



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105417554 A

(43) 申请公布日 2016. 03. 23

(21) 申请号 201510964548. 2

(22) 申请日 2015. 12. 21

(71) 申请人 同济大学

地址 200092 上海市虹口区四平路 1239 号

(72) 发明人 景镇子 袁源 陈雨倩 苗嘉俊

蔡坤川

(74) 专利代理机构 上海德昭知识产权代理有限

公司 31204

代理人 陈龙梅

(51) Int. Cl.

C01B 39/46(2006. 01)

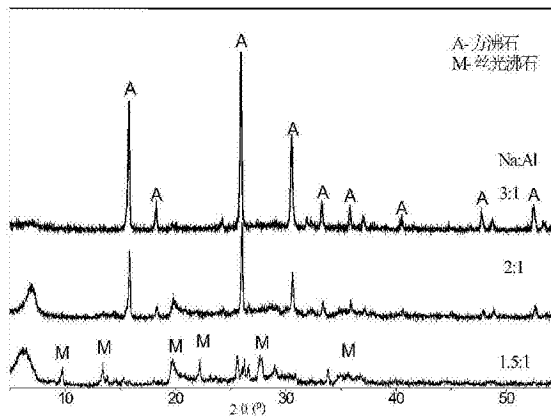
权利要求书1页 说明书8页 附图6页

(54) 发明名称

一种以土壤粘土矿物为原料生成沸石的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种以土壤粘土矿物为原料生成沸石的方法,属于矿物合成技术领域。以粘土矿物为原料,烘干并检测其中的元素含量;以NaOH和NaCl为钠源,NaOH提供碱性环境;按照Na:Al的摩尔比为0.7~3:1称量土壤粘土矿物和钠源,按照水:粘土矿物的质量比为0.15~0.75:1称量水,将NaOH,或NaOH和NaCl溶于水后加入土壤粘土矿物中;接着,将它们置于反应釜中,在温度为120℃~240℃的饱和水蒸汽下处理4~12h,干燥后,即得反应产物沸石;上述土壤粘土矿物为市售的蒙脱石原料或伊利石原料,上述钠源是按照摩尔比称量氯化钠:氢氧化钠=0~2:1。本发明工艺简便,经济效益高,得到的产物方沸石较为纯粹的。



1. 一种以土壤粘土矿物为原料生成沸石的方法,其特征是:以粘土矿物为原料,烘干并检测其中的元素含量;以 NaOH 和 NaCl 为钠源,同时 NaOH 提供碱性环境;再按照摩尔比为  $\text{Na}:\text{Al} = 0.7 \sim 3:1$  称取土壤粘土矿物和钠源,按照质量比水:土壤粘土矿物 =  $0.15 \sim 0.75:1$  称量水;将 NaOH 或 NaCl 溶于水后加入土壤粘土矿物中,混合均匀后,置于反应釜中;在温度为  $120^\circ\text{C} \sim 240^\circ\text{C}$  的饱和水蒸汽下处理  $4 \sim 12\text{h}$ ,最后干燥后,即得反应产物沸石;

上述土壤粘土矿物为市售的蒙脱石原料或伊利石原料。

2. 根据权利要求 1 所述的一种以土壤粘土矿物为原料生成沸石的方法,其特征是:所述土壤粘土矿物为蒙脱石原料时,按照  $\text{Na}:\text{Al}$  的摩尔比为  $1.5 \sim 3:1$  称量土壤粘土矿物和钠源。

3. 根据权利要求 1 所述的一种以土壤粘土矿物为原料生成沸石的方法,其特征是:所述土壤粘土矿物为伊利石原料时,按照  $\text{Na}:\text{Al}$  的摩尔比为  $0.7 \sim 2.5:1$  称量土壤粘土矿物和钠源。

4. 根据权利要求 1 所述的一种以土壤粘土矿物为原料生成沸石的方法,其特征是:所述的钠源为按照摩尔比氯化钠:氢氧化钠 =  $0 \sim 2:1$  称量 NaCl 和 NaOH。

## 一种以土壤粘土矿物为原料生成沸石的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种以土壤粘土矿物为原料生成沸石的方法,土壤粘土矿物的成分是蒙脱石和伊利石,沸石主要为方沸石和丝光沸石,属于矿物合成技术领域。

### 背景技术

[0002] 沸石中的方沸石 (Analcine) 是常见的似长石矿物,为一种碱金属或碱土金属离子的含水架状结构的铝硅酸盐矿物。其理想的化学组成式为  $\text{NaAlSi}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 其为等轴晶系, 晶体呈偏三八面体, 二十四面体和变立方体, 集合体呈块状、粒状和致密状, 是由  $(\text{Si}, \text{Al})\text{O}_4$  四面体以顶角相连组成的格架构造, 为典型的笼状结构, 具有较大的开放性和巨大的内表面积。结构中的 Na 和 Ca 等阳离子与 Si-Al 骨干联系力较弱, 可被其他阳离子置换而不破坏晶格, 这一特性可用来除去重金属离子等有毒有害物质 (孔道效应)。沸石中的丝光沸石 (mordenite) 化学式:  $\text{Na}[\text{AlSi}_5\text{O}_{12}] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , 又称发光沸石, Si/Al 值 4.17 ~ 5。

[0003] 沸石已广泛应用于农牧业、环境保护、建材三大领域, 其主要用于重金属吸附, 如投入土壤作为重金属提取剂或吸附污水中的重金属。方沸石经过化学改性处理后, 更显示出独具特色的“离子筛”特性, 对重金属离子如 Cu、Pb、Zn、Ag、Fe 等具有选择吸附性, 非常适合于此类金属的提取。此外, 沸石还用于生产离子筛及橡塑助剂、生产硅铝化合物、杀菌剂特殊氧化剂等。

[0004] 目前沸石的工业生产使用的多为工业纯的化学试剂, 成本较高, 专利号为 CN89108240 的中国发明公开了气相法合成沸石的方法, 能耗大, 产量低。专利号为 CN201410641519 的中国发明公开了一种粉煤灰合成沸石的方法, 专利号为 CN201010511239 的中国发明公开了一种粉煤灰合成沸石去除污水中氮磷的方法, 其使用的原料均需在  $400^\circ\text{C}$  以上进行预先的热处理, 且添加剂较多, 反应条件较为苛刻, 反应过程复杂, 反应时间长, 产率较低。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种工艺简单, 成本低廉的沸石合成方法。

