

凹凸棒石黏土矿除铁增白在合成分子筛上的应用

张磊¹ 王青宁^{1*} 田静² 张飞龙¹ 李澜¹

(1 兰州理工大学, 甘肃 兰州 730050; 2 天华化工机械及自动化研究设计院, 甘肃 兰州 730050)

摘要 凹凸棒石黏土矿因富含铁等元素限制它的应用。本实验利用超声波的热效应、搅拌作用和强烈振动作用,应用草酸-三氯化钛联合漂白的技术路线,对各地凹凸棒石黏土矿进行除铁漂白。实验结果表明,应用此方法除铁增白效果明显,经除铁增白后的凹凸棒石黏土矿反射率可达56.1%,白度可达71.1%。利用除铁增白后的凹凸棒石黏土矿进行分子筛的合成,并借助IR、XRD、SEM等手段进行表征,结果表明经除铁增白后的凹凸棒石黏土矿能合成出分子筛。

关键词 凹凸棒石黏土 超声波 漂白 合成 分子筛

中图分类号: TD97 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-8098(2009)02-0025-05

Technology on Iron-removing and Bleaching of Attapulgite Clay and In Application of Synthesis of Zeolite

Zhang Lei¹ Wang Qingning^{1*} Tian Jing² Zhang Feilong¹ Li Lan¹

(1 Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050; 2 Tian Hua Institute of Chemical Machinery and Automation, Lanzhou 730050)

Abstract Attapulgite clay has iron impurities, which greatly restrict its application. Using ultrasound thermal, stirring and vibration effects, and oxalic acid and titanium-chloride joint-bleaching technology, the iron removing and bleaching of the attapulgite clay are carried out. The results show that this method is effective, and after iron-removing and bleaching, the attapulgite clay reflectivity can reach 56.1% and the whiteness index can reach 71.1%. Using this attapulgite clay to synthesize zeolite, and tested by IR, XRD and SEM, we find that attapulgite clay can be synthesized into zeolite after iron-removing and bleaching.

Key words attapulgite clay ultrasonic bleaching synthesis zeolite

凹凸棒石黏土矿(下称凹土)广泛应用于化工、造纸、白色涂料、洗涤助剂等行业。根据其用途不同,对凹土的白度有不同的要求。纯凹土应为白色,但由于凹土在沉积、渗淋、形成过程中外界离子矿物的进入,使得凹凸棒石黏土因含杂质显红、灰、绿、黄等颜色,这大大的限制了凹土的应用。近年来,随着对高岭石^[1]、伊利石、凹凸棒石漂白工艺^[2,3]的逐渐深入,大部分有机质可通过高温煅烧除去,但金属氧化物如铁,只有通过化学方法才能除去。

本实验所用凹土因产地不同,所含铁量也不同,以临泽凹土含铁量最高,为富铁型红色凹土,严重地限制了其应用。近年来,超声波技术已被广泛应用于提取、医药等领域。本实验利用超声波的热效应,搅拌作用和强烈振动作用,应用草酸-三氯化钛联合漂白的技术路线^[2],对凹土进行催化除铁漂白。此法不仅能够很好的达到除铁漂白效果,而且可简化原有操作过程,缩短加热时间,起到节能、降低成本的作用。

4A分子筛是一种具有特殊空腔结构的架状含水硅铝酸盐晶体,理想化学式为 $\text{Na}_{12}[\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}]\cdot 27\text{H}_2\text{O}$,是一种多用途无机功能材料。由于其独特的吸附性、

离子交换性、催化性和良好的化学可修饰性,自50年代合成以来,已在化工、石油、冶金、医药等行业得到广泛的应用。因此,世界各国开始采用价格低廉且来源广泛的天然铝硅酸矿物原料^[4,5],如高岭土^[6,7]、膨润土^[8]、铝土矿^[9]、玻屑凝灰岩^[10]、红辉沸石^[11]等取代化工原料合成A型沸石。

