

DOI:10.12119/j.yhyj.202102009

盐湖提锂副产氢氧化镁绿色合成 镁基层状复合氢氧化物

杨佳元^{1,2,3},樊发英^{1,2},朱朝梁^{1,2},史一飞^{1,2},樊洁^{1,2},邓小川^{1,2}

(1. 中国科学院青海盐湖研究所,中国科学院盐湖资源综合高效利用重点实验室,青海 西宁 810008;

2. 青海省盐湖资源综合利用工程技术中心,青海 西宁 810008;

3. 中国科学院大学,北京 100049)

摘要:青海盐湖资源丰富,在盐湖提锂过程中副产了大量含锂 $Mg(OH)_2$ 镁渣,由于利用条件和工艺的限制,其大部分被企业堆置放弃,造成资源的严重浪费和生态环境的破坏,因此提锂副产镁渣的高值化利用具有重要的意义。本研究仅采用盐湖提锂副产镁渣和可溶性铝盐作为原料,采用水热法成功制备了 SO^{2-} 和 CO_3^{2-} 插层的镁基层状复合金属氢氧化物(LDHs)。并通过 XRD、FT-IR、Raman、TG-DTG 等手段对产物的结构、形貌等进行了表征。制备过程中不需要加入其他碱作为沉淀剂,不产生钠盐或铵盐等副产物,产物只需少量水洗涤即可,是一种绿色、经济的制备工艺。此外,在反应过程中可将镁渣中 90% 的锂进行回收,不仅实现了副产镁渣的高值化利用,还回收了夹带的锂,对盐湖镁锂资源综合高效利用提供了一种有效途径。

关键词:层状复合氢氧化物;水热法;氢氧化镁

中图分类号:O614.22

文献标识码:A

文章编号:1008-858X(2021)02-0079-07

随着我国经济的快速发展,锂的需求量呈爆发式增长。我国锂资源大部分储存于青海、西藏、内蒙古等盐湖中,但由于我国盐湖镁锂比高的特点,导致锂资源开采的同时副产了大量含锂的 $Mg(OH)_2$ 镁渣。副产 $Mg(OH)_2$ 纯度低,杂质含量高、种类多,难于直接利用,因此绝大部分被企业遗弃,造成镁资源的严重浪费和生态环境的破坏。因此,开展盐湖提锂副产 $Mg(OH)_2$ 镁渣的高值化利用研究具有重要意义。

层状双羟基复合氢氧化物(LDHs),简称水滑石,是一种多功能层状材料。LDHs 的化学通式为 $[M_{1-x}^{2+} M_x^{3+} (OH)_2]^{x+} A_{(x/n)}^{n-} \cdot yH_2O$ 。其中 M^{2+} 和 M^{3+} 分别代表二价金属阳离子和三价金属阳离子, A^{n-} 代表层间阴离子, y 代表层间水分子的数量^[1]。由于 LDHs 的层板阳离子及层间阴离子具

有可调变的性质,使其拥有许多独特的物理化学特性,在阻燃^[2],催化^[3],紫外吸收^[4],医药^[5]等领域有着广泛应用。因此,制备镁基层状复合氢氧化物是解决“镁害”和盐湖镁资源综合高效利用的有效途径。

LDHs 主要的合成方法包括共沉淀法^[6],离子交换法^[7],水热法^[8],焙烧还原法^[9]等;其中共沉淀法工艺简单、成本低,是合成水滑石最常用的方法。然而传统的沉淀法制备 LDHs 多采用可溶性镁盐(如 $MgCl_2$, $Mg(NO_3)_2$, $MgSO_4$ 等)为原料,且通常需要加入 $NaOH$, Na_2CO_3 , 氨水等碱作为沉淀剂,不仅成本较高,还对设备和操作人员的防腐、防护有较高要求。此外,反应还会生成廉价钠盐或铵盐,需大量水对产品进行洗涤,造成了水资源的浪费。而以 $Mg(OH)_2$ 为原料制备 LDHs 的

收稿日期:2020-02-22;修回日期:2020-03-09

基金项目:青海省科技厅成果转化专项(2016GX-103),青海省科技厅自然基金(2016ZJ-927Q);西部之光 B 类项目(Y610101037),中国科学院弘光专项(KFJ-HG-ZX-008)。