[0006] 为了达到上述目的, 本发明在低温下以廉价的土壤粘土矿物 (蒙脱石、伊利石) 为原料, 无需经过  $400^\circ\text{C}$  以上预先处理, 仅需通过添加简单的添加剂 (Na 源) 即可合成典型的沸石类产物 (方沸石)。

[0007] 本发明的的具体步骤如下:

[0008] 先以土壤粘土矿物为原料, 烘干并检测其中的元素含量; 以 NaOH 或 NaCl 为钠源并提供碱性环境; 再按照摩尔比量取  $\text{Na}:\text{Al} = 0.7 \sim 3:1$  称量土壤粘土矿物和钠源, 按照质量比水:土壤粘土矿物 =  $0.15 \sim 0.75:1$  称量水; 然后将 NaOH 或 NaOH 溶于水后加入土壤粘土矿物中; 接着将原料置于反应釜中, 在温度为  $120^\circ\text{C} \sim 240^\circ\text{C}$  的饱和水蒸汽下处理 4 ~ 12h, 最后干燥后, 即得反应产物沸石 (主要产物为方沸石, 另外还有丝光沸石)。

[0009] 上述土壤粘土矿物为市售的蒙脱石原料或伊利石原料。

[0010] 上述土壤粘土矿物为蒙脱石原料时,量取 Na :Al 的摩尔比为 1.5 ~ 3 :1。

[0011] 上述土壤粘土矿物为伊利石原料时,量取 Na :Al 的摩尔比为 0.7 ~ 2.5 :1。

[0012] 上述以 NaOH 或 NaCl 为钠源是按照摩尔比称量氯化钠 :氢氧化钠 = 0 ~ 2 :1。

[0013] 本发明的优点和效果是 :

[0014] 1,本发明所用合成方法与其它方沸石合成法相比,粘土矿物原料来源丰富,价格低廉,且可以只添加一种添加剂 NaOH,与粘土矿物用量相比,添加剂用量很少,基本不需要过量,合成得到较为纯粹的方沸石产物。

[0015] 2,由于本发明在低温 120℃ ~ 240℃ 的饱和水蒸汽下处理 4h 以内得到目标产物沸石,粘土矿物原料未经过预先高温处理,因此,生产工艺简便,经济效率高。

### 附图说明

[0016] 图 1 为本发明的蒙脱石原料的 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0017] 图 2 为本发明的伊利石原料的 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0018] 图 3 为本发明的蒙脱石原料在不同 Na/Al 下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0019] 图 4 为本发明的蒙脱石原料在不同液固比下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0020] 图 5 为本发明的蒙脱石原料不同反应时间产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0021] 图 6 为本发明的蒙脱石原料不同反应温度产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0022] 图 7 为本发明的伊利石原料在不同 Na/Al 下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0023] 图 8 为本发明的伊利石原料不同液固比下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0024] 图 9 为本发明的伊利石原料不同反应时间产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0025] 图 10 为本发明的伊利石原料不同反应温度产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0026] 图 11 为本发明的伊利石原料不同氢氧化钠和氯化钠下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱

[0027] 图 12 为本发明的蒙脱石原料在 Na/Al 为 2:1、液固比为 0.5、200℃ 下反应 12h 所得的产物的 FESEM 形貌。

### 具体实施方式

[0028] 本发明所有的实施例使用的土壤粘土矿物原料由河北省石家庄市灵寿县华润矿物粉体加工厂提供。

[0029] 其中蒙脱石原料的化学组成如下表所示 :

[0030]

化学组成	SiO <sub>2</sub>	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	ZnO	MnO
质量分数 (%)	73.0	2.50	12.9	2.06	1.99	2.59	0.17	0.20	0.01	0.03

[0031] 蒙脱石原料的主要化学成分为 SiO<sub>2</sub>、Na<sub>2</sub>O、MgO 和 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,另外,还含有少量的 CaO、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、K<sub>2</sub>O 和 TiO<sub>2</sub>。蒙脱石理想化学式为 (Al, Mg)<sub>2</sub>[Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>](OH)<sub>2</sub> · nH<sub>2</sub>O,结合化学成分分析可知,蒙脱石原料中有部分杂质,可能是由吸附及离子交换作用造成的少量杂质离子。其 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 1 所示,从图谱中,可以发现,蒙脱石原料中主要的物相组成

为贝得石 (Beidellite) 和方石英 (Cristobalite), 与元素分析得出的结果基本一致。

[0032] 本发明所有实施例所用的伊利石原料的化学组成如下表所示：

[0033]

化学组成	SiO <sub>2</sub>	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	ZnO	MnO
质量分数 (%)	61.9	3.74	14.2	4.98	10.1	0.09	2.24	0.70	0.01	0.04

[0034] 伊利石理想化学式为  $K_2(Al, Fe, Mg)_4(Si, Al)_8O_{20}(OH)_4 \cdot nH_2O$ , 其主要化学成分为 SiO<sub>2</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO 和 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 另外, 还含有少量的 CaO、Na<sub>2</sub>O、K<sub>2</sub>O 和 TiO<sub>2</sub> 等少量杂质。其 XRD 图谱如图 2 所示, 从图谱中, 可以发现, 该原料中主要的物相组成为石英 (Quartz)、滑石 (Talc) 和方解石 (Calcite)。

[0035] 实施例 1 ~ 3：

[0036] 该组实施例粘土矿物采用蒙脱石原料, 将 Na/Al 摩尔比调整如下表, 液固质量比固定为 0.5, 在 200℃ 的饱和水蒸汽下反应 12h。具体操作如下: 按照液固比 (去离子水与干燥蒙脱石原料的质量比) 为 0.5 分别称取去离子水和蒙脱石原料, 按照下表中 Na/Al 摩尔比称取氢氧化钠, 溶于去离子水后加入蒙脱石原料中, 搅拌均匀, 结成小颗粒, 放入高压反应釜中, 在 200℃ 的饱和水蒸汽下反应 12h, 风干后在 80℃ 下干燥 24h, 得到反应产物。

[0037] 实施例 1 ~ 3 原料配比及产物组成如下表所示：

[0038]

