



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103305862 B

(45) 授权公告日 2015. 09. 16

(21) 申请号 201210065324. 4

(22) 申请日 2012. 03. 13

(73) 专利权人 温州大学

地址 325035 浙江省温州市茶山高教园区

(72) 发明人 张伟明 陈庆

(74) 专利代理机构 上海市华诚律师事务所

31210

代理人 徐申民

(51) Int. Cl.

C25B 1/26(2006. 01)

C25B 9/18(2006. 01)

审查员 肖颖

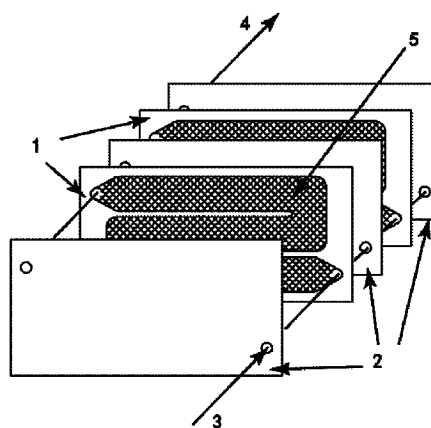
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置及其制造方法

(57) 摘要

本发明提供一种高碱化度聚合氯化铝特别是 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置, 其包括形成闭环并依次相连的反应容器、泵、电解池堆、流量指示器等, 电解池堆由一块塑料隔板和与其两面相邻的两块惰性电极夹紧组成的电解池组构成, 塑料隔板和惰性电极均设置一个原料液进口和一个产品及半成品液出口, 该进口和出口之间由设置了湍流促进格网的流道相连。本发明还提供一种采用该生产装置的高碱化度聚合氯化铝特别是 Al_{13} 氯化物的制造方法。本发明大大减小电极间间距和电解过程中的极化, 使电解过程中的电压损耗减小, 能耗降低; 消除了电解过程氢氧化铝等胶体颗粒的形成, 可以直接生产极高纯度和碱化度的聚合氯化铝甚至是纯净的 Al_{13} 氯化物。



1. 一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置, 其特征在于, 包括形成闭环并依次相连的反应容器 (6)、泵 (14)、电解池堆 (12) 和流量指示器 (13), 在反应容器 (6) 内设置有搅拌装置 (7) 和 pH 及温度复合探头 (8), 反应容器 (6) 上方还与气体吸收器 (9) 相连, 控制器 (11) 与 pH 及温度复合探头 (8) 相连, 直流电源 (10) 通过控制器 (11) 与电解池堆 (12) 连接, 电解池堆 (12) 由不少于 1 组电解池组组成, 其中, 每组电解池组由一块塑料隔板 (1) 和与其两面相邻的两块惰性电极 (2) 夹紧组成, 塑料隔板 (1) 和惰性电极 (2) 均设置一个原料液进口 (3) 和一个产品及半成品液出口 (4), 塑料隔板 (1) 上的原料液进口 (3) 和产品及半成品液出口 (4) 之间由流道 (5) 相连, 流道 (5) 中设置了湍流促进格网。

2. 根据权利要求 1 所述的一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置, 其特征在于, 流道 (5) 的厚度为 0.3-5.0mm。

3. 根据权利要求 1 所述的一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置, 其特征在于, 惰性电极 (2) 采用石墨电极或带有贵金属或贵金属氧化物涂层的金属电极。

4. 根据权利要求 1 所述的一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置, 其特征在于, 惰性电极 (2) 采用带有选自 Ru、Ir 及 Ta 的单种或复合氧化物涂层的金属钛电极。

5. 根据权利要求 1 所述的一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置, 其特征在于, 惰性电极 (2) 采用带 RuO_2 - IrO_2 涂层的金属钛电极。

6. 根据权利要求 1 所述的一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置, 其特征在于, 塑料隔板 (1) 采用聚四氟乙烯、聚氯乙烯、聚乙烯、聚丙烯、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯或乙烯-醋酸乙烯共聚物之中的一种或几种。

