧化铝的提取率表现出显著的效果(专利申请号 200810017869.1),但该过程需要耗用大量  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,利用赤泥中碱代替  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  不仅降低了  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  原料的消耗,还实现了赤泥与煤矸石和 / 或粉煤灰的协同处理。然而由于含铝废渣中含有大量 Fe、Ca、Mg 等杂质,酸浸时会随 Al 一起溶出,杂质的存在会影响氧化铝的制备。文献“从粉煤灰中提取高纯超细氧化铝的方法”(专利申请号:200710150915.0)利用乙二胺四乙酸为络合剂除铁;文献“从粉煤灰中提取高纯氧化铝及硅胶的方法(专利申请号:200810017869.1),在制备氧化铝时需要调整 pH 值除铁;文献“一种以煤系高岭岩或粉煤灰为原料制备片状氧化铝的方法”(专利申请号:200710068433.0)需要用磁选预先除铁。这些方法均需要经过复杂的除杂过程,过程复杂,操作难度大。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种赤泥与煤矸石和 / 或粉煤灰协同处理提取氧化铝的方法,该方法生产成本低、过程简单、产品纯度高。

[0005] 本发明提供的一种从含铝废渣中提取氧化铝的方法,步骤包括:

[0006] (1) 配料:将煤矸石和 / 或粉煤灰与赤泥和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  配料并混匀,使配料中 Na、Al、Si 摩尔比为 0.5 ~ 1.5:1:1;

[0007] (2) 烧结:将配料在 600 ~ 1000℃ 下烧结,得到反应活性高的烧结熟料;

[0008] (3) 酸浸:用质量浓度为 15 ~ 25% 的盐酸溶液与烧结熟料在 80 ~ 120℃ 反应,得到含氯化铝的铝盐溶液;

[0009] (4) 浓缩结晶:将铝盐溶液浓缩至有白色晶体析出时,在浓缩液中加入质量浓度为 30 ~ 37% 的浓盐酸进行常温结晶,加入量为浓缩液的 2 ~ 7 倍,搅拌,静置,然后固液分离,

得到结晶氯化铝；

[0010] (5)氧化铝制备：将结晶氯化铝溶解，加入氨水，沉淀析出氢氧化铝，然后将氢氧化铝分别在 400℃～1300℃煅烧，得到不同晶型的氧化铝产品。

[0011] 所述的粉煤灰为燃煤形成的飞灰、底灰或锅炉渣，或它们的混合物。

[0012] 所述的煤矸石和 / 或粉煤灰与赤泥、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$  的配比满足 Na、Al、Si 摩尔比优选为 0.8～1.3:1:1。

[0013] 所述的烧结温度优选为 750℃-900℃。

[0014] 所述的浓缩结晶中浓盐酸的加入量优选为浓缩液的 2.5～5 倍。

[0015] 本发明所制  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  和  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  产品铁含量低，产品纯度高，煤矸石和 / 或粉煤灰与赤泥中氧化铝的综合回收率达到 90% 以上。

[0016] 与现有技术相比本发明的优点和效果：

[0017] 本发明利用赤泥含有大量碱的特点，以其作为煤矸石和 / 或粉煤灰的配料，其中的  $\text{Na}_2\text{O}$  可替代部分碳酸钠用于物料的热活化过程，显著降低碳酸钠的消耗，并利用浓盐酸进行结晶氯化铝制备，由于铝在浓盐酸中的溶解度非常小，而铁等杂质的溶解度大，可制得高纯结晶氯化铝，再用该高纯结晶氯化铝可制得高纯氧化铝。利用该方法，可实现赤泥和煤矸石 / 粉煤灰的协同处理，是一种经济、高效的资源利用方式。

### 具体实施方式

[0018] 以下实施例中所用煤矸石取自山西潞安集团郭庄煤矿，粉煤灰取自太原一电厂，赤泥取自山西兆丰铝业有限责任公司氧化铝厂。

[0019] 实施例 1：

[0020] (1) 配料：取氧化铝含量为 22.9%、二氧化硅含量为 41.1% 的煤矸石 100g，加入 175g 氧化铝含量为 23.4%、二氧化硅含量为 19.1%、氧化钠含量为 9.4% 的赤泥和 38g 碳酸钠，充分混匀，配料中 Na、Al、Si 摩尔比约为 1:1:1；

[0021] (2) 烧结：将配料在 800℃ 下烧结，得到 261g 烧结熟料；

[0022] (3) 酸浸：将 850ml 质量浓度为 21% 的盐酸溶液与烧结熟料在 100℃ 反应，固液分离、洗涤，定容得到 1200ml 含氯化铝的铝盐溶液；