实施例	Na/Al	产物矿物组成
1	1.5 : 1	方沸石、丝光沸石
2	2 : 1	方沸石
3	3 : 1	方沸石

[0039] 该组实施例 1 ~ 3 表示不同 Na/Al 条件下得到反应产物, 其 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 3 所示。从图 3 中可以看出 Na/Al 摩尔比为 2 : 1 以上时, 生成较纯的方沸石晶相, 而当 Na/Al 为 3 : 1 时, 对应 XRD 图谱的峰最高最尖锐, 说明该配比下生成的方沸石结晶性最好。该组实施例 1 ~ 3 说明原料中 Na 与 Al 的摩尔比为 1.5 : 1 ~ 3 : 1 条件下能生成较纯的方沸石。

[0040] 实施例 4 ~ 7：

[0041] 该组实施例 4 ~ 7 采用蒙脱石原料, Na/Al 摩尔比为 2 : 1, 液固比按照下表调整, 在 200℃ 的饱和水蒸汽下反应 12h。具体操作如下：

[0042] 按照下表中不同的液固比分别称取去离子水和干燥的蒙脱石原料, 按照 Na/Al 为 2 : 1 称取氢氧化钠, 将氢氧化钠溶于去离子水后加入蒙脱石原料中, 搅拌均匀, 结成小颗粒, 放入高压反应釜中, 在 200℃ 的饱和水蒸汽下反应 12h, 风干后在 80℃ 下干燥 24h, 得到反应产物。

[0043] 实施例 4 ~ 7 原料配比及产物组成如下表所示：

[0044]

实施例	液固比	产物矿物组成
4	0.375	方沸石、丝光沸石
5	0.5	方沸石
6	0.625	方沸石
7	0.75	方沸石

[0045] 该组实施例 4 ~ 7 表示不同液固比条件下得到的产物的 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 4 所示。从图 4 中可以看出, 实施例 4 ~ 7 均生成了方沸石, 液固比为 0.5 以上, 方沸石的纯度高、结晶性好。说明在液固比为 0.5 ~ 0.75 范围内均能生成方沸石矿物。

[0046] 实施例 8 ~ 11 :

[0047] 该组实施例 8 ~ 11 采用蒙脱石原料, 原料中 Na/Al 固定为 2 : 1, 液固比为 0.5, 200℃ 的饱和水蒸汽下反应, 将反应时间改变如下表。具体操作如下 : 按照液固比为 0.5 分别称取去离子水和干燥的蒙脱石原料, 按照 Na/Al 为 2 : 1 称取氢氧化钠, 将氢氧化钠溶于去离子水后加入蒙脱石原料中, 搅拌均匀, 结成小颗粒, 放入高压反应釜中, 在 200℃ 的饱和水蒸汽下反应如下表的不同时间, 风干后在 80℃ 下干燥 24h, 得到反应产物。

[0048] 实施例 8 ~ 11 反应时间及产物组成如下表所示 :

[0049]

实施例	时间	产物矿物组成
8	4h	方沸石
9	8h	方沸石
10	10h	方沸石
11	12h	方沸石

[0050] 实施例 8 ~ 11 表示不同反应时间产物的 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 5 所示。从图 5 中可以看出, 反应时间为 4h 时, 即可清晰看到方沸石晶相, 说明反应到 4h 时方沸石开始生成, 随着时间的延长, 产物的衍射峰并没有明显的变化, 说明结晶性基本不变, 在 4h ~ 12h 的反应时间下均方沸石晶相, 在结晶性上没有明显区别。

[0051] 实施例 12 ~ 13 :

[0052] 该组实施例 12 ~ 13 采用蒙脱石原料, Na/Al 为 2 : 1, 液固比为 0.5, 在不同的反应温度下反应 10h, 具体操作如下 :

[0053] 以液固比为 0.5 分别称取去离子水和干燥的蒙脱石原料, 按照 Na/Al 为 2 : 1 称取氢氧化钠和蒙脱石原料, 氢氧化钠溶于去离子水后加入蒙脱石原料中, 搅拌均匀, 结成小颗粒, 放入高压反应釜中, 在下表所示的不同温度下反应 10h, 风干后在 80℃ 下干燥 24h, 得到反应产物。

[0054] 实施例 12 ~ 13 反应温度、该温度下的饱和蒸气压及产物组成如下表所示 :

[0055]

实施例	温度	饱和蒸气压	产物矿物组成
12	160℃	0.62MPa	方沸石、贝得石
13	200℃	1.55MPa	方沸石
14	240℃	3.34MPa	方沸石、长石

[0056] 该组实施例 12 ~ 13 表示不同反应温度条件下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 6 所示。从图 6 中可以看出在 160℃ 反应温度下,可观察到方沸石矿物的结晶峰开始出现,随着温度的升高,样品衍射峰不断增强,说明方沸石晶体结晶性逐渐提高,但 240℃ 时生成了杂质长石。该组实施例 12 ~ 13 说明在 160 ~ 240℃ 下均可生成方沸石矿物,只是产物纯度有所不同。

[0057] 实施例 15 ~ 18 :

[0058] 该组实施例 15 ~ 18 采用伊利石原料,Na/Al 摩尔比按照下表调整,固定液固比为 0.25,在 200℃ 的饱和水蒸汽下反应 12h。具体操作如下:

[0059] 按照液固比为 0.25 分别称取去离子水和干燥的伊利石原料,按照下表 Na/Al 称取氢氧化钠,氢氧化钠溶于去离子水后加入伊利石原料中,搅拌均匀,结成小颗粒,放入高压反应釜中,在 200℃ 的饱和水蒸汽反应 12h,风干后在 80℃ 下干燥 24h,得到反应产物。

[0060] 实施例 15 ~ 18 原料配比及产物组成如下表所示:

[0061]

实施例	Na/Al	产物矿物组成
15	0.7 : 1	方沸石、石英
16	1 : 1	方沸石
17	1.7 : 1	方沸石
18	2.5 : 1	方沸石

[0062] 该组实施例 15 ~ 18 表示不同 Na/Al 条件下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 7 所示。从图 7 中可以看出 Na/Al 摩尔比为 1 : 1 以上时,生成较纯的方沸石晶相,而当 Na/Al 为 1.7 : 1 时,对应 XRD 图谱的峰最高最尖锐,说明该配比下生成的方沸石结晶性最好,说明原料中 Na 与 Al 的摩尔比为 0.7 : 1 ~ 2.5 : 1 条件下能生成较纯的方沸石。

