



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102167531 A

(43) 申请公布日 2011.08.31

(21) 申请号 201110053693.7

(22) 申请日 2011.03.07

(71) 申请人 西南科技大学

地址 621010 四川省绵阳市涪城区青龙大道
中段 59 号

(72) 发明人 彭同江 习永广 陈吉明 刘海峰

(74) 专利代理机构 北京诺孚尔知识产权代理有
限责任公司 11242

代理人 魏永金

(51) Int. Cl.

C04B 14/20 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种利用超声波预处理方式制备膨胀蛭石的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用超声波预处理方式制备膨胀蛭石的方法,其步骤为:1)取工业蛭石经筛分分级,去除杂质,选出片径为 0.3~5mm 的蛭石原料;2)取浓度为 5%~30% 的双氧水注入容器中,再将蛭石原料浸没于双氧水中浸泡 1~14h;3)将浸泡后的蛭石原料置于超声波装置中对蛭石原料进行超声波预处理 10~60min,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石原料的晶层层间;4)将超声波预处理后的蛭石原料取出,静置 1-2h 后,再放入微波装置中进行微波膨胀处理 0.5~4min,制成膨胀蛭石。该方法缩短了生产周期,蛭石膨胀更充分,得到的产品密度低、导热系数小,且具柔韧性,不易破碎、粉化,有效提升了膨胀蛭石的品质,扩大了膨胀蛭石的应用范围,有益于推广应用。

1. 一种利用超声波预处理方式制备膨胀蛭石的方法,包括如下步骤:
 - 1) 取工业蛭石经筛分分级,去除杂质,选出片径为 0.3 ~ 5mm 的蛭石原料;
 - 2) 取质量浓度为 5 ~ 30% 的双氧水注入一容器中,再将步骤 1) 的蛭石原料放入该容器中且完全浸没于所述的双氧水中浸泡 1 ~ 14h;
 - 3) 将步骤 2) 浸泡后的蛭石原料及容器一起放置于以水为超声介质的超声波装置中对其蛭石原料进行超声波预处理 10~60min,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石原料的晶层层间;
 - 4) 将经步骤 3) 超声波预处理后的蛭石原料连同容器取出,静置 1 ~ 2h 后,再放入微波装置中进行微波膨胀处理;得到所述膨胀蛭石。
2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于:步骤 2) 所述的容器为玻璃容器、陶瓷容器或塑料容器中任一种。
3. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于:步骤 3) 所述超声波装置的工作频率为 40kHz,超声功率密度为 1200 ~ 3000W/m²。
4. 根据权利要求 1 ~ 3 任一所述的方法,其特征在于:步骤 4) 所述微波处理装置的工作频率为 2450MHz,微波功率密度为 500~10000W/m²,微波处理时间为 0.5~4min。

一种利用超声波预处理方式制备膨胀蛭石的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备膨胀蛭石的方法,特别是一种利用超声波预处理方式制备膨胀蛭石的方法。

背景技术

[0002] 目前,国内外制备膨胀蛭石的方法主要有热膨胀法,其加热温度在 800~900℃,膨胀时间 1 分钟左右。蛭石在膨胀的同时逐渐变脆并碎裂,所生产的膨胀蛭石由于脆性大、易粉化而产生很多膨胀蛭石碎末,大大影响了膨胀蛭石作为轻质隔热材料的品质,严重影响了膨胀蛭石在保温、隔音和防火等领域的应用。

[0003] 近年来,随着人们对高性能膨胀蛭石需求的日益加大,密度小、脆性低的膨胀蛭石越来越受到人们的青睐,并已开始研究一些制备膨胀蛭石的新方法,如微波法和化学法等,为优质膨胀蛭石的制备提供了新的思路。

[0004] 其中,胡光锁等研究了在不同温度和加热速率条件下蛭石的体积膨胀率变化,以得到影响蛭石膨胀的主要膨胀工艺参数,开发新型节能膨胀技术。研究发现,蛭石的单片体积膨胀率和集合膨胀率均随温度升高而增加,但当温度超过 600℃后,体积膨胀率增加缓慢,单片体积膨胀率存在很大的离散性,蛭石的晶体结构越完整,层间水含量越大,膨胀倍数越高。制备出的高膨胀率蛭石的层孔直径大约为 100 nm,膨胀蛭石颗粒的室温热导率为 $0.113\sim 0.115 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$,是一种性能优良的隔热材料。