本实验采用除铁漂白后的凹土为原料对分子筛进行了合成,借助IR、XRD和SEM等手段对合成分子筛结构与形态进行了表征,结果表明经除铁漂白后的凹土能合成出分子筛,结构分析与4A分子筛相似。

1 实验部分

1.1 实验原料 临泽凹土(甘肃凯西生态环境工程有限公司);盱眙凹土(盱眙县矿);会宁凹土(甘肃鸿奔生物有限公司);三氯化钛(天津市致远化学试剂有限公司);草酸(天津市凯通化学试剂有限公司);硫酸(北京精细化学品有限责任公司);碳酸钠(莱阳市双双化工有限公司);铝酸钠(天津市光复精细化工研究所);氢氧化钠(西安化学试剂厂)。

1.2 实验仪器 KQ2200DE型数控超声波(昆山市超声仪器有限公司);CR22G高速冷冻离心机(日本HITACHI);101型电热鼓风干燥箱(北京科伟永鑫实验仪器设备厂);DRZ-2电阻炉温度控制器(上海实验电炉厂);85-2恒温磁力搅拌器(国华电器有限公司);

收稿日期: 2008-12-28

基金项目: 甘肃省攻关项目(2GSO47-A52-001-05)

*通讯作者: Tel: 13139297078

FW-4A 型压片机(天津光学仪器厂);HH-WO 型恒温油浴锅(巩义市予华仪器有限责任公司);C84-II 反射率测定仪(北方涂料工业研究设计院);WSB-2 型白度仪(上海昕瑞仪器仪表有限公司);XSJ-HS 型电脑显微镜(北京泰克有限公司);Nicolet AVATR 360FT 红外光谱仪(美国尼高力仪器公司);X'pert PRO 多晶粉末 X 射线衍射仪(荷兰 PANalytical 公司);JSM-6701F 冷场发射型扫描电镜(日本电子光学公司);超声反应装置(自制),水热合成反应装置(自制)。

1.3 实验步骤

1.3.1 焙烧实验:将凹土粉碎过 120 目筛,送入高温马沸炉中在一定温度下焙烧活化 1h。

1.3.2 酸化处理:对焙烧处理后的凹土用质量分数为 2%、4%、6%、8%、10% 的硫酸酸化,硫酸溶液与凹凸棒石黏土的质量比为 8 : 1,60℃ 下凹凸棒石黏土在硫酸中搅拌浸泡 4h,然后使用蒸馏水多次洗涤,直到 pH 值为 6.0~7.0 时停止洗涤。再于 105℃ 下烘干,然后研磨过 120 目筛。

1.3.3 漂白:将酸化后的凹土配成矿浆,放入三口烧瓶中,加入还原剂三氯化钛和草酸,放入特定温度、功率的超声回流装置中搅拌数小时后停止反应。反应后经离心。滤液可回收,制作铁型副产品。洗涤滤渣后,在 105℃ 下烘干,得到白色凹土。

1.3.4 分子筛的合成:①取漂白后的凹土与碳酸钠以质量比为 1 : 1.2 混合,放入马沸炉中在 800℃ 下焙烧,其主要目的是使凹土转化为可溶性的硅铝酸盐;②将定量的氢氧化钠和铝酸钠分别溶解于少量的水中,在 30℃~40℃ 下搅拌 30min;③水热合成:往焙烧后的熟料中加入溶解后的氢氧化钠和铝酸钠溶液和适量的水,在 60℃ 下形成凝胶,然后升温至 90℃~100℃ 晶化 6h。反应结束后用蒸馏水洗涤至 pH 值为 7~8,洗涤后放入烘干箱中烘干,即得分子筛。

1.4 检测 C84-II 反射率测定仪测定反射率(理想白板的反射率为 80.1),WSB-2 型白度仪测定白度(理想白板的白度为 83.7)。Nicolet AVATR 360FT 红外光谱仪对合成的分子筛进行溴化钾压片表征。X 射线衍射仪对合成的分子筛进行表征,测试条件为:电压 40kV,电流 30mA,扫描速度 0.02°/0.5s,扫描范围 $2\theta=5^\circ\sim60^\circ$ 。在 JSM-6701F 冷场发射型扫描电镜上进行电镜分析。