[0063] 实施例 19 ~ 22 :

[0064] 实施例 19 ~ 22 采用伊利石原料,Na/Al 摩尔比为 1.7 : 1,液固比如下表,在 200℃ 的饱和水蒸汽下反应 12h。具体操作如下:按照下表不同的液固比分别称取去离子水和干燥的伊利石原料,按 Na/Al 为 1.7 : 1 称取氢氧化钠,氢氧化钠溶于去离子水后加入伊利石原料中,搅拌均匀,结成小颗粒,放入高压反应釜中,在 200℃ 的饱和水蒸汽下反应 12h,风干后在 80℃ 下干燥 24h,得到反应产物。

[0065] 实施例 19 ~ 22 原料配比及产物组成如下表所示：

[0066]

实施例	液固比	产物矿物组成
19	0.15	方沸石
20	0.25	方沸石
21	0.3	方沸石
22	0.4	方沸石

[0067] 该组实施例 19 ~ 22 表示不同液固比条件下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 8 所示。从图 8 中可以看出,均生成了纯度高、结晶性好的方沸石,说明在液固比为 0.15 ~ 0.4 范围内均能生成方沸石矿物。

[0068] 实施例 23 ~ 26：

[0069] 该组实施例 23 ~ 26 用伊利石原料,Na/Al 为 1.7 :1,液固比为 0.3,200℃ 的反应温度下,改变反应时间进行,具体操作如下:按液固比为 0.3 分别称取去离子水和干燥的伊利石原料,按 Na/Al 为 1.7 :1 称取氢氧化钠和,氢氧化钠溶于去离子水后加入伊利石原料中,搅拌均匀,结成小颗粒,放入高压反应釜中,在 200℃ 的饱和水蒸汽下反应不同时间,风干后在 80℃ 下干燥 24h,得到反应产物。

[0070] 实施例 23 ~ 26 反应时间及产物组成如下表所示：

[0071]

实施例	时间	产物矿物组成
23	4h	方沸石
24	8h	方沸石
25	10h	方沸石
26	12h	方沸石

[0072] 该组实施例 23 ~ 26 表示不同反应时间产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 9 所示。从图 9 中可以看出,反应时间为 4h 时,即可清晰看到方沸石晶相,说明反应到 4h 时方沸石开始生成,随着时间的延长,产物的衍射峰并没有明显的变化,说明产物结晶性基本不变,该组实施例 23 ~ 26 表示在 4h ~ 12h 的反应时间下均方沸石晶相,在结晶性上没有明显区别。

[0073] 实施例 23 ~ 29：

[0074] 该组实施例 23 ~ 29 采用伊利石原料,Na/Al 为 1.7 :1,液固比为 0.3,在不同的反应温度下反应 10h,具体操作如下:按照液固比为 0.3 分别称取去离子水和干燥的伊利石原料,按照 Na/Al 为 1.7 :1 称取氢氧化钠,氢氧化钠溶于去离子水后加入伊利石原料中,搅拌均匀,结成小颗粒,放入高压反应釜中,在不同温度下反应 10h,风干后在 80℃ 下干燥 24h,



得到反应产物。

[0075] 实施例 23 ~ 29 反应温度、该温度下的饱和蒸气压及产物组成如下表所示：

[0076]

实施例	温度	饱和蒸气压	产物矿物组成
27	160°C	0.62MPa	方沸石、石英
28	200°C	1.55MPa	方沸石
29	240°C	3.34MPa	方沸石

[0077] 该组实施例 23 ~ 29 表示不同反应温度条件下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 10 所示。从图 10 中可以看出在 160°C 反应温度下,即可观察到方沸石矿物的结晶峰,说明方沸石晶体在该温度下即可生成,并且,随着温度的升高,样品衍射峰不断增强,说明方沸石晶体结晶性逐渐提高。该组实施例说明在 160 ~ 240°C 下均可生成方沸石矿物,只是产物结晶性有所不同。

[0078] 值得说明的是:在上述实施例 1 ~ 29 中,均以 NaOH 为添加剂提供 Na 源,其中实施例 2、5 和 11;实施例 10 和 13;实施例 17 和 20;实施例 21 和 26;实施例 25 和 28 是在完全相同的条件下进行的,多次列举是为了表述更加清晰,并且与 XRD 图谱相对应,方便读者理解。

[0079] 实施例 29 ~ 32:

[0080] 该组实施例 29 ~ 32 采用伊利石原料,Na/Al 为 1.7 :1,以 NaCl 部分替代 NaOH 为钠源,固定液固比为 0.3,在 200°C 的饱和水蒸汽下反应 10h,具体操作如下:

[0081] 按照液固比为 0.3 分别称取去离子水和干燥的伊利石原料,按照质量比氯化钠:氢氧化钠 = 0 ~ 2 :1 称取一定量的氢氧化钠和氯化钠,保证原料中 Na/Al 为 1.7 :1,将氢氧化钠和氯化钠溶于去离子水后加入伊利石原料中,搅拌均匀,结成小颗粒,放入高压反应釜中,在 200°C 的饱和水蒸汽下反应 10h,风干后在 80°C 下干燥 24h,得到反应产物。

[0082] 实施例 29 ~ 32 的不同氢氧化钠和氯化钠配比下产物组成如下表所示:

[0083]

实施例	NaOH :NaCl	产物矿物组成
29	1 :2	方沸石、石英
30	1 :1	方沸石、石英
31	2 :1	方沸石
32	全部为 NaOH	方沸石

[0084] 该组实施例 29 ~ 32 表示不同 NaOH :NaCl 下产物 X 射线粉末衍射 (XRD) 图谱如图 11 所示。从图 11 中可以看出各样品均观察到方沸石矿物的结晶峰,只是产物纯度有所不同,此组实施例 29 ~ 32 说明 NaCl 可以部分替代 NaOH 生成方沸石,但其活泼性较 NaOH

差。

[0085] 用蒙脱石原料, Na/Al 摩尔比为 2 :1 液固比为 0.5 在 200℃下反应 12h, 所得产物的 FESEM 形貌如图 12 所示, 该条件下生成的方沸石晶粒的形态为尺寸在 5 ~ 10 μm 左右形状较规则的小颗粒。