[0005] 双氧水可在碱性、加热和微量催化剂的作用下急剧的释放出大量氧气,分解过程中不产生任何对环境有害的副产物,因而可作为蛭石层和金云母层的理想剥分剂。更为重要的是,与加热法制备的膨胀蛭石相比,利用双氧水化学法制备的化学膨胀蛭石结构完整、膨胀率高、成本低廉,且对设备的要求低,同时膨胀后的蛭石具有松散堆积密度小、绝缘性好、吸附性强、隔热性和声绝缘性强等优点。

[0006] Mamina 等在研究中使用 30% 的双氧水溶液对蛭石进行了处理。结果发现,对于一定厚度的单片蛭石来说,膨胀蛭石的厚度随膨胀程度的增大而增大,剥分后的蛭石保持了自身的结构完整性。赵双盟等选用工业级双氧水作为化学膨胀处理剂进行化学膨胀处理试验研究,结果表明:工业蛭石膨胀效果取决于进入蛭石晶层层间域中的过氧化氢分子在分解过程中所产生的氧气压力。对蛭石样品用不同浓度的双氧水作用相同的时间或用相同浓度的双氧水作用不同时间后发现:用浓度为 25% 的双氧水处理工业蛭石样品可以达到大于 4 倍的体积膨胀,膨胀后的工业蛭石样品的结构特征无明显变化,并能保持工业蛭石膨胀产物的韧性。

[0007] 杨荣兴发明了一种蛭石膨胀工艺,即将蛭石加入化学试剂(如植物油、 KNO_3 等)

进行预处理,然后加热至 300~400℃,可使蛭石达到最大膨胀倍数,其膨胀温度远低于通常的煅烧膨胀温度 850~950℃,节约了能源,降低了生产成本。

[0008] 陈朝阳等采用微波对蛭石进行膨胀,利用微波的热效应和微波效应,使蛭石层间局部温度瞬间升高,层间水迅速气化从而产生局部压力撑开蛭石层,该制备方法避免了高

温膨胀过程,解决了膨胀蛭石发脆的问题。

[0009] 微波化学法膨胀蛭石结合了化学法和微波法,兼具微波法和化学法的优点,具有很大的研究和发展前景。微波化学法制备膨胀蛭石时,先采用一定浓度的化学试剂对蛭石原料进行浸泡处理,经过适当时间后,把处理过的蛭石置于微波炉中微波加热,得到剥分充分的膨胀蛭石。

[0010] 苗朝等采用化学法(双氧水浸泡)和微波化学法对新疆尉犁工业蛭石做了剥分实验研究,探讨了双氧水浓度与浸泡时间、固液比、微波加热功率和加热时间对剥分率的影响规律。结果表明:蛭石膨胀倍数随双氧水浓度的升高而增加,双氧水最佳浓度为30%,使用30%的双氧水浸泡12h,在微波炉中于800W加热2min可以得到膨胀达8.5倍的膨胀蛭石,分析认为使用微波化学法可以得到高膨胀倍数的膨胀蛭石的原因在于,在双氧水分解产生的氧气压力和蛭石层间水受到微波作用气化产生的压力的共同作用下,蛭石片层由于瞬间的压力增大而剥分,膨胀较为充分。

[0011] 综上研究成果可知,采用加热膨胀法、微波化学法、双氧水浸泡等方式对膨胀蛭石体积膨胀率的变化、蛭石层间的剥分及解决膨胀蛭石发脆的问题均有了长足的进步;但是还存在下述缺陷,如经双氧水浸泡过的蛭石,其中的双氧水只能通过浓度梯度进行扩散而进入蛭石层间,进入速度较慢,而双氧水不仅随时间的增加会逐渐发生分解并释放出氧气,影响最终双氧水对蛭石的分散和片层的剥离效果;而且生产周期长。再如使用加热膨胀法易导致膨胀蛭石变脆,使其应用范围受到限制。

发明内容

[0012] 为了解决上述现有技术中存在的问题,本发明的目的在于提供一种可加速双氧水分子进入蛭石晶层层间,提高蛭石膨胀率,缩短生产周期,获得堆积密度小、导热系数低的一种利用超声波预处理方式制备膨胀蛭石的方法。