7. 一种采用根据权利要求 1 所述的高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置制造高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的方法, 其特征在于, 包括以下步骤:

(1) 在反应容器 (6) 中注入 $AlCl_3$ 或含有 HCl 杂质的 $AlCl_3$ 溶液;

(2) 通过泵 (14) 抽出步骤(1)所得的溶液, 注入到电解池堆 (12);

(3) 通过直流电源 (10) 和控制器 (11) 对电解池堆 (12) 施加直流电场, 其中施加的直流电场极性进行定期切换, 倒极频率大于 0Hz, 小于或等于 5.0Hz;

(4) 步骤(3)所得的溶液回到反应容器 (6) 进行气液分离。

8. 根据权利要求 7 所述的制造高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的方法, 其特征在于, 电解时电流密度为 5-500mA/cm²。

9. 根据权利要求 7 所述的制造高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的方法, 其特征在于, 流道中电解液流速为 0.5-100cm/s。

高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置及其 制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种聚合氯化铝的生产装置及其制造方法,具体涉及一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置及其制造方法。

背景技术

[0002] 部分中和的氯化铝也被称为聚合氯化铝 (Polyaluminum Chloride, 简称 PAC), 可由分子式 $Al_m(OH)_nCl_{3m-n}$ 表示, 其中 $m \geq 1, 0 < n \leq 3m$ 。其碱化度可用 $n/3m$ 来表示。目前已知最高碱化度的聚合氯化铝产品为氯化羟铝 (Aluminum Chlorohydrate, 简称 ACH, 碱化度 83%), 其表观分子式可表示为 $Al_2(OH)_5Cl \cdot 2H_2O$ 。

[0003] PAC 具有广泛的工业应用价值, 其价格往往与其碱化度和纯度密切相关。PAC 可作为高效絮凝剂应用于水处理工业, 除去水中的悬浮态及胶体态杂质; 可作为除汗剂和去味剂应用于化妆品工业; 还可作为催化剂使用。大量研究工作表明, PAC 中有效组分为 Keggin 结构的 Al_{13} 多聚阳离子, 结构式为 $[AlO_4Al_{12}(OH)_{24}(H_2O)_{12}]^{7+}$ 。PAC 中 Al_{13} 含量越高, 所含杂质越少, 其价值也就越高。

[0004] 目前高品质 PAC 的制备方法大致可分为如下几类。第一是铝盐加碱法, 即向氯化铝等铝盐溶液中缓慢加入氢氧化钠等碱性物质得到 PAC。该方法比较简单, 碱化度容易控制, 但其缺点是铝离子和氢氧根容易形成浓度梯度, 造成产品中氢氧化铝胶体生成, 无法得到高 Al_{13} 含量的产品。同时, 此方法得到的产品中除了 Al_{13} 多聚阳离子及对应的阴离子产品之外, 还含有大量的惰性离子副产物如 NaCl 等, 这些副产物的存在会降低 PAC 的稳定性, 同时限制了产品的应用范围。第二类是金属铝氧化法, 该方法使用 HCl、 $AlCl_3$ 或低碱化度的 PAC 与金属铝反应从而得到高碱化度高纯度的 PAC。目前化妆品工业中常用的 ACH 通常利用此方法得到。此方法的不足之处在于成本过高, 首先金属铝属于高值化学原料, 另外此反应要求在较高温度和压力下进行, 且反应时间较长。第三类方法是电化学方法, 利用电解过程来制备。这类方法可使用金属铝电极, 其过程相当于电化学辅助的金属铝氧化法; 也可使用惰性电极, 利用钨钛、铂金或石墨电极电解 $AlCl_3$ 溶液, 由于 O_2 析出的超电势高于 Cl_2 , 直接得到 PAC 及副产物 H_2 、 Cl_2 。相对而言, 使用惰性电极电解时生产设备无易损部件, 设备运行成本较低, 是一种具有工业前景的制备方法。但从目前的工艺水平来看, 惰性电极电解法存在如下致命缺陷。首先, 为了防止电极之间接触短路, 相邻电极之间的距离一般为 10-40mm, 这就造成电极之间电解质溶液的电阻较大, 能耗较高。另外, 由于电极表面传质不充分, 电极电解过程中其表面存在大量的电化学生极化, 造成电解过程中氢氧化铝生成, 使 Al_{13} 含量下降。