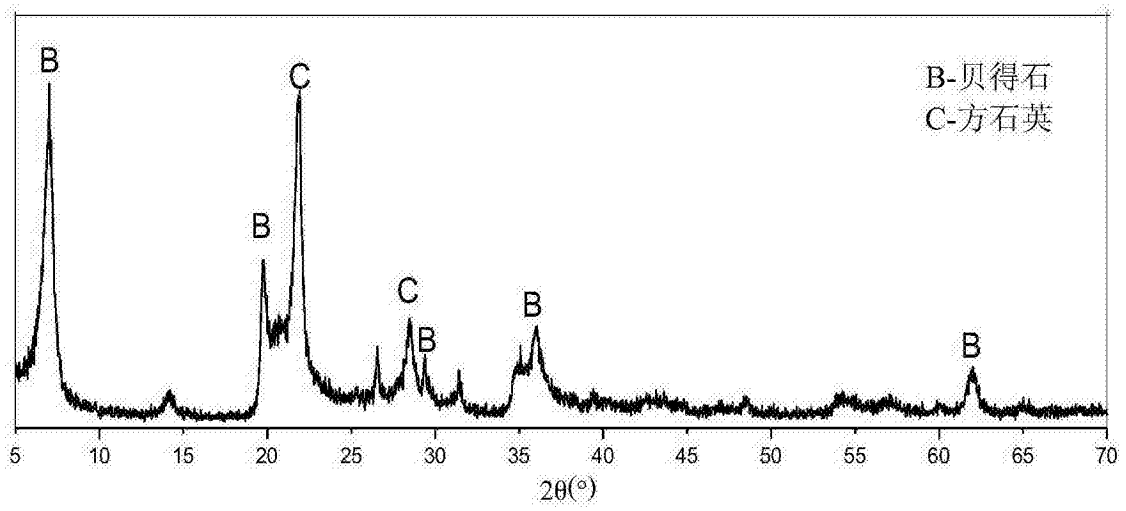


图 1

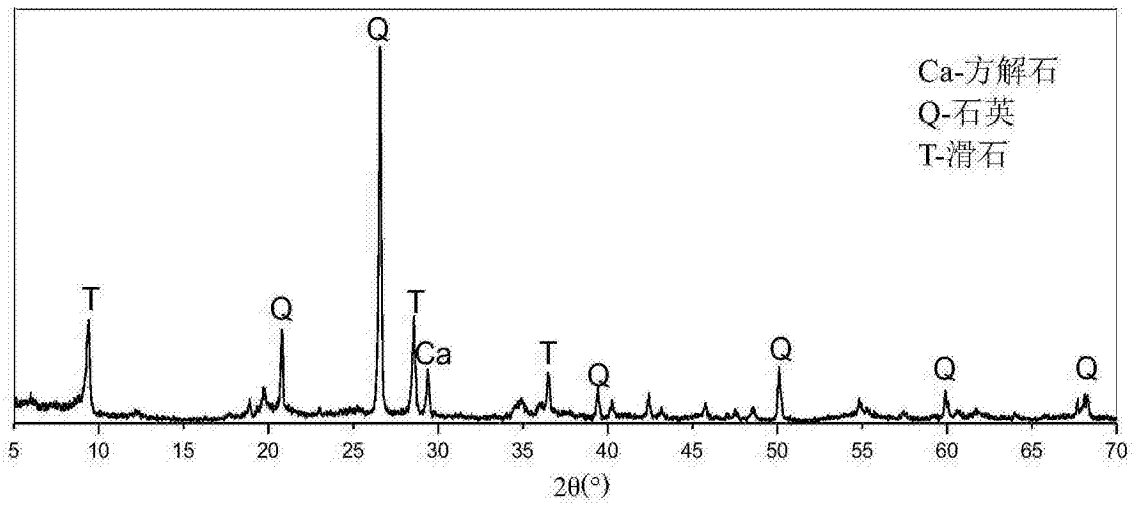


图 2

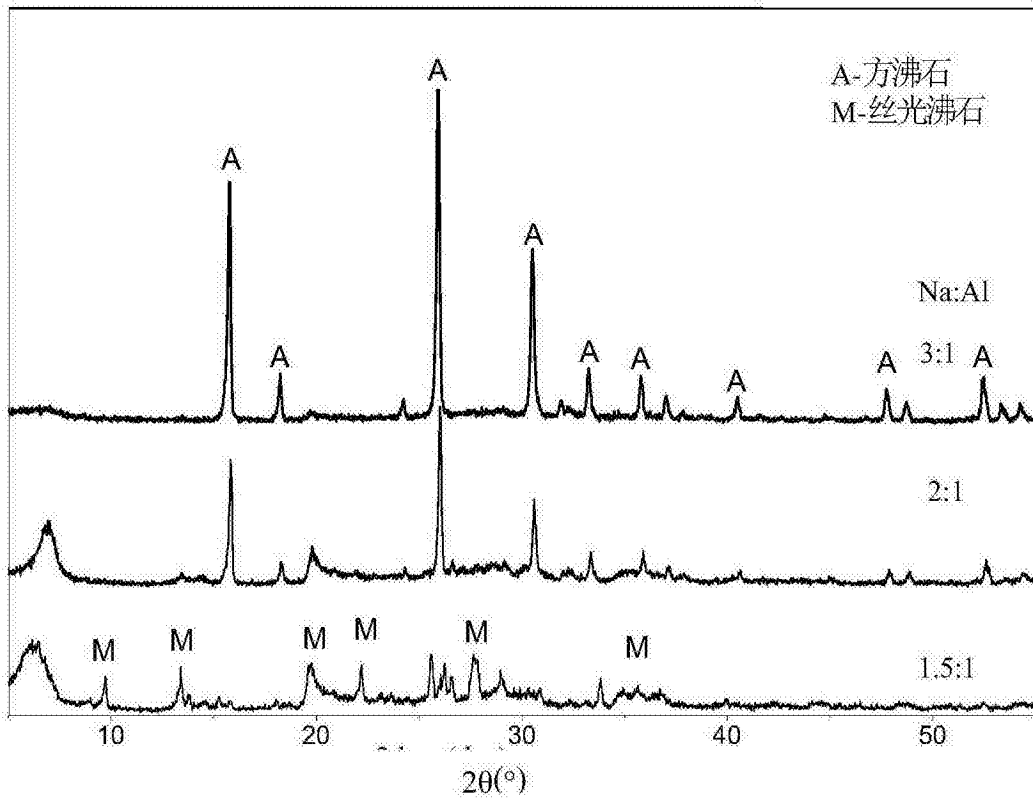