2 除铁漂白结果与讨论

2.1 焙烧实验和酸化实验对漂白效果的影响 对凹土进行适当的热处理,可以改善和提高凹土的理化性质。凹土在适当温度下焙烧活化,一方面可以疏通晶

体中的通道,使部分杂质挥发,增大比表面积,改善表面特征。另一方面焙烧活化可脱去凹土通道中的吸附水、沸石水、以及表面和八面体结构中的结晶水和结构水,破坏凹土的原有结构,成为高活性的无定形物质。这些都对漂白效果都有一定的影响。

2.1.1 焙烧温度对漂白效果的影响:矿浆浓度 15%,草酸用量 1.2 mol/L,还原剂 $TiCl_3$ 用量 4%,反应时间 60min,反应温度 70℃,超声功率 70W,考察不同焙烧温度对漂白效果的影响,结果见表 1。

表1 焙烧温度对漂白效果的影响

温度/℃	反射率/%		白度/%	
	漂白前	漂白后	漂白前	漂白后
0	20.7	54.1	27.7	68.2
100	20.1	49.3	27.0	65.0
200	19.6	47.4	25.1	60.2
300	19.0	40.5	24.3	51.4
400	17.5	38.2	22.7	46.5
500	8.4	44.8	12.2	56.7
600	5.4	50.5	8.5	65.9
700	5.1	56.1	8.3	71.1
800	4.8	53.0	8.0	67.2

从表 1 可看出,漂白前随着焙烧温度的增加,凹土的反射率和白度逐渐降低,颜色逐渐变为深红色,这是因为随温度升高,凹土中的水分逐渐被除去,铁逐渐被氧化,到达 500℃ 时,铁完全氧化成三氧化二铁,再增加温度反射率和白度基本不变。对不同焙烧温度的凹土漂白后可发现 700℃ 时,反射率和白度达到最大,增值最多,漂白效果最好。

2.1.2 焙烧时间对漂白效果的影响:矿浆浓度 15%,草酸用量 1.2mol/L,还原剂 $TiCl_3$ 用量 4%,反应时间 60min,反应温度 70℃,超声功率 70W,焙烧温度 700℃,考察不同焙烧时间对漂白效果的影响,结果见表 2。

表2 焙烧时间对漂白效果的影响

时间/min	反射率/%		白度/%	
	漂白前	漂白后	漂白前	漂白后
30	6.7	50.6	9.7	66.1
60	6.4	51.6	9.5	66.4
90	6.0	55.3	8.9	70.6
120	5.1	56.1	8.3	71.1
150	5.0	56.0	8.1	71.0
180	5.0	52.7	8.1	66.8

从表 2 可看出,焙烧时间在 120min 和 150min 对漂白效果的影响相当,从漂白效果和节省时间考虑,焙烧 120min 为较佳焙烧时间。

2.1.3 酸化实验对漂白效果的影响: 由于凹凸土比表面积大, 晶体结构中具有特殊通道, 存在大量活化中心, 对凹凸土进行初步酸化处理, 其物化性质能发生改变, 可使粒间杂质分解, 增加晶体的比表面积, 同时 H^+ 使凹凸土晶体吸附中心增多, 八面体阳离子也变得不稳定而更易被置换, 使其比表面增加。

矿浆浓度 15%, 草酸用量 1.2 mol/L, 还原剂 $TiCl_3$ 用量 4%, 反应时间 60min, 反应温度 70℃, 超声功率 70W, 焙烧温度 700℃, 焙烧时间 120min, 考察不同酸化浓度对漂白效果的影响, 结果见表 3。

表3 不同酸化浓度对漂白效果的影响

浓度 / %	反射率 / %		白度 / %	
	漂白前	漂白后	漂白前	漂白后
2	5.4	50.1	8.5	65.5
4	5.6	52.4	8.7	66.7
6	5.2	53.7	8.4	68.0
8	5.1	56.1	8.3	71.1
10	5.6	54.3	8.7	68.5