发明内容

[0005] 本发明目的在于提供一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置及其制造方法, 用于解决目前惰性电极电解法能耗高及产品中 Al_{13} 含量不高的问题。本发

明的方法是在一特殊设计的电解池堆中电解 $AlCl_3$ 溶液,从而直接得到高碱化度聚合氯化铝甚至是 Al_{13} 氯化物及副产物 H_2 、 Cl_2 。

[0006] 本发明提出一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置,包括形成闭环并依次相连的反应容器 6、泵 14、电解池堆 12、流量指示器 13,在反应容器 6 内设置有搅拌装置 7 和 pH 及温度复合探头 8,反应容器 6 上方还与气体吸收器 9 相连,控制器 11 与 pH 及温度复合探头 8 相连,直流电源 10 通过控制器 11 与电解池堆 12 连接。电解池堆 12 由不少于 1 组电解池组并联或串联组成,其中,每组电解池组由一块塑料隔板 1 和与其两面相邻的两块惰性电极 2 夹紧组成,塑料隔板 1 和惰性电极 2 均设置一个原料液进口 3 和一个产品及半成品液出口 4,塑料隔板 1 上的原料液进口 3 和产品及半成品液出口 4 之间由流道 5 相连,流道 5 中设置了湍流促进格网。

[0007] 本发明中,流道 5 的厚度为 0.3–5.0mm。

[0008] 本发明中,惰性电极 2 采用石墨电极或带有贵金属或贵金属氧化物涂层的金属电极;优选为带有选自 Ru、Ir 及 Ta 的单种或复合氧化物涂层的金属钛电极;较佳的,惰性电极 2 采用带 RuO_2 – IrO_2 涂层的金属钛电极。

[0009] 本发明中,塑料隔板 1 采用聚四氟乙烯 (PTFE)、聚氯乙烯 (PVC)、聚乙烯 (PE)、聚丙烯 (PP)、丙烯腈–丁二烯–苯乙烯 (ABS) 或乙烯–醋酸乙烯共聚物 (EVA) 等材质,优选为工作温度范围宽的 PTFE 材质。

[0010] 本发明的另一内容为采用高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置制造高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的方法,包括以下步骤:

[0011] (1) 在反应容器 6 中注入 $AlCl_3$ 溶液或含有 HCl 杂质的 $AlCl_3$ 溶液;

[0012] (2) 通过泵 14 抽出步骤 (1) 所得的溶液,注入到电解池堆 12,可以通过泵 14 控制流道 5 中电解液流动的线速度;

[0013] (3) 通过直流电源 10 和控制器 11 对电解池堆 12 施加直流电场,使电解反应得以发生;

[0014] (4) 步骤 (3) 所得的溶液回到反应容器 6 进行气液分离;

[0015] 本发明中,步骤 (3) 中施加的直流电场极性进行定期切换,倒极频率大于 0Hz,小于或等于 5.0Hz。

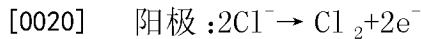
[0016] 本发明中,电解时电流密度为 5–500mA/cm²。

[0017] 本发明中,流道中电解液流速为 0.5–100cm/s。

[0018] 本发明的高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置的工作原理是,电解池堆采用夹紧式设计,电解液经由池堆入口进入池内部,经由原料液进口分配至各塑料隔板上流道的一端。电解液在压力驱动下沿隔板中特殊设计的流道流动,并将此流道充满。流道中设置的湍流促进格网使电解液在流动过程中不断形成湍流加速混合减少极化的发生。此设计中塑料隔板有效消除了相邻电极之间的短路风险,将电极之间的距离减小至 1mm 以下,可大大减小电解过程中的欧姆降。另外,流道中流体较高的线速度 (0.5–100cm/s) 及湍流促进格网大大减轻了电极表面的极化。每个塑料隔板及其两边相邻的电极就构成了一组电解池组,这些电解池组在液体流路及电气连接上可根据设计需求串并联任意配置,从而构成电解池堆。