图 3

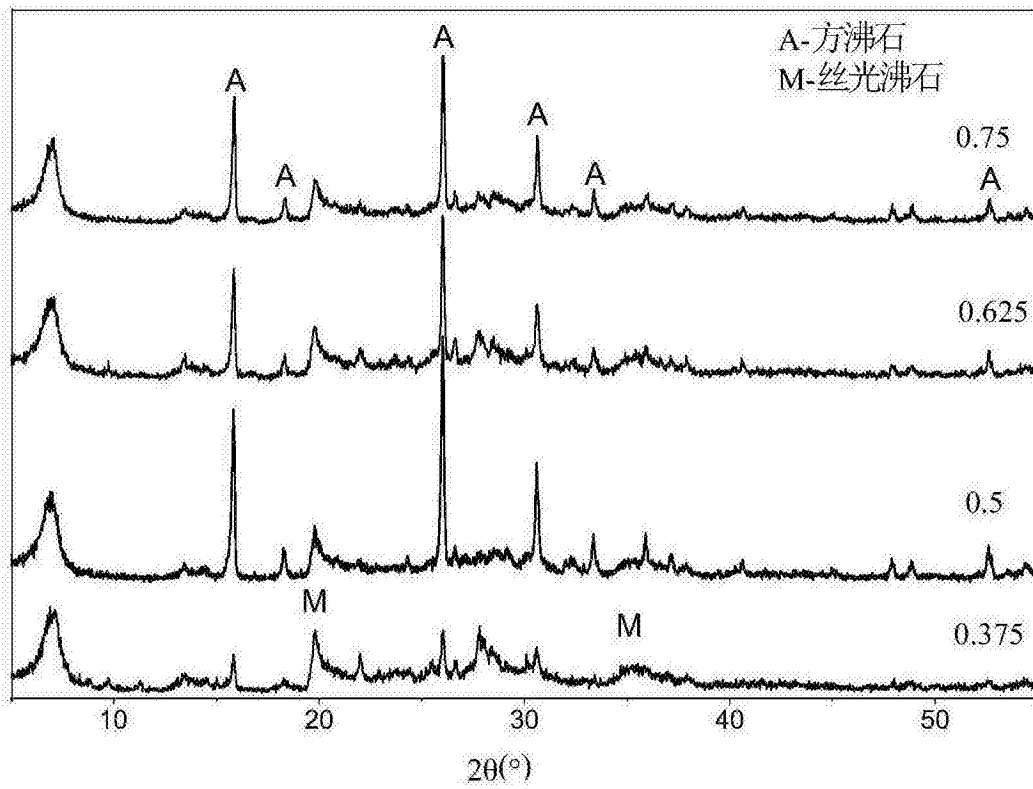


图 4

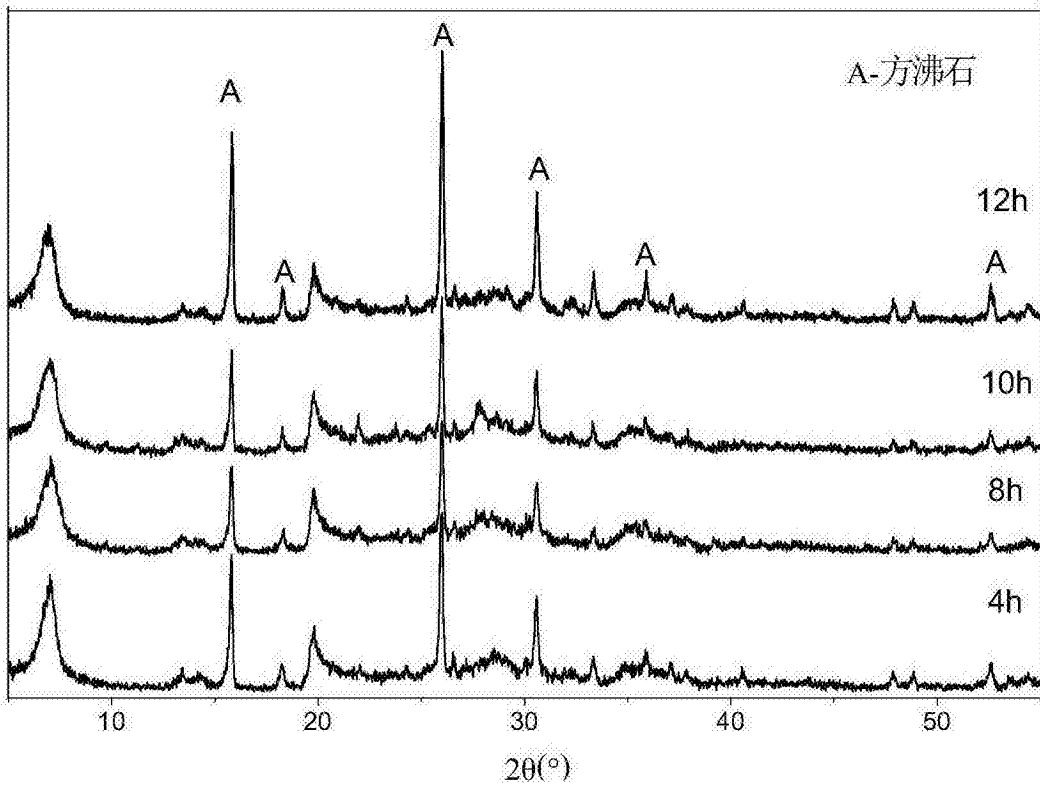


图 5