[0023] (4) 浓缩结晶：将铝盐溶液浓缩至有白色晶体析出时止，得到 487ml 浓缩液，然后在浓缩液中加入质量浓度为 36% 的浓盐酸 1220ml，搅拌，静置，然后固液分离，得到结晶氯化铝；

[0024] (5) 氧化铝制备：将结晶氯化铝溶解，加入氨水，沉淀析出氢氧化铝，然后将氢氧化铝在 500℃ 煅烧，得到 58.1g 铁质量分数为 0.064% 的  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。经计算，氧化铝的提取率为 91.7%。

[0025] 实施例 2：

[0026] (1) 配料：取氧化铝含量为 35.3%、二氧化硅含量为 50.9% 的燃煤飞灰 100g，加入 110g 氧化铝含量为 23.4%、二氧化硅含量为 19.1%、氧化钠含量为 9.4% 的赤泥和 52g 碳酸钠，充分混匀，配料中 Na、Al、Si 摩尔比约为 1.1:1:1；

[0027] (2) 烧结：将配料在 850℃ 下烧结，得到 232g 烧结熟料；

[0028] (3) 酸浸：将 900ml 质量浓度为 19% 的盐酸溶液与烧结熟料在 100℃ 反应，固液分

离、洗涤,定容得到 1200ml 含氯化铝的铝盐溶液;

[0029] (4) 浓缩结晶:将铝盐溶液浓缩至有白色晶体析出时止,得到 476ml 浓缩液,然后在浓缩液中加入质量浓度为 36% 的浓盐酸 1200ml,搅拌,静置,然后固液分离,得到结晶氯化铝;

[0030] (5) 氧化铝制备:将结晶氯化铝溶解,加入氨水,沉淀析出氢氧化铝,然后将氢氧化铝在 1200℃ 煅烧,得到 56.2g 铁质量分数为 0.056% 的  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 。经计算,氧化铝的提取率为 92.1%。

[0031] 实施例 3:

[0032] (1) 配料:取氧化铝含量为 32.7%、二氧化硅含量为 45.3% 的锅炉渣 100g,加入 80g 氧化铝含量为 23.4%、二氧化硅含量为 19.1%、氧化钠含量为 9.4% 的赤泥和 35g 碳酸钠,充分混匀,配料中 Na、Al、Si 摩尔比约为 0.9:1:1;

[0033] (2) 烧结:将配料在 900℃ 下烧结,得到 193g 烧结熟料;

[0034] (3) 酸浸:将 800ml 质量浓度为 22% 的盐酸溶液与烧结熟料在 100℃ 反应,固液分离、洗涤,定容得到 1200ml 含氯化铝的铝盐溶液;

[0035] (4) 浓缩结晶:将铝盐溶液浓缩至有白色晶体析出时止,得到 459ml 浓缩液,然后在浓缩液中加入质量浓度为 34% 的浓盐酸 1100ml,搅拌,静置,然后固液分离,得到结晶氯化铝;

[0036] (5) 氧化铝制备:将结晶氯化铝溶解,加入氨水,沉淀析出氢氧化铝,然后将氢氧化铝在 1200℃ 煅烧,得到 46.4g 铁质量分数为 0.051% 的  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 。经计算,氧化铝的提取率为 90.2%。

[0037] 实施例 4:

[0038] (1) 配料:取氧化铝含量为 22.9%、二氧化硅含量为 41.1% 的煤矸石 70g 以及氧化铝含量为 33.9%、二氧化硅含量为 49.3% 的粉煤灰(飞灰、底灰和锅炉渣混合物) 30g,加入 151g 氧化铝含量为 23.4%、二氧化硅含量为 19.1%、氧化钠含量为 9.4% 的赤泥和 50g 碳酸钠,充分混匀,配料中 Na、Al、Si 摩尔比为 1.16:1:1;

[0039] (2) 烧结:将配料在 800℃ 下烧结,得到 271g 烧结熟料;

[0040] (3) 酸浸:将 900ml 质量浓度为 20% 的盐酸溶液与烧结熟料在 100℃ 反应,固液分离、洗涤,定容得到 1200ml 含氯化铝的铝盐溶液;

[0041] (4) 浓缩结晶:将铝盐溶液浓缩至有白色晶体析出时止,得到 574ml 浓缩液,然后在浓缩液中加入质量浓度为 33% 的浓盐酸 1800ml,搅拌,静置,然后固液分离,得到结晶氯化铝;

[0042] (5) 氧化铝制备:将结晶氯化铝溶解,加入氨水,沉淀析出氢氧化铝,然后将氢氧化铝在 500℃ 煅烧,得到 51.8g 铁质量分数为 0.062% 的  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 。经计算,氧化铝的提取率为 90.6%。