从表 3 可看出, 酸化浓度不同, 漂白效果不同, 当酸化浓度为 8% 时, 反射率和白度达到最大, 增值最多, 漂白效果较佳。

2.2 漂白实验结果 通过以上讨论可知, 700℃下焙烧 2h, 用 8% 硫酸酸化后的凹凸土漂白效果较好, 反射率和白度分别能达到 56.1% 和 71.1%, 所以考察的工艺条件为 700℃下焙烧 2h 后, 再用 8% 硫酸酸化的凹凸土进行漂白。

影响漂白的工艺条件较多, 本实验主要讨论矿浆浓度、络合剂草酸用量、还原剂 $TiCl_3$ 用量、反应时间、反应温度与超声功率对漂白效果的影响。

2.2.1 矿浆浓度对漂白效果的影响: 草酸用量 1.2 mol/L, 还原剂 $TiCl_3$ 用量 4%, 反应时间 60min, 反应温度 70℃, 超声功率 70W, 考察矿浆浓度对漂白效果的影响, 结果见表 4。

表4 矿浆浓度对漂白效果的影响

矿浆浓度 / %	10	15	20	25	30
反射率 / %	54.7	56.1	53.8	49.4	43.5
白度 / %	68.8	71.1	68.1	65.0	54.6

由表 4 可看出, 随矿浆浓度的增加, 漂白效果逐渐变差, 这主要是因为当矿浆浓度越大时, 黏度增大, 流动性差, 铁质从矿物中游离, 交换差。实验中以 15% 为最佳。

2.2.2 络合剂草酸用量对漂白效果的影响: 矿浆浓度 15%, 还原剂 $TiCl_3$ 用量 4%, 反应时间 60min, 反应温度 70℃, 超声功率 70W, 考察草酸用量对漂白效果的

影响, 结果见表 5。

表5 络合剂草酸用量对漂白效果的影响

草酸 / (mol/L)	0.6	0.8	1.0	1.2	1.4
反射率 / %	44.9	49.2	53.5	56.1	56.2
白度 / %	56.7	64.6	67.4	71.1	71.1

从表 5 可看出, 草酸用量越大, 铁质溶出越快, 漂白效果越好。但草酸用量达到 1.2mol/L 时, 再增加草酸, 反射率和白度基本保持不变, 所以最佳草酸用量为 1.2mol/L。

2.2.3 还原剂用量对漂白效果的影响: 矿浆浓度 15%, 草酸用量 1.2mol/L, 反应时间 60min, 反应温度 70℃, 超声功率 70W, 考察还原剂用量对漂白效果的影响, 结果见表 6。

表6 还原剂 $TiCl_3$ 用量对漂白效果的影响

$TiCl_3$ / %	2	3	4	5	6
反射率 / %	50.4	52.7	56.1	55.9	55.9
白度 / %	65.9	66.8	71.1	70.9	70.9

通过表 6 可看出, 漂白效果随还原剂 $TiCl_3$ 用量的增加而更好, 但 $TiCl_3$ 用量为 4% 时基本达到饱和, 再增加其用量, 漂白效果无显著变化, 所以最佳还原剂 $TiCl_3$ 用量为 4%。

2.2.4 反应时间对漂白效果的影响: 矿浆浓度 15%, 草酸用量 1.2mol/L, 还原剂 $TiCl_3$ 用量 4%, 反应温度 70℃, 超声功率 70W, 考察反应时间对漂白效果的影响, 结果见表 7。

表7 反应时间对漂白效果的影响

反应时间 / min	30	60	90	120
反射率 / %	46.2	56.1	55.7	55.0
白度 / %	58.4	71.1	70.7	69.8

通过表 7 可看出, 漂白时间为 60min 时, 漂白效果基本达到最好, 再增加时间, 漂白效果有所下降, 这是因为此反应为可逆反应, 反应时间越长, 越不利于漂白效果。所以最佳漂白时间为 60min。