[0019] 利用此装置生产高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的流程和原理为:首先在一反

反应器中注入一定量特定浓度的 $AlCl_3$ 溶液, 此溶液经泵抽出并以一定的流量注入到电解池堆, 池堆上加以直流电场, 如下电解反应在电解池中发生:



[0022] 电解反应的净过程相当于用 OH^- 离子替代 Cl^- 并同时产生副产物 H_2 、 Cl_2 , 生成的 OH^- 离子与原溶液中的 Al^{3+} 结合即可生成 Al_{13} 阳离子。反应后的溶液夹带着气体副产物回到反应器进行气液分离。为了消除阴极板上可能的 $Al(OH)_3$ 沉淀析出造成电极板结垢, 施加在电解池堆上的直流电场定期进行极性反转以消除此风险, 倒极的频率范围为 0.0-5.0Hz。控制电解反应进行的程度可精确控制最终产品的碱化度, 随着生成的 OH^- 离子的物质的量的增加, 反应物中越来越多的 Al^{3+} 被转化为 Al_{13} 阳离子, 当电解反应进行到某一特定程度时, 可使溶液中所有 Al^{3+} 转化为 Al_{13} 阳离子, 同时此时产品中的阴离子只存在 Cl^- , 得到纯净的 Al_{13} 氯化物的溶液。此电解反应合适的终点可根据 pH 复合探头 8 输出信号或通过电解池堆 12 的总电量来确定。

[0023] 本发明的有益效果在于: 首先, 特殊设计的电解池堆中电极间距非常小, 为 0.3-5.0mm, 明显小于目前常规电解池中的电极间距 10-40mm, 这就大大减小了电解池的电阻, 使电解过程中溶液的欧姆降大大减小, 节约了能耗。第二, 使用带有湍流促进格网的流道使电解液在流动过程中产生剧烈湍流, 大大减小了电极表面极化层的厚度, 减少了极化的程度。常规电解池中电极间距较大, 并且电极表面液体对流基本为层流, 极化较大。为了保持一定的电流密度, 往往需要较高的电解电压, 其常见范围在 6-18V。而本发明中由于电极间距大大减小, 同时电极表面产生剧烈湍流, 使电解电压大大减小至 2.5-3.0V, 已经接近其理论分解电压 2.21V, 生产能耗节约 50% 以上。另外, 更为重要的是, 极化的减少使电解液中 pH 梯度变化减少, 减少了 $Al(OH)_3$ 胶体生成的机会, 大大增加了产品中 Al_{13} 阳离子的含量。一般电解方法所得产品中 Al_{13} 含量在 90% 以下, 纯净的 Al_{13} 氯化物是无法直接获得的。而本发明中由于电解液 pH 梯度变化减小, 可得到 Al_{13} 含量高达 99.8%, Cl^- 含量高达 96.5% 的纯净 Al_{13} 氯化物, 无须纯化。第三, 本发明的工艺简单、稳定, 设备占地小, 可小型化直接用于 PAC 的现场生产及投加; 第四, 本发明采用的原料 $AlCl_3$ 溶液中可以含有少量的杂质如 HCl 等, 不影响生产过程及产品品质; 第五, 制备过程易于控制, 可制备不同浓度不同碱化度的产品。

附图说明

[0024] 图 1 为本发明中电解池堆的结构示意图。

[0025] 图 2 为本发明的高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置结构示意图。

[0026] 图 3 为实施例 1-3 中 PAC 产品的 ^{27}Al NMR 谱图。

[0027] 图中标号: 1 为塑料隔板, 2 为惰性电极, 3 为原料液进口, 4 为产品及半成品液出口, 5 为流道, 6 为反应容器, 7 为搅拌装置, 8 为 pH 及温度复合探头, 9 为气体吸收器, 10 为直流电源, 11 为控制器, 12 为电解池堆, 13 为流量指示器, 14 为泵。