作者简介:杨佳元(1993-),男,硕士研究生。研究方向:盐湖镁资源高值化利用研究。

通讯作者:樊发英(1988-),女,博士,助理研究员。研究方向:盐湖资源提取及应用研究,无机功能材料制备及应用。Eeail;fanfy@isl.ac.cn。

邓小川(1966-),男,研究院,博士生导师。研究方向:盐湖提锂关键技术,盐湖锂资源高值化利用,盐湖镁硼资源高值精细化加工技术及装备。

研究相对较少。Xu 和 Li^[10] 等提出了一种以 $Mg(OH)_2$ 、 $Al(OH)_3$ 和 $(NH_4)_2CO_3$ 为原料绿色合成 $MgAl-CO_3-LDHs$ 的工艺, 反应没有副产物生成, 洗涤和过滤步骤也可以省略, 工艺绿色简单, 但由于碳酸铵的存在, 反应过程需要高压环境。因此, 探索以 $Mg(OH)_2$ 为原料制备 LDHs 的合成方法非常必要。

本文拟采用盐湖提锂副产 $Mg(OH)_2$ 为镁源和碱源, 通过水热法成功合成了 $MgAl-LDHs$, 并考察了铝源对反应产物的影响。此外, 还对副产 $Mg(OH)_2$ 镁渣中夹带的锂进行了回收, 为实现盐

湖镁资源的高值化利用以及盐湖资源综合高效利用提供一种有效途径。

1 实验部分

1.1 实验原料

某盐湖提锂工艺副产镁渣, 其组分分析如表 1 所示, 其中主要组分为 $Mg(OH)_2$ (纯度为 76%)。 $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ 、 $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 、 $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ (分析纯) 由国药集团化学试剂有限公司提供。

表 1 副产氢氧化镁组分分析

Table 1 The component analysis of by-product

离子种类	Mg^{2+}	Ca^{2+}	Li^+	K^+	Na^+	Cl^-	CO_3^{2-}	Si	B
含量/%	31.45	0.91	2.26	0.43	1.59	9.75	11.7	0.07	0.062

1.2 实验主要仪器及设备

均相反应器 (JFX - 12 - 200), 烟台松岭化工设备厂生产; 电热鼓风干燥箱 (GZX - 9240 MBE), 上海博讯实业有限公司医疗设备厂生产; X 射线衍射仪 (XRD; X' PRO Pert), 帕纳科仪器 (荷兰) 有限公司生产; 低真空扫描电子显微镜 (SEM; JSM - 5610LV), 日本电子株式会社生产; 红外光谱仪 (FT - IR; NEXUS), 热电 - 尼高力 (美国) 公司生产; 拉曼光谱仪 (Raman; DXR) 赛默飞世尔 (美国) 公司生产; 同步热分析仪 (TGA/DSC 3 +), 梅特勒 - 托利多 (瑞士) 有限公司生产。

1.3 实验内容

称取副产 $Mg(OH)_2$ 3.48 g 并以 $Mg(OH)_2$: Al^{3+} 摩尔比为 4 : 1 分别称取 $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 、 $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ 或 $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$, 将副产 $Mg(OH)_2$ 和铝盐加入至 150 mL 去除 CO_2 的去离子水中, 剧烈搅拌 2 h 后于 160 °C 下反应 12 h, 最后产物经去离子水洗涤、干燥后得到 $MgAl-LDHs$ 产品。