2.2.5 反应温度对漂白效果的影响: 矿浆浓度 15%, 草酸用量 1.2mol/L, 还原剂 $TiCl_3$ 用量 4%, 反应时间 60min, 超声功率 70W, 考察反应温度对漂白效果的影响, 结果见表 8。

表8 反应温度对漂白效果的影响

反应温度 / °C	50	60	70	80
反射率 / %	44.3	50.4	56.1	55.4
白度 / %	56.0	65.9	71.1	70.6

通过表 8 可看出, 反应温度过低时达不到很好的漂白效果, 当温度为 70℃ 时, 漂白效果最佳, 反应温度再继续增加, 反射率和白度都有所下降, 因为草酸在

此反应中最佳反应温度为 70℃,当温度升高后,不利于络合反应的发生,所以最佳漂白温度为 70℃。

2.2.6 超声功率对漂白效果的影响:矿浆浓度 15%,草酸用量 1.2mol/L,还原剂 TiCl₃ 用量 4%,反应时间 60min,反应温度 70℃,考察超声功率对漂白效果的影响,结果见表 9。

表9 超声功率对漂白效果的影响

超声功率/W	50	60	70	80	90
反射率/%	51.6	53.5	56.1	55.3	54.0
白度/%	66.4	67.4	71.1	70.6	68.1

从表 9 可看出,超声功率对漂白效果的影响不是很大,选用 70W 时漂白效果最佳。

2.3 各地凹凸棒石黏土漂白效果的比较 通过以上实验可得出最佳漂白方案为:焙烧温度 700℃,焙烧时间 2h,酸化浓度 8%,矿浆浓度 15%,络合剂草酸用量 1.2mol/L,还原剂 TiCl₃ 用量 4%,反应时间 60min,反应温度 70℃,超声功率 70W。应用此条件对盱眙和会宁凹土同样进行漂白,漂白效果见表 10。

表10 各地凹凸棒石黏土漂白的比较

	反射率/%			白度/%		
	漂白前	漂白后	增值	漂白前	漂白后	增值
临泽	5.1	56.1	51.0	8.3	71.1	62.8
盱眙	19.6	54.3	34.7	25.2	68.5	43.3
会宁	7.2	53.4	46.2	10.2	67.4	57.2

通过表 10 可看出,超声波法除铁漂白各地凹土效果都很明显,说明此种方法可广泛应用于凹土的除铁漂白。

2.4 漂白方法的比较 当物料配比相同的条件,采用常规法、微波法和超声法对凹土进行漂白比较,结果见表 11。

表11 不同漂白方法的比较

	时间/h	反射率/%	白度/%
常规法	2~2.5	38.7	46.9
微波法	1	58.6	76.4
超声法	1	56.1	71.1

通过三种漂白效果的比较可以看出,超声法利用超声波的热效应,搅拌作用和强烈振动作用漂白效果要比常规法明显提高,而且缩短了反应时间,充分发挥了其高效、省时、节能的特点。相对微波法,超声法工艺路线更加简单,更利于工业化。

2.5 漂白次数与反射率的关系 利用最佳工艺条件,对漂白次数与反射率的关系进行了讨论,结果可以发现,前三次漂白后,反射率大幅度提高,起到了很好的除铁漂白的作用,从第四次往后,反射率只有很

少的增加,从节省原料和节省时间的角度考虑,漂白 3 次即可。

表12 漂白次数与反射率的关系

次数	0	1	2	3	4	5	6
反射率/%	5.1	35.2	41.7	56.1	57.8	58.1	58.0

3 分子筛的合成结果与讨论

利用除铁漂白后的凹土,加入适当铝酸钠和水合成分子筛。合成时所用各物质的量按摩尔比为 Na₂O : Al₂O₃ : SiO₂ : H₂O=3 : 1 : 2 : 185 进行配比,合成分子筛借助显微镜、IR、XRD 和 SEM 进行了表征。