具体实施方式

[0028] 下面结合附图和实施例对本发明进一步说明。

[0029] 实施例 1：

[0030] 如附图 1-2 所示,本发明的一种高碱化度聚合氯化铝及 Al_{13} 氯化物的电化学生产装置,包括形成闭环并依次相连的反应容器 6、泵 14、电解池堆 12、流量指示器 13,在反应容器 6 内设置有搅拌装置 7 和 pH 及温度复合探头 8,反应容器 6 上方还与气体吸收器 9 相连,控制器 11 与 pH 及温度复合探头 8 相连,直流电源 10 通过控制器 11 分别与电解池堆 12 连接,电解池堆 12 由不少于 1 组电解池组并联或串联组成,其中,每组电解池组由一块塑料隔板 1 和 与其两面相邻的两块惰性电极 2 夹紧组成,塑料隔板 1 和惰性电极 2 均设置一个原料液进口 3 和一个产品及半成品液出口 4,塑料隔板 1 上的原料液进口 3 和产品及半成品液出口 4 之间由流道 5 相连,流道 5 中设置了湍流促进格网。

[0031] 电解池堆 12 中,惰性电极 2 采用带 RuO_2-IrO_2 涂层的金属钛电极,厚度 0.4mm;塑料隔板 1 采用 PTFE 材质,厚度 0.6mm,带湍流促进格网的流道 5 有效面积为 $140cm^2$;电解池堆中共含有惰性电极 12 片,塑料隔板 11 片,组成 11 组电解池组;这些电解池采用水路连接并联,电气连接串联的方式安装。

[0032] 如附图 2 所示,起始原料液为 0.25mol/L 的 $AlCl_3$ 溶液,体积 2L,原料液温度为 $25^\circ C$;采用隔膜泵控制流量使流道中电解液线速度为 8cm/s;电解总电压设置为 28V,此时对应的电解电流密度为 $20mA/cm^2$;直流电源极性反转时间设置为 120 秒反转一次(即反转频率为 $1/120Hz$);电解时控制流经电解池堆的电量为 2.0mol 电子电量,即得到总铝浓度为 0.25mol/L 的 PAC 产品溶液 1。

[0033] 所得 PAC 产品溶液 1 经 Ferron 比色分析得到,其溶解态总铝浓度仍为 0.25mol/L;经 ^{27}Al NMR 表征得知溶解态铝中六配位的单体铝离子与 Keggin 结构的 Al_{13} 离子比例为 27.8% : 72.2%;经离子色谱分析知产品中阴离子主要为 Cl^- (0.269mol/L) 和少量 ClO_3^- 离子 ($1.4 \times 10^{-3} mol/L$),碱化度为 64.9%。

[0034] 实施例 2：

[0035] 塑料隔板使用 0.6mm 厚 EVA 材质隔板,电解总电量为 3.0mol 电子电量,其它装置及反应条件与实施例 1 相同,此时得到总铝浓度为 0.25mol/L 的 PAC 产品溶液 2。

[0036] 所得 PAC 产品溶液 2 经 Ferron 比色分析得到,其溶解态总铝浓度仍为 0.25mol/L;经 ^{27}Al NMR 表征得知溶解态铝中六配位的单体铝离子与 Keggin 结构的 Al_{13} 离子比例为 0.8% : 99.2%;经离子色谱分析知产品中阴离子主要为 Cl^- (0.154mol/L) 和少量 ClO_3^- 离子 ($5.3 \times 10^{-3} mol/L$),碱化度为 78.4%。

[0037] 实施例 3：

[0038] 塑料隔板使用 0.6mm 厚 ABS 材质隔板,电解总电量为 4.0mol 电子电量,其它装置及反应条件与实施例 1 相同,此时得到总铝浓度为 0.25mol/L 的 PAC 产品溶液 3。