2 结果与讨论

2.1 样品 XRD 分析

3 种不同铝源合成 $MgAl-LDHs$ 的 XRD 测

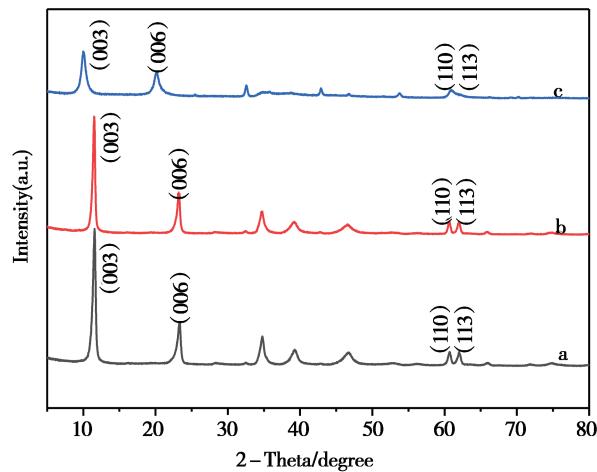


图 1 (a) $MgAl-CO_3-LDHs^1$, (b) $MgAl-CO_3-LDHs^2$, (c) $MgAl-SO_4-LDHs$ 的 XRD 图

Fig. 1 XRD patterns of (a) $MgAl-CO_3-LDHs^1$, (b) $MgAl-CO_3-LDHs^2$, (c) $MgAl-SO_4-LDHs$

试结果如图 1 所示。当铝源为 $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 和 $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ 时, 所得 $MgAl-LDHs$ 的特征衍射峰均与 CO_3^{2-} 插层水滑石 $MgAl-CO_3-LDHs$ 的峰形吻合^[11]; 样品均在 $2\theta = 11.5^\circ, 23.2^\circ$ 出现了倍数峰, 对应 $MgAl-CO_3-LDHs$ 的 (003)、(006) 晶面衍射峰, 同时, $60.7^\circ, 62.0^\circ$ 分别对应 (110)、(113) 的晶面衍射峰, 两个样品分别记为 $MgAl-CO_3-LDHs^1$ 和 $MgAl-CO_3-LDHs^2$; 当铝源为 $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ 时, 样品在 $2\theta = 10.0^\circ$ 、

20.1°对应MgAl-LDHs的(003)、(006)晶面衍射峰,所得产物为SO₄²⁻插层的MgAl-LDHs,记为MgAl-SO₄-LDHs。3个样品衍射峰峰形尖锐,基线平稳,均有LDHs的特征衍射峰,且均未检测到原料Mg(OH)₂或其他杂质的特征峰,所得产物较纯。由表1可知原料副产Mg(OH)₂中含有大量CO₃²⁻,当采用Al(NO₃)₃·9H₂O、AlCl₃·6H₂O为铝源时,均得到CO₃²⁻插层的LDHs,这是由于CO₃²⁻比NO₃⁻、Cl⁻价态高,与LDHs层板结合力更强,因此在反应过程中更易进入LDHs层间。而采用Al₂(SO₄)₃·18H₂O为铝源时,在反

应过程中SO₄²⁻进入到LDHs层间,CO₃²⁻与溶液中的Mg²⁺结合形成MgCO₃,这说明在此实验条件下,SO₄²⁻比CO₃²⁻更易进入LDHs层间。

3种不同MgAl-LDHs的晶面间距以及晶胞参数分析结果如表2所示。MgAl-CO₃-LDHs¹、MgAl-CO₃-LDHs²的晶面间距d(003)分别为0.765 0 nm,0.768 2 nm与CO₃²⁻插层的水滑石MgAl-CO₃-LDHs的晶面间距吻合^[12]。MgAl-SO₄-LDHs晶面间距d(003)为0.881 9 nm,与文献报道的MgAl-SO₄-LDHs晶面间距一致^[13]。

表2 3种不同铝源制备水滑石的晶面间距及晶胞参数

Table 2 Layer spacing and lattice parameters of different anionic intercalated hydrotalcite

样品	d ₀₀₃ /nm	d ₀₀₆ /nm	d ₁₁₀ /nm	晶胞参数a/nm	晶胞参数c/nm
MgAl-CO ₃ -LDHs ¹	0.765 0	0.381 1	0.152 4	0.305 4	2.34
MgAl-CO ₃ -LDHs ²	0.768 2	0.383 0	0.152 6	0.305 4	2.34
MgAl-SO ₄ -LDHs	0.881 9	0.441 1	0.152 4	0.305 4	2.34