[0013] 为了实现上述目的,本发明采用如下技术方案:一种利用超声波预处理方式制备膨胀蛭石的方法,包括如下步骤:

- 1) 取工业蛭石经筛分分级,去除杂质,选出片径为0.3~5mm的蛭石原料;
- 2) 取质量浓度为5~30%的双氧水注入一容器中,再将步骤1)的蛭石原料放入该容器中且完全浸没于所述的双氧水中浸泡1~14h;
- 3) 将步骤2)浸泡后的蛭石原料及容器一起放置于以水为超声介质的超声波装置中对其蛭石原料进行超声波预处理10~60min,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石原料的晶层层间;
- 4) 将经步骤3)超声波预处理后的蛭石原料连同容器取出,静置1~2h后,再放入微波装置中进行微波膨胀处理,得到所述膨胀蛭石。

[0014] 上述步骤2)所用的容器可选用玻璃容器、陶瓷容器或塑料容器中任一种。

[0015] 上述步骤3)中所用的超声波装置,其工作频率为40kHz,超声功率密度为1200~3000W/m²。

[0016] 上述步骤4)所用的微波处理装置,其工作频率为2450MHz,微波功率密度为500~10000W/m²,微波处理时间为0.5~4min。

[0017] 由于采用了上述技术方案,本发明的有益效果如下:1)采用超声波对化学浸泡过

的蛭石在液相介质中进行预处理,解决了现有技术中使用双氧水对蛭石浸泡一段时间之后,双氧水由于浓度梯度进行扩散而进入蛭石层间,并发生分解反应释放氧气,不利于蛭石片在双氧水中分散和其片层剥离的缺陷;蛭石用双氧水浸泡后,经超声波 0.5~4min 的超声处理后,静置 1~2 小时,再放入微波装置中进行微波膨胀处理,使蛭石片层在层间水汽化、双氧水分解的氧气及双氧水分解后产生的水蒸气的作用下瞬间剥离,剥分后的蛭石保持了自身的结构完整性,其厚度也随膨胀程度的增大而增大,相对于加热膨胀方法,所制备的蛭石膨胀更充分。2) 经超声预处理方式制备的膨胀蛭石相对于化学法缩短了生产周期,又克服了加热膨胀法膨胀蛭石质脆易碎及粉化而导致品质变差的问题,所制备的蛭石膨胀更充分,得到的膨胀蛭石密度低、导热系数小,并且具有柔韧性,不易破碎、粉化,在一定程度上,提升了膨胀蛭石的品质。3) 扩大了蛭石的应用范围。采用该方法制备的高性能柔性好的膨胀蛭石可用作建筑节能领域的保温型材骨料、保温墙体的填充料以及高温涂料的耐火填料;制备用于处理有毒有害气体、重金属、有机污染物的吸附剂;添加到有机材料如橡胶、塑料等改善其力学性能和热学性能等。易于推广应用。

具体实施方式

[0018] 本发明的技术方案与现有技术不同点就在于:在用双氧水浸泡步骤和微波处理步骤中还加入了超声波预处理的步骤;将用双氧水浸泡过的蛭石原料先进行超声波预处理,控制超声处理的时间,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石晶层层间;再放入微波装置中进行微波膨胀处理,使蛭石片层在层间水汽化、双氧水分解的氧气及双氧水分解后产生的水蒸气的作用下瞬间剥离,剥分后的蛭石保持了自身的结构完整性,其厚度也随膨胀程度的增大而增大,相对于加热膨胀法,所制备的蛭石膨胀更充分。

[0019] 本发明的技术方案,包括如下步骤:

- 1) 取工业蛭石经筛分分级,去除杂质,选出片径为 0.3 ~ 5mm 的蛭石原料;
- 2) 取双氧水稀释至质量浓度为 5%~30% 后,注入一容器中,再将步骤 1) 的蛭石原料完全浸没于该双氧水中浸泡 1 ~ 14h;
- 3) 将经步骤 2) 浸泡后的蛭石原料及容器一起放置于以水为超声介质的超声波装置中对其蛭石原料进行超声波预处理,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石原料的晶层层间;其中,超声波预处理的时间为 10~60min;
- 4) 将经步骤 3) 超声波预处理后的蛭石原料连同容器一起由超声波装置中取出,静置 1-2h 后,再放入微波装置中进行微波膨胀处理,其处理时间为 0.5~4min;得到所述膨胀蛭石。