[0039] 所得 PAC 产品溶液 3 经 Ferron 比色分析得到,其溶解态总铝浓度仍为 0.25mol/L;经 ^{27}Al NMR 表征得知溶解态铝中六配位的单体铝离子与 Keggin 结构的 Al_{13} 离子比例为 0.2% : 99.8%;经离子色谱分析知产品中阴离子主要为 Cl^- (0.124mol/L) 和少量 ClO_3^- 离子 ($1.62 \times 10^{-2} mol/L$),碱化度为 81.8%。

[0040] 实施例 4：

[0041] 惰性电极使用石墨片电极,厚度 2mm,塑料隔板使用 PVC 材质,厚度 5.0mm。由 6 片

电极和 5 片塑料隔板组成 5 组电解池组,装置其他条件与实施例 1 相同。

[0042] 起始原料液为 0.15mol/L 的 AlCl_3 溶液,体积 2L,原料液温度为 35℃;采用隔膜泵控制流量使流道中电解液线速度为 0.5cm/s;电解总电压设置为 10V,此时对应的电解电流密度为 5mA/cm²;直流电源极性反转时间设置为 600 秒反转一次(即反转频率为 1/600Hz);控制电解总电量为 1.85mol 电子电量即得到总铝浓度为 0.15mol/L 的 PAC 产品溶液 4。

[0043] 所得 PAC 产品溶 4 液经 Ferron 比色分析得到,其溶解态总铝浓度仍为 0.15mol/L;经 ²⁷AlNMR 表征得知溶解态铝中六配位的单体铝离子与 Keggin 结构的 Al_{13} 离子比例为 1% : 99%;经离子色谱分析知产品中阴离子主要为 Cl^- (0.087mol/L) 和少量 ClO_3^- 离子 (0.003mol/L),碱化度为 80%。

[0044] 实施例 5 :

[0045] 惰性电极使用镀铂钛电极,厚度 0.5mm,塑料隔板使用 PE 材质,厚度 2.0mm。由 11 片电极和 10 片塑料隔板组成 10 组电解池组,装置其他条件与实施例 1 相同。

[0046] 起始原料液为 0.5mol/L 的 AlCl_3 溶液,体积 2L,原料液温度为 5℃;采用隔膜泵控制流量使流道中电解液线速度为 1cm/s;电解总电压设置为 27V,此时对应的电解电流密度为 10mA/cm²;直流电源极性反转时间设置为 30 秒反转一次(即反转频率为 1/30Hz);控制电解总电量为 6.3mol 电子电量即得到总铝浓度为 0.5mol/L 的 PAC 产品溶液 5。

[0047] 所得 PAC 产品溶 5 液经 Ferron 比色分析得到,其溶解态总铝浓度仍为 0.5mol/L;经 ²⁷AlNMR 表征得知溶解态铝中六配位的单体铝离子与 Keggin 结构的 Al_{13} 比例为 1.3% : 98.7%;经离子色谱分析知产品中阴离子主要为 Cl^- (0.284mol/L) 和少量 ClO_3^- 离子 (0.01mol/L),碱化度为 80.3%。

[0048] 实施例 6 :

[0049] 惰性电极使用镀铂铌板电极,厚度 0.5mm,塑料隔板使用 PP 材质,厚度 1.0mm。由 6 片电极和 5 片塑料隔板组成 5 组电解池组,装置其他条件与实施例 1 相同。

[0050] 起始原料液为 1mol/L 的 AlCl_3 溶液,体积 1L,原料液温度为 45℃;采用隔膜泵控制流量使流道中电解液线速度为 100cm/s;电解总电压设置为 21V,此时对应的电解电流密度为 200mA/cm²;直流电源极性反转时间设置为 5 秒反转一次(即反转频率为 1/5Hz);控制电解总电量为 7.0mol 电子电量即得到总铝浓度为 1mol/L 的 PAC 产品溶液 6。

[0051] 所得 PAC 产品溶 6 液经 Ferron 比色分析得到,其溶解态总铝浓度为 0.98mol/L;经 ²⁷AlNMR 表征得知溶解态铝中六配位的单体铝离子与 Keggin 结构的 Al_{13} 离子比例为 2% : 98%;经离子色谱分析知产品中阴离子主要为 Cl^- (0.56mol/L) 和少量 ClO_3^- 离子 (0.03mol/L),碱化度为 81%。