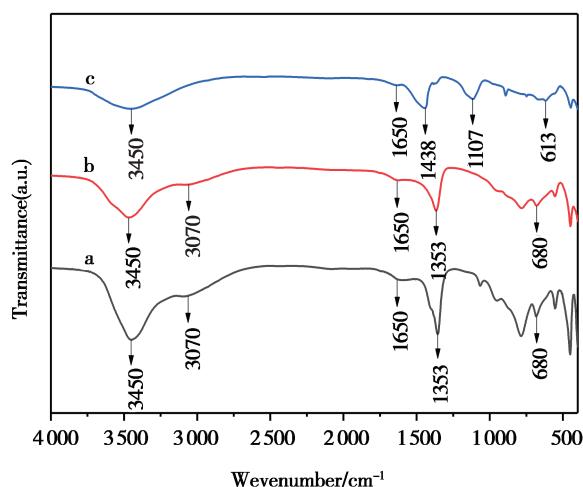


图2 (a) MgAl-CO₃-LDHs¹, (b) MgAl-CO₃-LDHs², (c) MgAl-SO₄-LDHs的红外光谱图

Fig. 2 FT-IR spectra of (a) MgAl-CO₃-LDHs¹, (b) MgAl-CO₃-LDHs², (c) MgAl-SO₄-LDHs

2.2 样品FT-IR分析

3种MgAl-LDHs的傅里叶变换红外光谱图如图2所示。图中,在3450 cm⁻¹处均为OH⁻的

伸缩振动峰,在1650 cm⁻¹附近为H₂O的弯曲振动峰,400 cm⁻¹~800 cm⁻¹范围内是M-O和O-M-O(M=Mg, Al)的晶格振动带。MgAl-CO₃-LDHs¹(图2a)与MgAl-CO₃-LDHs²(图2b)在3070 cm⁻¹处均有一个肩峰,这是由H₂O

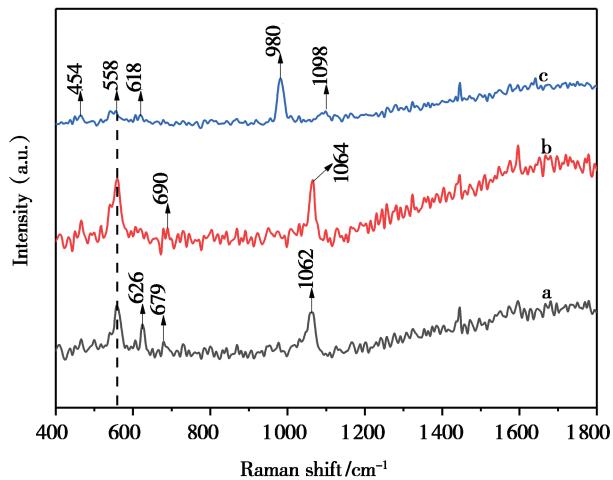


图3 (a) MgAl-CO₃-LDHs¹, (b) MgAl-CO₃-LDHs², (c) MgAl-SO₄-LDHs的拉曼散射光谱图

Fig. 3 Raman shift spectra of (a) MgAl-CO₃-LDHs¹, (b) MgAl-CO₃-LDHs², (c) MgAl-SO₄-LDHs

与 CO_3^{2-} 之间的氢键作用产生的, 同时在 1355 cm^{-1} 处的吸收峰是由 CO_3^{2-} 的反对称伸缩振动所产生的^[14], 此外图谱中未检测到与 Cl^- 与 NO_3^- 的特征峰^[15-16], 说明在反应过程只有 CO_3^{2-} 进入了 LDHs 层间。 $\text{MgAl-SO}_4-\text{LDHs}$ (图 2c) 在 1107 cm^{-1} 与 613 cm^{-1} 处分别为 SO_4^{2-} 的反对称伸缩振动峰与反对称弯曲振动峰^[17], 同时未检测到 CO_3^{2-} 的吸收峰, 说明产物中没有 CO_3^{2-} , 即得到的产品为纯 $\text{MgAl-SO}_4-\text{LDHs}$ 。