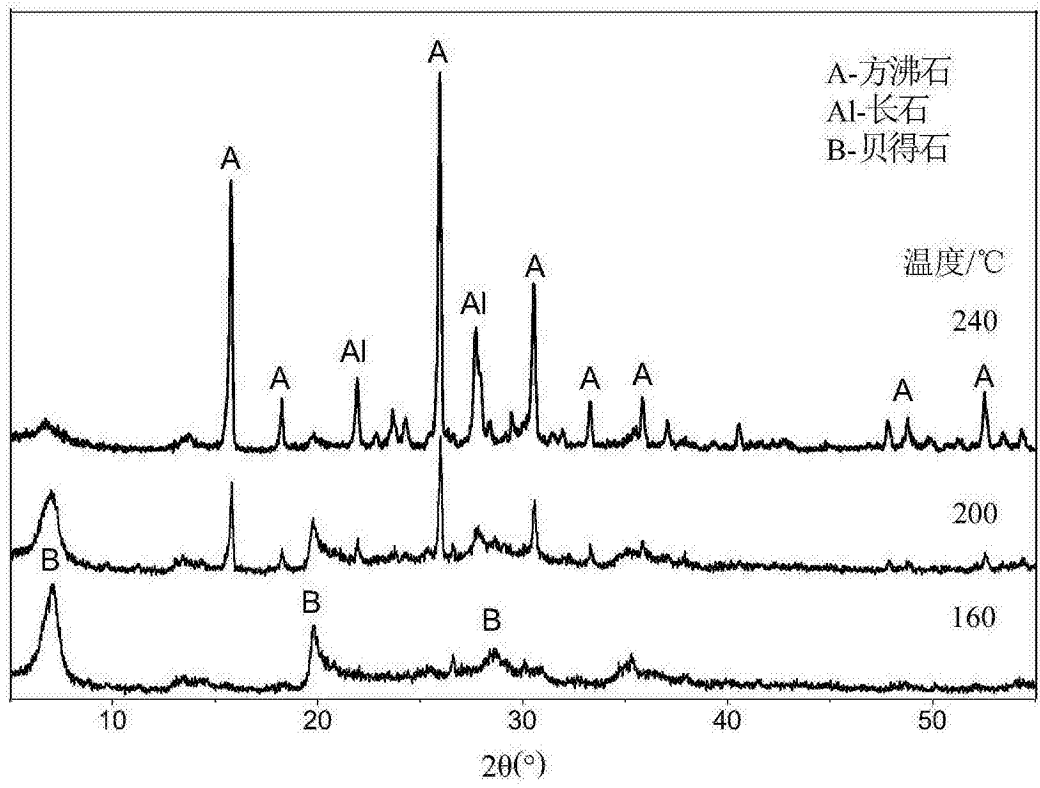


图 6

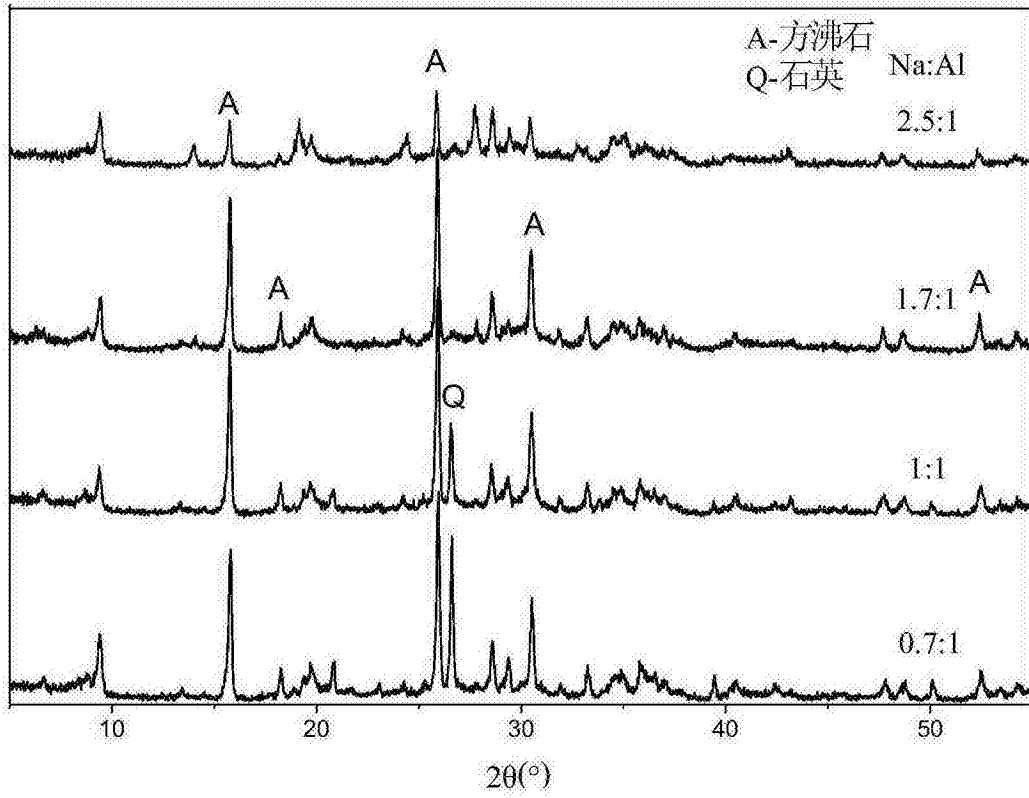


图 7

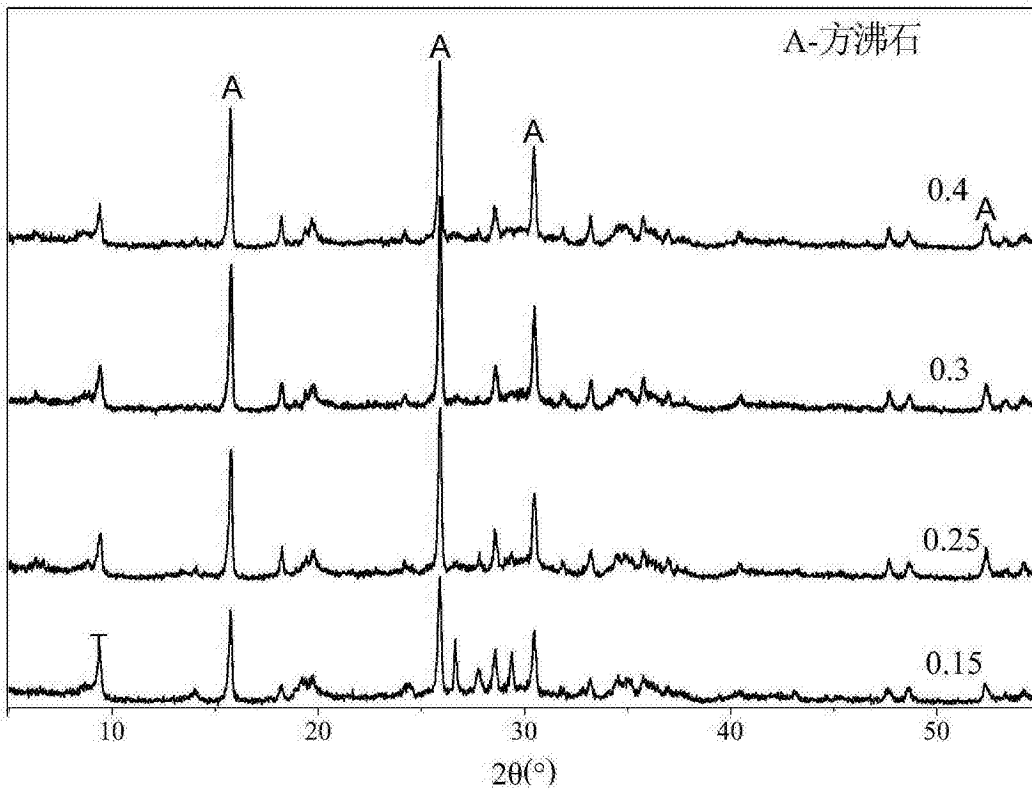