[0020] 其中,所用的双氧水为工业双氧水;

上述步骤 2) 所用的容器可选用利于传送微波的玻璃容器、陶瓷容器或塑料容器中的任一种。

[0021] 上述步骤 3) 中,将经双氧水浸泡过的蛭石原料进行超声波预处理时,所用的超声波装置,其工作频率为 40kHz,超声功率密度为 1200~3000W/m²。

[0022] 上述的步骤 4) 中,所用的微波装置,其工作频率为 2450MHz,微波功率密度为 500~10000W/m²。

[0023] 经本发明方法制备而获得的膨胀蛭石,经过密度测定法和导热系数稳态平板法测

试,得到该膨胀蛭石的堆积密度为 $46\sim 70\text{ kg/m}^3$,导热系数为 $0.050\sim 0.062\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$;其性能指标达到并超过了国家建材行业标准《JC/T 441-2009 膨胀蛭石》中规定的密度 $\leq 100\text{ kg/m}^3$,导热系数 $\leq 0.062\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 优等品的指标;其中,密度指标的测试选用上海浦东荣丰科学仪器有限公司生产的 202-1 电热恒温干燥箱和莆田市上得利电子仪器有限公司生产的 NS-6U 电子计价秤;导热系数指标的测试选用北京东方奥达仪器设备有限公司生产的 JW-III 型热流计式导热仪。

[0024] 上述的密度测定法和导热系数稳态平板法是国家建材行业标准《JC/T 441-2009 膨胀蛭石》中规定的测试方法。

[0025] 以下通过具体实例对本发明的技术方案做进一步的详细说明。

[0026] 实例 1

步骤 1)取新疆尉犁的工业蛭石,经筛分分级,去除杂质后,选出片径为 0.3mm 的蛭石原料;

步骤 2)取工业双氧水用水稀释至质量浓度为 5% ,注入一容器中,再将步骤 1)的蛭石原料完全浸没于该双氧水中浸泡 14h ;

步骤 3)将步骤 2)浸泡后的蛭石原料及容器一起放置于以水为超声介质的超声波装置中,该超声波装置的工作频率为 40kHz ,设定超声功率为 1200W/m^2 ,对其蛭石原料进行超声波预处理 10min ,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石原料的晶层层间;

步骤 4)将经步骤 3)超声波预处理后的蛭石原料连同容器取出,静置 1h 后,再放入微波装置中进行微波膨胀处理;微波装置的工作频率为 2450MHz ,设定微波功率为 500W/m^2 ,微波处理时间 4min ,得到膨胀蛭石。

[0027] 对采用上述方法制备的膨胀蛭石进行性能测试,其方式为:

先将膨胀蛭石连同容器一同放入干燥箱中,在 100°C 恒温下烘干至恒重,间隔 24h 的连续三次测量,试样质量变化小于 0.1% ;由干燥箱中取出后,将膨胀蛭石由容器中取出,装入干燥器或密封袋中密封收存。

[0028] 取适量的干燥膨胀蛭石,对该膨胀蛭石的堆积密度和导热系数分别采用密度测定法和导热系数稳态平板法进行测定,测定得到该膨胀蛭石的堆积密度为 70kg/m^3 、导热系数为 $0.062\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 。符合国家建材行业标准《JC/T 441-2009 膨胀蛭石》中堆积密度和导热系数的要求。

[0029] 实例 2

步骤 1)取新疆尉犁的工业蛭石,经筛分分级,去除杂质后,选出片径为 5mm 的蛭石原料;

步骤 2)取工业双氧水用水稀释至质量浓度为 30% ,注入一容器中,再将步骤 1)的蛭石原料完全浸没于该双氧水中浸泡 8h ;

步骤 3)将步骤 2)浸泡后的蛭石原料及容器一起放置于以水为超声介质的超声波装置中,该超声波装置的工作频率为 40kHz ,设置超声功率为 3000W/m^2 ,对其蛭石原料进行超声波预处理 20min ,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石原料的晶层层间;