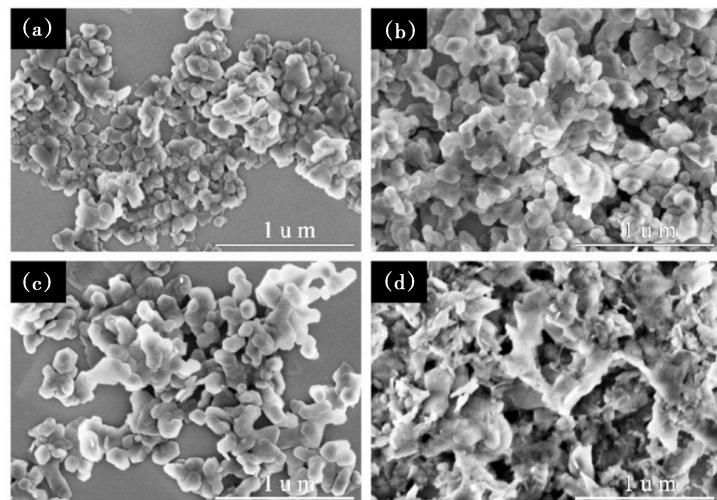
2.3 样品拉曼分析

为进一步考察合成样品的结构, 对 $\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^1$, $\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^2$ 与 $\text{MgAl-SO}_4-\text{LDHs}$ 进行拉曼光谱测试, 结果如图 3 所示。3 个样品在 558 cm^{-1} 处均为 Mg-OH 与 Al-OH 所产生的振动峰。 $\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^1$ (图 3a) 与 $\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^2$ (图 3b) 分别在

1062 cm^{-1} 处和 1064 cm^{-1} 处可以观察到强烈的振动峰, 结合红外分析可推断这是由于 CO_3^{2-} 的对称伸缩振动所产生的, 在 679 cm^{-1} 和 690 cm^{-1} 处可以观察 CO_3^{2-} 的反对称伸缩振动峰^[18], 且谱图中没有检测到 Cl^- 与 NO_3^- 的特征峰^[17], 说明反应得到了纯 CO_3^{2-} 插层的 MgAl-LDHs 。 $\text{MgAl-SO}_4-\text{LDHs}$ (图 3c) 在 980 cm^{-1} 处可以观察到一个很强的 SO_4^{2-} 对称伸缩振动峰, 在 454 cm^{-1} 和 618 cm^{-1} 处能分别为 SO_4^{2-} 的对称弯曲振动和反对称弯曲振动峰, 同时在 1098 cm^{-1} 能观察到一处宽峰, 这是 SO_4^{2-} 的反对称伸缩振动所产生的^[19], 同时没有发现 CO_3^{2-} 的特征峰, 进一步说明产物 $\text{MgAl-SO}_4-\text{LDHs}$ 中没有 CO_3^{2-} 存在。

2.4 样品 SEM 分析

副产 Mg(OH)_2 及 3 种 MgAl-LDHs 的形貌表征结果如图 4 所示。副产 Mg(OH)_2 为片状结



(a) Mg(OH)_2 , (b) $\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^1$, (c) $\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^2$, (d) $\text{MgAl-SO}_4-\text{LDHs}$

图 4 副产 Mg(OH)_2 及不同 MgAl-LDHs 的扫描电镜图:

Fig. 4 The SEM images

构, 其粒径约为 $0.14\text{ }\mu\text{m}$ 。产物 $\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^1$, (c) $\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^2$ 也均为片状结构, 平均粒径分别为 $0.15\text{ }\mu\text{m}$, $0.16\text{ }\mu\text{m}$, 由于 LDHs 主体层板内的相互作用力大于层板与层间阴离子的相互作用力, 样品沿横向生长。而 $\text{MgAl-SO}_4-\text{LDHs}$ 呈现出无规则碎片状形貌, 这可能是由于 SO_4^{2-} 的离子半径较大, 同时所带电荷量较高所导致的。

2.5 TG-DTG 分析

$\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^1$, $\text{MgAl-CO}_3-\text{LDHs}^2$, $\text{MgAl-SO}_4-\text{LDHs}$ 的热重及微分热重曲线如图 5 所示。样品的热分解过程分为 3 个阶段: 第 1 失重阶段主要在 230°C 之前, 3 种 MgAl-LDHs 的失重率分别为 11.23% , 12.97% , 11.48% , 这是由于 LDHs 层间 H_2O 和结晶 H_2O 的脱除, 此时材料