3.1 显微镜分析 采用光学显微镜对合成后的产品放大 40 倍,观察它们的晶体外形见图 1,由图 1 可看出,本实验合成的产品呈正方形,产品晶形轮廓清晰,晶体均匀整齐,纯度或结晶度较好,结晶形貌与 4A 分子筛一致。

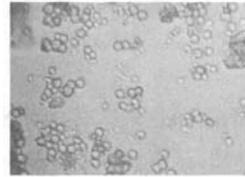


图1 合成分子筛的显微镜观察图

3.2 红外光谱分析 本实验合成的分子筛红外光谱采用 KBr 压片法测定,谱图见图 2。其中出现 4A 沸石分子筛的特征峰值为: 3455.45cm⁻¹、1650.22cm⁻¹、1386.34cm⁻¹、995.81cm⁻¹、668.47cm⁻¹、554.36cm⁻¹、462.34cm⁻¹,证明了 OH 结构的存在和 4A 沸石分子筛中对称伸缩振动、反对称伸缩振动及骨架弯曲振动频率的存在,从而可定性的说明本实验合成出的分子筛可能为 4A 分子筛^[12]。

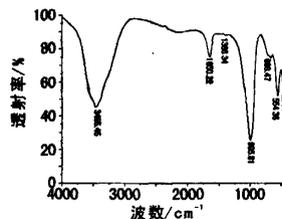


图2 合成分子筛的IR图

3.3 XRD 分析 本实验所合成的分子筛的 XRD 图,见图 3。由图 3 可看出,本实验合成的分子筛的衍射峰和标准(JCPDS 039-222)的 4A 分子筛衍射峰数据基本相吻合,无明显杂峰,证明所得产品为 4A 分子筛。

3.4 合成分子筛的形貌分析 本实验合成的分子筛的 SEM 图,见图 4。由图 4 可看出,合成的分子筛晶体结构明显,呈立方体形貌,平均粒径为 2.5~3.5μm,基本满足 4A 分子筛的形态特征,说明合成的分子筛

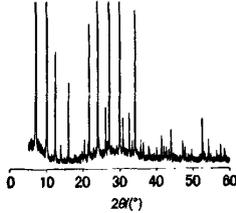


图3 合成分子筛的XRD图

为4A分子筛。由于本实验采用的甘肃临泽的原生凹凸棒石黏土矿，矿土中杂质较多，所以合成的分子筛中有一定杂质。若要得到纯度较高的分子筛还需进一步对原生凹凸棒石黏土矿提纯。

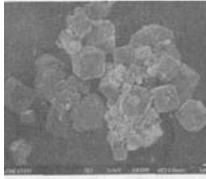


图4 合成分子筛的SEM图

4 结论

1. 凹凸棒石黏土在700℃焙烧活化2h,再用8%的硫酸酸化后除铁漂白效果最佳。
2. 实验表明:超声波催化除铁漂白凹土具有很好的效果,最佳除铁漂白工艺条件为:矿浆浓度15%,络合剂草酸用量1.2 mol/L,还原剂TiCl₃用量4%,反应时间1h,反应温度70℃,超声功率70W,得到除铁漂白后的临泽凹土的反射率为56.1%,白度为71.1%,大大提高了凹土的白度。
3. 利用超声波催化除铁漂白各地凹土,均有很好的效果,说明超声波催化除铁漂白凹土可广泛应用。

4. 超声波催化除铁漂白凹土技术与常规漂白技术相比,大大缩短了反应时间。

5. 通过红外、XRD和SEM等分析手段可看出,利用除铁增白后的原生凹凸棒石黏土矿可以合成出4A分子筛。若要得到高纯度的4A分子筛需进一步提纯原生凹凸棒石黏土矿。

参考文献:

- [1] 侯太鹏. 高岭土除铁、增白试验研究[J]. 非金属矿, 2001, 24(4): 32-35.
- [2] 王青宁, 田静, 李润, 等. 微波催化除铁增白凹凸棒石黏土[J]. 非金属矿, 2007, 30(5): 45-48.
- [3] 左绪正, 朱振海, 郑茂松. 红色凹凸棒石黏土除铁增白工艺技术研究[J]. 非金属矿, 2005, 28(6): 47-49.
- [4] Drag E B, Mielnickowski A, Abolemon F, et al. Synthesis of A, X and Y zeolites from minerals[J]. Zeolites, 1985, 5: 147-154.
- [5] 张铨昌. 沸石分子筛的合成与应用[J]. 硅酸盐学报, 1992, 20(6): 544-549.
- [6] Murat M, Amokrane A, Bastide J P, et al. Synthesis of zeolites from thermally activated kaolinite, some observations on nucleation and growth[J]. Clay Minerals, 1992, 27: 119-130.
- [7] 曹吉林, 王颖, 谭朝阳, 等. 高岭土碱熔活化法制备4A型沸石研究[J]. 非金属矿, 2007, 30(1): 23-25.
- [8] 易发成. 利用四川膨润土制备5A分子筛[J]. 中国矿业, 1998, 8(1): 19-21.
- [9] 陈忠善. 铝土矿生产洗涤剂用4A沸石工艺[J]. 日用化学工业, 1996(2): 20-21.
- [10] 张术根, 申少华, 王大伟. 临潼玻璃质灰岩合成4A沸石工艺研究[J]. 非金属矿, 2000, 23(5): 23-25.
- [11] 申少华, 张术根, 王大伟. 酸处理红辉沸石-碱-铝酸钠-水的水热反应体系中A型沸石的合成[J]. 硅酸盐学报, 2001, 29(5): 451-454.
- [12] 高智, 简丽, 乔淑萍. 高岭土合成4A沸石及其表征[J]. 内蒙古工业大学学报, 2001, 20(3): 177-179.

(上接第16页)出蠕虫状的片层结构。

4 结论

1. 本次实验对黑龙江萝北地区的天然鳞片石墨采用硝酸和磷酸通过化学氧化法来制备可膨胀石墨。采用本法制得的膨胀石墨,膨胀倍率高,膨胀充分。而且制备过程中未使用硫酸,产品不含硫,对金属的腐蚀性小。
2. 通过单因素条件试验,对可膨胀石墨产品制备工艺进行了优化,确定最佳工艺条件为:石墨(g),硝酸(ml),高锰酸钾(g),磷酸(ml)的用量比为1:2.5:0.2:7.5。反应温度为45℃,反应时间为80min,膨化时间为15s。
3. 对膨胀石墨的结构和形貌分别进行了XRD和SEM分析。物相分析结果表明,石墨晶体在层间化合物的作用下,沿Z轴方向面网间距被撑大,从3.33nm

增大到了3.51nm,膨胀后,沿Z轴方向晶体结构被破坏,片层发生剥离。扫描电镜照片显示,膨胀后,石墨片层被撑开成蠕虫状,片层剥离明显。

参考文献:

- [1] 于梅, 陈玉坤. 膨胀石墨特性浅析及其在阻燃方向的应用前景[J]. 廊坊师范学院学报, 2002, 12(18): 70-72.
- [2] 李平. 制备膨胀石墨的研究[J]. 化工设计通讯, 2004, 6(30): 49-52.
- [3] Cao E, Bryant R, Williams D J A. Electrochemical properties of Na-Attapulgite[J]. Journal of Colloid and Interface Science, 1996, 179(1): 143-150.
- [4] 尹伟, 金为群, 等. 复合插层剂制备可膨胀石墨研究[J]. 非金属矿, 2006, 29(1): 35-36.
- [5] 伍文斌, 徐子刚, 吴清洲. 低硫膨胀石墨制备[J]. 非金属矿, 1999, 22(5): 8-9.
- [6] 田金星, 李春修. 混酸系无硫膨胀石墨的制备[J]. 矿产保护与利用, 2004, 10(5): 18-20.