

酸浸处理对凹凸棒石黏土性能的影响

刘月^{1,2} 郑水林¹ 熊余¹ 高如琴¹ 文明¹

(1 中国矿业大学(北京)化学与环境工程学院,北京 100083; 2 中国地质大学(北京)矿物岩石材料开发应用国家专业实验室,北京 100083)

摘要 以江苏盱眙凹凸棒石黏土为原料,用酸浸法提纯凹凸棒石黏土,分析了提纯过程中工艺条件对凹凸棒石比表面面积的影响;用TEM对凹凸棒石黏土提纯前后的结构和形貌进行了表征。结果表明:当凹凸棒石酸浸的条件为:硫酸浓度60%,酸浸时间2.5h,酸浸温度80℃时,比表面面积提高到407m²/g,孔体积0.073cm³/g,平均孔径0.57nm;

关键词 凹凸棒石 酸浸 比表面面积

中图分类号: TD97 **文献标识码**: A **文章编号**: 1000-8098(2009)01-0058-02

Effect of Sulfuric Acid Treating on Properties of Attapulgite Clay

Liu Yue^{1,2} Zheng Shuilin¹ Xiong Yu¹ Gao Ruqin¹ Wen Ming¹

(1 School of Chemical and Environmental Engineering, China University of Mining & Technology, Beijing 100083; 2 National Laboratory of Mineral Materials, China University of Geosciences, Beijing 100083)

Abstract The attapulgite clay was purified by the method of acid leaching which from Xuyi Jiangsu. The effect of processing condition of purifying on specific surface area of attapulgite clay was analyzed. The result indicated that when the acid leaching condition were as follows: sulfuric concentration was 60%, the time of acid leaching was 2.5h, the temperature of acid leaching was 80℃, the specific surface area of attapulgite increased to 407m²/g, pore volume 0.073cm³/g, average diameter 0.57nm.

Key words attapulgite acid leaching specific surface area

凹凸棒石是一种具有特殊纤维状晶体结构形态的富镁铝硅酸盐矿物,其晶格结构目前普遍接受的是Christ的研究结果和Bradley提出的晶体结构模型,属于链层状硅酸盐,不连续的八面体形成很多孔道,孔道截面大约为0.38nm×0.63nm。凹凸棒石黏土特殊的矿物组成和晶体结构赋予其独特的理化特性,其中吸附性是比较重要的特性,但天然产出的凹凸棒石因产地不同,矿物组成和结晶程度不同,不能满足许多应用领域的使用要求,所以要对其进行适当的物理或化学处理^[1-3]。本实验采用酸浸法对产自江苏盱眙的样品进行提纯研究,分析了酸浸工艺对凹凸棒石比表面面积和孔性能的影响。

1 实验

1.1 原料 凹凸棒石:取自江苏省盱眙,比表面面积为205.4m²/g,主要化学成分为SiO₂、Al₂O₃、MgO、Fe₂O₃和有机质等, SiO₂含量为55.99%, Al₂O₃为11.76%, Fe₂O₃为7.38%。

1.2 实验方法 酸浸方法:称取一定量的凹凸棒石,150℃下烘干1h后,在干燥器内冷却至室温后装袋;按一定液固比在凹凸棒石粉体中分别加入不同浓度

的浓硫酸,在一定温度下搅拌反应一定时间,反应后将物料过滤、干燥。

1.3 表征 用ST-2000/ST-08A型比表面孔径仪测定样品比表面面积;用日本JEM-2100型透射电镜观察凹凸棒黏土的微观形貌;用NOVA4200e比表面及孔隙度分析仪测定样品的孔径分布、孔体积、平均孔径。

2 结果与讨论

2.1 比表面面积 比表面面积是凹凸棒石黏土理化性质研究中一个重要的参数,可以反映其吸附性能的优劣。凹凸棒石具有众多平行于棒晶方向排列的纳米级孔道,因而具有很大的内表面积;同时,由于其晶体颗粒细小,外表面积也很大,所以凹凸棒石具有很大比表面面积。

在酸浸过程中硫酸浓度、酸浸时间和温度是影响酸浸过程的主要因素,各影响因素单因素实验的比表面面积结果见表1、2、3。凹凸棒石经酸浸后比表面面积有了不同程度的提高,随着硫酸浓度的增加、酸浸时间的延长、酸浸温度的提高,酸浸样品的比表面面积在不断增大,但当硫酸浓度达到60%、酸浸2.5h、酸浸温度80℃以后,比表面面积的增加幅度不大,所以,本次单因素实验的优化后工艺条件确定为硫酸浓度60%,酸浸时间2.5h,酸浸温度80℃。

酸浸处理提高凹凸棒石比表面面积,主要是由于酸

收稿日期:2008-11-11

基金项目:中国地质大学(北京)矿物岩石材料开发应用国家专业实验室开放研究基金(519002310062)资助。

洗除掉了凹凸棒石原土内所含的杂质,又暴露出了一些新的微孔。

表1 硫酸浓度对凹凸棒石比表面积的影响

硫酸浓度 /%	40	50	60	70	80
比表面积 /(m ² /g)	282.4	345.2	393.4	404.7	407.8

表2 酸浸时间对凹凸棒石比表面积的影响

酸浸时间 /h	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
比表面积 /(m ² /g)	212.1	240.6	263.9	393.4	395.9