仍保持 LDHs 的层状结构; 第 2 失重阶段主要在 230 ℃ ~ 530 ℃ 之间, 3 种 LDHs 失重率分别为

27.11% , 28.69% , 22.56% , 这是由于层板羟基以及层间阴离子的脱除, 此时 LDHs 的层状结构被

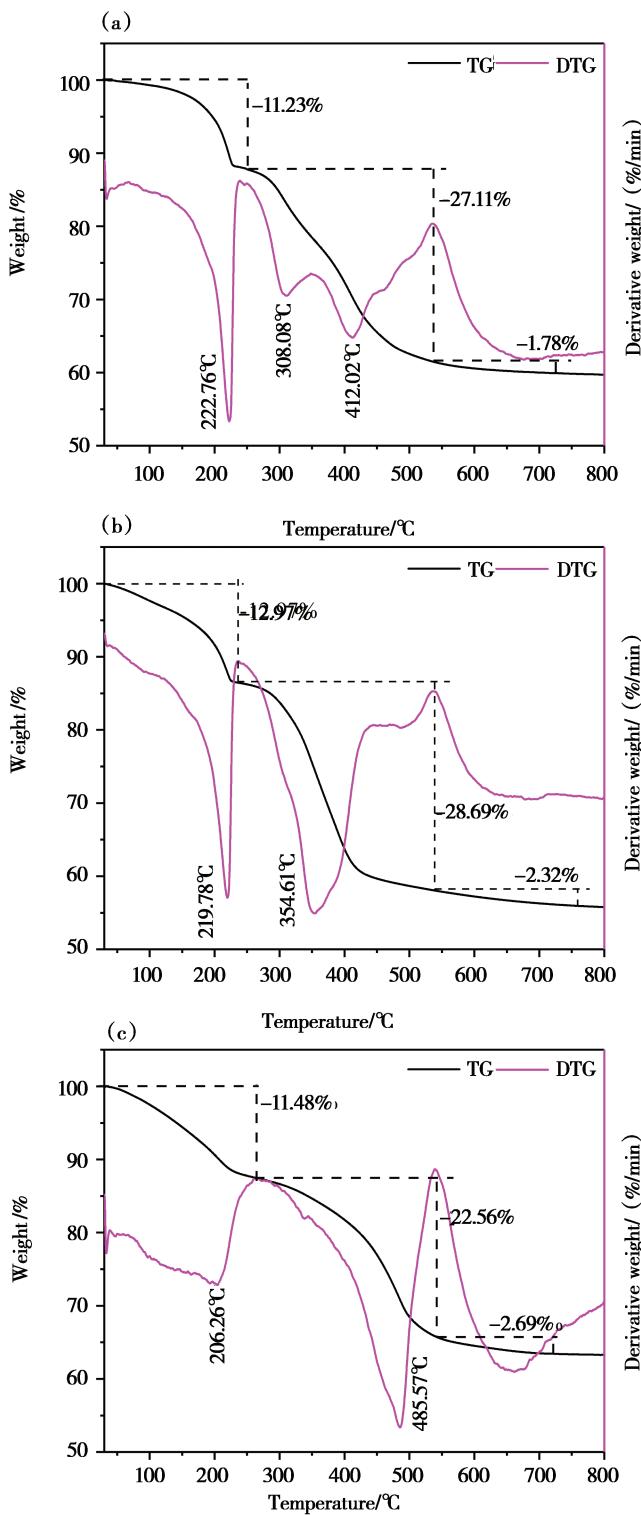


图 5 (a) $\text{MgAl}-\text{CO}_3$ -LDHs¹, (b) $\text{MgAl}-\text{CO}_3$ -LDHs², (c) $\text{MgAl}-\text{SO}_4$ -LDHs 热重及差热分析曲线

Fig. 5 The TG - DTG curves

破坏; 第 3 失重阶段主要在 530 ℃之后, 3 种 LDHs 在此阶段的失重率分比为 1.78%, 2.32%, 2.69%, 主要是由于层板金属氢氧化物向金属氧化物的转化。

表 3 不同铝源所制备水滑石的镁铝比及相应分子式

Table 3 The magnesium – aluminum ratio and the corresponding molecular formula of hydrotalcite prepared from different aluminum sources