4)将经步骤 3)超声波预处理后的蛭石原料连同容器取出,静置 1.5h 后,再放入微波装置中进行微波膨胀处理;微波装置的工作频率为 2450MHz ,设定微波功率为 8000W/m^2 ,微波处理时间为 2min ,得到膨胀蛭石。

[0030] 对采用上述方法制备的膨胀蛭石进行性能测试,其测试方法同实例 1,在此不再赘述。其不同点在于:测定得到的膨胀蛭石的堆积密度为 54.44kg/m^3 、导热系数为 $0.052\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 。

[0031] 实例 3:

步骤 1) 取河北灵寿的工业蛭石,经筛分分级,去除杂质后,选出片径为 4mm 的蛭石原料;

步骤 2) 取工业双氧水用水稀释至质量浓度为 25%,注入一容器中,再将步骤 1) 的蛭石原料完全浸没于该双氧水中浸泡 1h;

步骤 3) 将步骤 2) 浸泡后的蛭石原料及容器一起放置于以水为超声介质的超声波装置中,该超声波装置的工作频率为 40kHz,设定超声功率为 3000W/m^2 ,对其蛭石原料进行超声波预处理 60min,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石原料的晶层层间;

步骤 4) 将经步骤 3) 超声波预处理后的蛭石原料连同容器取出,静置 1h 后,再放入微波装置中进行微波膨胀处理;微波装置的工作频率为 2450MHz,设定微波功率为 10000W/m^2 ,微波处理时间为 0.5min,得到膨胀蛭石。

[0032] 对采用上述方法制备的膨胀蛭石进行性能测试,其方式基本同实例 1,在此不再赘述,其不同点在于:测定得到的膨胀蛭石的堆积密度为 48.35kg/m^3 、导热系数为 $0.053\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 。

[0033] 实例 4:

步骤 1) 取河北灵寿的工业蛭石,经筛分分级,去除杂质后,选出片径为 4mm 的蛭石原料;

步骤 2) 取工业双氧水用水稀释至质量浓度为 20%,注入一容器中,再将步骤 1) 的蛭石原料完全浸没于该双氧水中浸泡 5h;

步骤 3) 将步骤 2) 浸泡后的蛭石原料及容器一起放置于以水为超声介质的超声波装置中,该超声波装置的工作频率为 40kHz,设定超声功率为 1500W/m^2 ,对其蛭石原料进行超声波预处理 50min,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石原料的晶层层间;

步骤 4) 将经步骤 3) 超声波预处理后的蛭石原料连同容器取出,静置 2h 后,再放入微波装置中进行微波膨胀处理;微波装置的工作频率为 2450MHz,设定微波功率为 8000W/m^2 ,微波处理时间 1min,得到膨胀蛭石。

[0034] 对采用上述方法制备的膨胀蛭石进行性能测试,其方式基本同实例 1,在此不再赘述,其不同点在于:测定得到的膨胀蛭石的堆积密度为 55.17kg/m^3 、导热系数为 $0.059\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 。

[0035] 实例 5:

步骤 1) 取内蒙的工业蛭石,经筛分分级,去除杂质后,选出片径为 4mm 的蛭石原料;

步骤 2) 取工业双氧水用水稀释至质量浓度为 10%,注入一容器中,再将步骤 1) 的蛭石原料完全浸没于该双氧水中浸泡 12h;

步骤 3) 将步骤 2) 浸泡后的蛭石原料及容器一起放置于以水为超声介质的超声波装置中;该超声波装置的工作频率为 40kHz,设定超声功率为 3000W/m^2 ,对其蛭石原料进行超声波预处理 60min,促使分散于蛭石原料中的双氧水分子进入蛭石原料的晶层层间;

步骤 4) 将经步骤 3) 超声波预处理后的蛭石原料连同容器取出,静置 2h 后,再放入微

波装置中进行微波膨胀处理;微波装置的工作频率为 2450MHz,设定微波功率为 $10000\text{W}/\text{m}^2$,微波处理时间 1min,得到膨胀蛭石。

[0036] 对采用上述方法制备的膨胀蛭石进行性能测试,其方式基本同实例 1,在此不再赘述,其不同点在于:测定得到的膨胀蛭石的堆积密度为 $46\text{kg}/\text{m}^3$ 、导热系数为 $0.050\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 。

[0037] 除上述地区的工业蛭石外,本发明的制备方法同样也适用于其他地区的工业蛭石。