表3 酸浸温度对凹凸棒石比表面积的影响

酸浸温度 /℃	50	60	70	80	90
比表面积 /(m ² /g)	213.6	256.4	304.8	393.4	394.9

2.2 孔径和孔径分布 采用CO₂吸附法测定了凹凸棒石原土和酸浸后样品的孔径分布,见图1、图2。表4为样品的孔体积和平均孔径对比。分析可知,酸浸处理提高了凹凸棒石的孔体积和平均孔径,这是因为,酸浸去除了凹凸棒石原土孔道内部的有机和无机杂质,起到了疏通孔道的作用。根据Bradley^[4]建立的凹凸棒石的晶体结构模型可知,其孔道截面大约为0.38nm×0.63nm。本实验中凹凸棒石的平均孔径由0.35nm经酸浸后提高到0.57nm。这都与透射电镜中所得结果一致。

表4 酸浸前后凹凸棒石的孔体积和平均孔径对比

	孔体积 /(cm ³ /g)	平均孔径 /nm
天然凹凸棒土	0.044	0.35
酸浸凹凸棒土	0.073	0.57

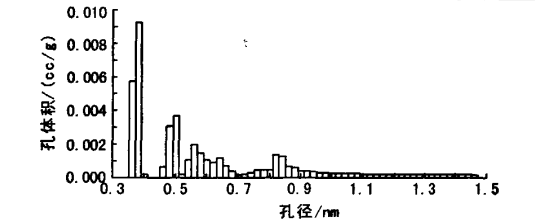


图1 凹凸棒石原土孔径分布

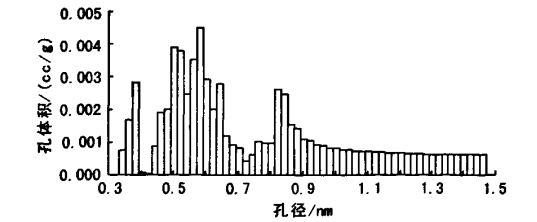


图2 酸浸后样品孔径分布

2.3 TEM 凹凸棒石黏土原土和酸浸后样品在透射电子显微镜下均表现出纤维状结构,见图3a和图4a,原土单纤维长度一般在200~1800nm,宽10~40nm。但单体与单体之间经常相互交生,形成团状、束状和网络状集合体形态,在图3b中,可看到原土存在有其

它形状的杂质;酸浸后样品仍为纤维状结构,但纤维长度缩短,为50~400nm,宽度基本不变,棒晶变短、变钝,凹凸棒石黏土棒晶间的连接物明显减少,表明酸化起到了消除矿物间黏结物的作用;在透射电子显微镜下,与原土相比,酸浸后样品表面可明显看出溶蚀痕迹,暴露出许多内部孔结构(图4b),在酸浸后样品高倍图像图4c中选区,再放大后为图4d,在图中可清楚地看到酸浸后样品表面因酸蚀而暴露出的凹凸棒石内部平行于棒晶方向排列的纳米级孔道结构。

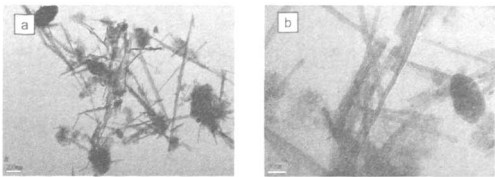


图3 凹凸棒石原土TEM

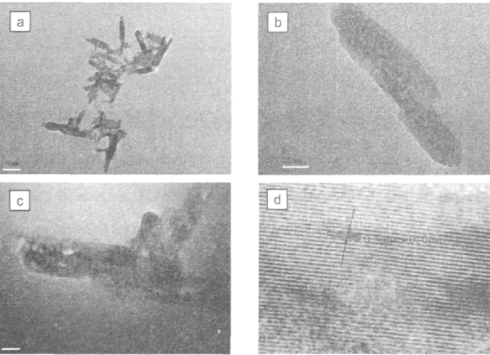


图4 酸浸后凹凸棒石TEM

3 结论

- 1. 以江苏盱眙凹凸棒石黏土原土为原料,用硫酸酸浸法提纯凹凸棒石,优化后酸浸工艺为硫酸浓度60%,酸浸时间2.5h,酸浸温度80℃,可将凹凸棒石黏土比表面积由原料的205m²/g提高到407m²/g;孔体积由0.044cm³/g提高到0.073cm³/g;平均孔径由0.35nm增大到0.57nm。
- 2. 经酸浸处理后凹凸棒石晶体纤维棒晶纤维长度变短,改善了原土的团聚现象。

参考文献:

[1] 郑茂松,王爱勤,詹庚申.凹凸棒石黏土应用研究[M].北京:化学工业出版社,2007:27,58-59.
[2] 陈天虎,彭书传,黄川徽,等.从苏皖凹凸棒石粘土制备纯凹凸棒石[J].硅酸盐学报,2004,32(8):965-969.
[3] 陈天虎,冯有亮,史晓丽.凹凸棒石与酸反应产物和结构演化的研究[J].硅酸盐学报,2003,31(10):959-964.
[4] Bradley W F. The structural scheme of attapulgite [J]. American Mineralogist, 1940, 25(6): 405-410.