[0052] 实施例 7 :

[0053] 惰性电极使用镀铂钛电极,厚度 0.5mm,塑料隔板使用 PTFE 材质,厚度 0.5mm。由 11 片电极和 10 片塑料隔板组成 10 组电解池组,装置其他条件与实施例 1 相同。

[0054] 起始原料液为 2mol/L 的 AlCl_3 溶液,体积 0.5L,原料液温度为 55℃;采用隔膜泵控制流量使流道中电解液线速度为 50cm/s;电解总电压设置为 32V,此时对应的电解电流密度为 100mA/cm²;直流电源极性反转时间设置为 3 秒反转一次(即反转频率为 1/3Hz);控制电解总电量为 7.0mol 电子电量即得到总铝浓度为 2mol/L 的 PAC 产品溶液 7。

[0055] 所得 PAC 产品溶 7 液经 Ferron 比色分析得到,其溶解态总铝浓度为 1.93mol/L

L;经 ^{27}Al NMR 表征得知溶解态铝中六配位的单体铝离子与 Keggin 结构的 Al_{13} 离子比例为 2.4% : 97.6%;经离子色谱分析知产品中阴离子主要为 Cl^- (1.10mol/L) 和少量 ClO_3^- 离子 (0.08mol/L), 碱化度为 79.5%。

[0056] 实施例 8 :

[0057] 惰性电极使用镀铂铌板电极, 厚度 0.5mm, 塑料隔板使用 PVC 材质, 厚度 0.3mm。由 4 片电极和 5 片塑料隔板组成 4 组电解池组, 装置其他条件与实施例 1 相同。

[0058] 起始原料液为 2mol/L 的 AlCl_3 溶液, 体积 0.5L, 原料液温度为 55℃; 采用隔膜泵控制流量使流道中电解液线速度为 80cm/s; 电解总电压设置为 29V, 此时对应的电解电流密度为 500mA/cm²; 直流电源极性反转时间设置为 20 秒反转一次 (即反转频率为 1/20Hz); 控制 电解总电量为 7.0mol 电子电量即得到总铝浓度为 2mol/L 的 PAC 产品溶液 8。

[0059] 所得 PAC 产品溶 8 液经 Ferron 比色分析得到, 其溶解态总铝浓度为 1.90mol/L; 经 ^{27}Al NMR 表征得知溶解态铝中六配位的单体铝离子与 Keggin 结构的 Al_{13} 离子比例为 4% : 96%; 经离子色谱分析知产品中阴离子主要为 Cl^- (1.10mol/L) 和少量 ClO_3^- 离子 (0.12mol/L), 碱化度为 78%。