样品	镁铝比 ^a	分子式 ^b
MgAl – CO ₃ – LDHs ¹	1.90:1	[Mg _{0.66} Al _{0.34} (OH) ₂](CO ₃) _{0.17} · 0.49H ₂ O
MgAl – CO ₃ – LDHs ²	2.18:11	[Mg _{0.69} Al _{0.31} (OH) ₂](CO ₃) _{0.16} · 0.57H ₂ O
MgAl – SO ₄ – LDHs	2.60:11	[Mg _{0.72} Al _{0.28} (OH) ₂](SO ₄) _{0.14} · 0.52H ₂ O

^a 镁铝比由 ICP 测得; ^b 水分子由 TG – DTG 测得

由分子式可知, 原料副产 Mg(OH)₂ 中的 Mg²⁺ 并未全部进入到层板之间, 其余的 Mg²⁺ 以镁盐形式存在, 反应结束后的母液可进行回收生产其他镁产品。

2.6 MgAl – LDHs 制备过程中锂的测定

对 MgAl – CO₃ – LDHs¹、MgAl – CO₃ – LDHs²

表 4 不同 MgAl – LDHs 与上清液中 Li⁺ 含量

Table 4 The content of Li⁺ in supernatant prepared from different aluminum sources

样品	MgAl – CO ₃ – LDHs ¹	MgAl – CO ₃ – LDH ²	MgAl – SO ₄ – LDHs
上清液 Li ⁺ 浓度/(mg · L ⁻¹)	96.43	98.81	94.24
Li 回收率/%	90.20	92.43	88.15

从盐湖提锂副产 Mg(OH)₂ 的组分分析中可知其中 Li⁺ 含量为 2.26%。通过 ICP 测得反应结束后上清液中 Li⁺ 浓度约为 482.47 mg · L⁻¹。经过计算可知约 90% 的 Li⁺ 从副产 Mg(OH)₂ 中溶解进入到了液相, 进入液相的 Li⁺ 可进一步进行回收。

3 结 论

本研究以盐湖提锂副产 Mg(OH)₂ 镁渣为原料, 成功制备了以 CO₃²⁻ 和 SO₄²⁻ 插层的 MgAl – LDHs。本工艺仅使用 Mg(OH)₂ 和可溶性铝盐作为原料, 在反应中不需要加入其他碱作为沉淀剂, 不生成碱盐或铵盐等副产品, 仅需少量水洗涤即可, 是一种绿色可控的合成工艺。同时在反应过程中, 约 90% 的 Li⁺ 在反应结束后由副产

进一步通过 ICP 对 3 种 MgAl – LDHs 样品的镁铝比进行了分析, 结合热重分析得出相应的分子式如表 3 所示。

和 MgAl – SO₄ – LDHs * 反应结束后的上清液以 8000 r · min⁻¹ 的转速进行离心分离后, 回收上清液体积约为 146 mL, 并分别取 3 种反应结束后的上清液 2 mL, 然后用高纯水稀释至 10 mL。对溶液中 Li⁺ 浓度进行测试, 所得结果如表 4 所示。

参考文献:

- Vaccari A. Clays and Catalysis: A Promising Future [J]. Applied Clay Science, 1999, 14(4): 161 – 198.
- 冯光峰, 陈永辉, 徐世前. 水滑石基阻燃聚丙烯材料性能研究[J]. 塑料助剂, 2019(3): 38 – 41.
- 沈显荣, 孟跃, 夏盛杰. 水滑石负载 AuCu 合金催化水煤气变换反应: 催化性能与结构组成[J]. 无机化学学报, 2019, 35(7): 1239 – 1247.
- Zhang Y, Yang J, Fan F, et al. Effect of Divalent Metals on the UV – Shielding Properties of M^{II}/MgAl Layered Double Hydroxides[J]. ACS Omega, 2019, 4(6): 10151 – 10159.
- 李岩. 纳米水滑石作为医药载体与 Hela 细胞作用后生物效应的探究[D]. 华中师范大学, 2008.