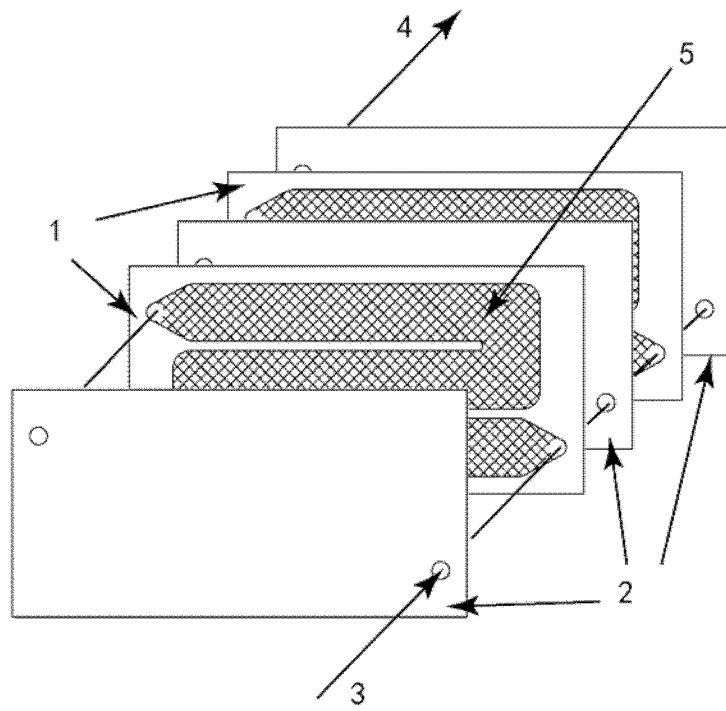


图 1

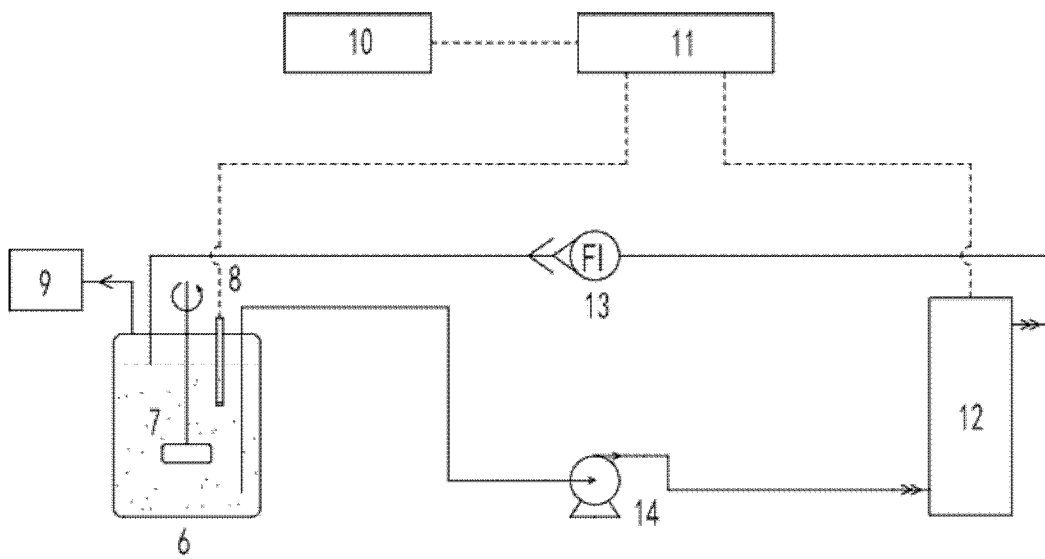


图 2

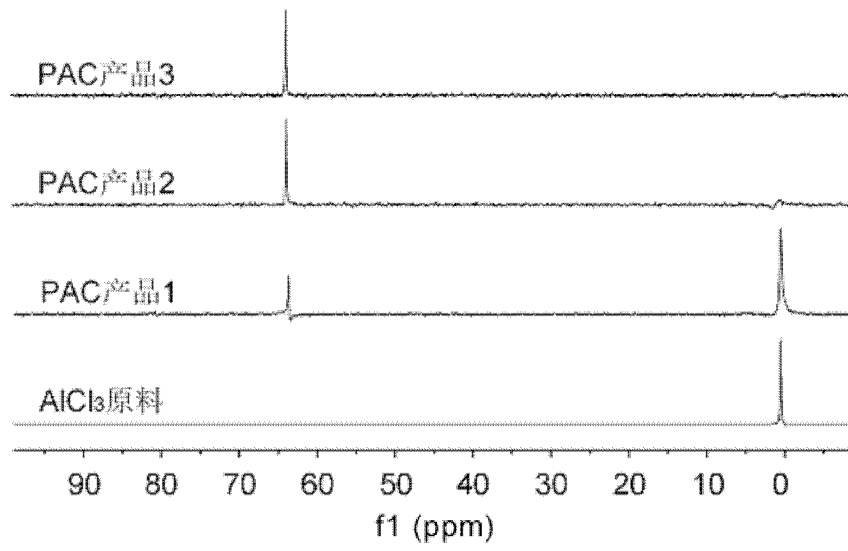


图 3