- [6] Li M, Cai Z, Yang Y, et al. Preparation and characterization of Sb-doped SnO₂ (ATO) nanoparticles with NIR shielding by an oxidation coprecipitation hydrothermal method [J]. Journal of Dispersion Science and Technology, 2019, 1-9.
- [7] Crepaldi E, Pavan P, Valim J. Anion exchange in layered double hydroxides by surfactant salt formation [J]. Journal of Materials Chemistry, 2000, 10(6): 1337-1343.
- [8] Benito P, Guinea I, Labajos F, et al. Microwave-hydrothermal-ly aged Zn, Al hydrotalcite-like compounds: Influence of the composition and the irradiation conditions [J]. Microporous and Mesoporous Materials, 2008, 110(2-3): 292-302.
- [9] Carlino S, Hudson M, Husain S, et al. The reaction of molten phenylphosphonic acid with a layered double hydroxide and its calcined oxide [J]. Solid State Ionics, Diffusion & Reactions, 1996, 84(1-2): 117-129.
- [10] Xu X, Li D, Song J, et al. Synthesis of Mg-Al-carbonate layered double hydroxide by an atom-economic reaction [J]. Particulology, 2010, 8(3), 198-201.
- [11] 李博. 阴离子型层状材料水滑石的制备与晶体形貌控制研究[D]. 北京化工大学, 2008.
- [12] Ogawa M, Kaiho H. Homogeneous Precipitation of Uniform Hydrotalcite Particles [J]. Langmuir, 2002, 18(11): 4240-4242.
- [13] Hussein M, Hwa T. Synthesis and Properties of Layered Organic-inorganic Hybrid Material: Zn-Al Layered Double Hydroxide-diethyl Sulfoxide Nanocomposite [J]. Journal of Nanoparticle Research, 2013, 2(3): 293-298.
- [14] Yang W, Kim Y, Paul K, et al. A study by in situ techniques of the thermal evolution of the structure of a Mg-Al-CO₃ layered double hydroxide [J]. Chemical Engineering Science, 2002, 57(15): 2945-2953.
- [15] Abbasian M. Exfoliated poly(styrene-co-methylstyrene)-grafted-polyaniline-layered double hydroxide nanocomposite synthesized by solvent blending method [J]. Journal of Applied Polymer Science, 2011, 122(4): 2573-2582.
- [16] 郭亚平, 吕君英, 龚凡. 氧化吸附法合成硝酸根型铜铁铝类水滑石[J]. 材料科学与工艺, 2008, 16(06): 821-825.
- [17] Ross S D. Inorganic infrared and Raman spectra [M]. 1972: 140.
- [18] 段雪, 张法智. 插层组装与功能材料 [M]. 化学工业出版社, 2007: 125-128.
- [19] Kloprogge J, Wharton W, Hickey L, et al. Infrared and Raman study of interlayer anions CO₃²⁻, NO₃⁻, SO₄²⁻ and ClO₄⁻ in Mg/Al-hydrotalcite [J]. American Mineralogist, 2015, 87(3): 623-629.

Green Route of MgAl Layered Double Hydroxides Using By-product of Magnesium Hydroxide Produced by Lithium Extraction from Salt Lakes

YANG Jia-qing^{1,2,3}, FAN Fa-ying^{1,2}, ZHU Chao-liang^{1,2}, SHI Yi-fei^{1,2}, FAN Jie^{1,2}, DENG Xiao-chuan^{1,2}

(1. Key Laboratory of Comprehensive and Highly Efficient Utilization of Salt Lake Resources, Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining, 810008, China;

2. Qinghai Engineering and Technology Research Center of Comprehensive Utilization of Salt Lake Resources, Xining, 810008, China; 3. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing, 100049, China)

Abstract: The salt lake resources are rich in Qinghai. In the process of lithium extracting, a large amount of by-products of Mg(OH)₂ containing lithium produced. However, limited by cost and technology, most Mg(OH)₂ was abandoned directly. In this study, the by-product Mg(OH)₂ is used as raw material and hydrothermal synthesis method is employed to prepare MgAl-LDHs. The structure and morphology of the MgAl-LDHs were characterized by XRD, FT-IR, Raman and TG-DTG. This process only uses Mg(OH)₂ and soluble aluminum salts as raw materials, and it's not necessary to add alkali as a precipitating agent. In addition, there are few by-products produced and only a small amount of water needed to wash the product. Meanwhile, about 90% Li⁺ in by-product Mg(OH)₂ entered the liquid phase after the reaction, which could be further recycled. This process finally realized the goal of waste recycling and efficient utilization of salt lakes resources.

Key words: Layered double hydroxides; Hydrothermal method; Magnesium hydroxide