图 8

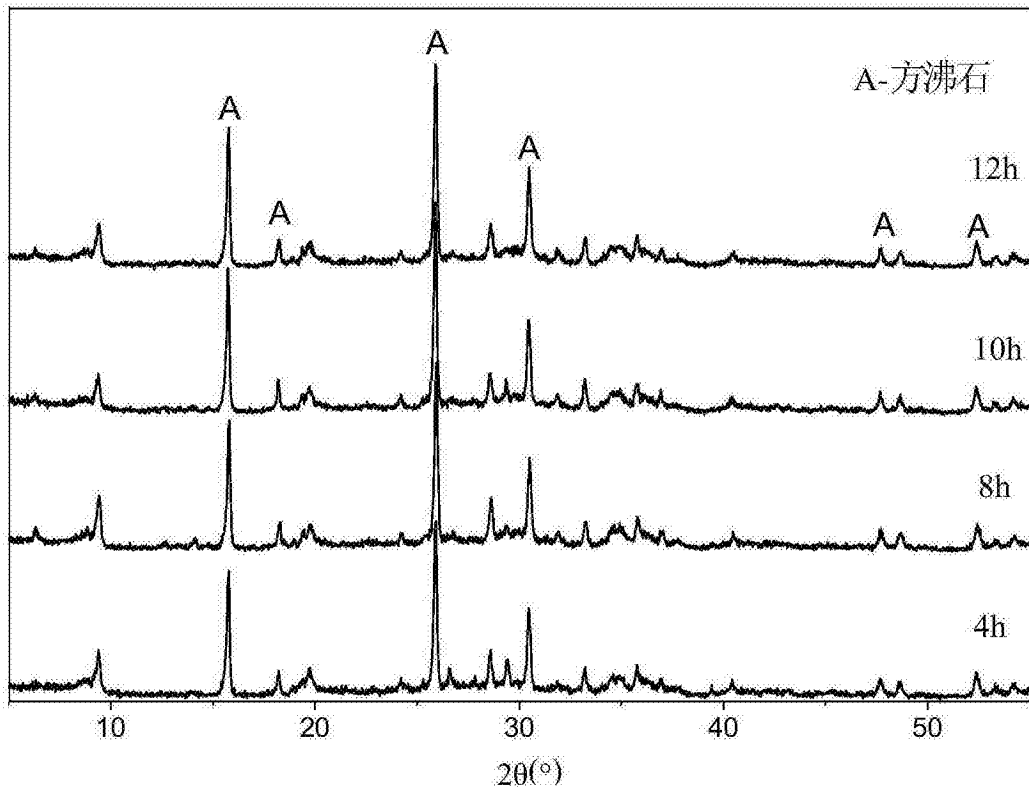


图 9

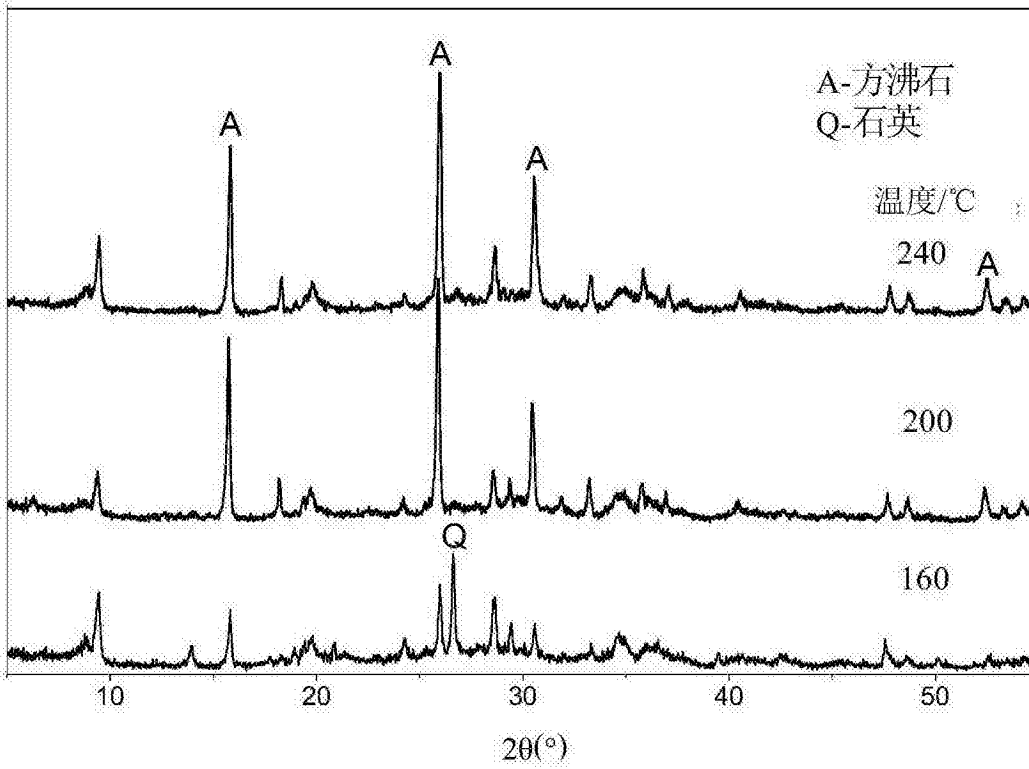


图 10

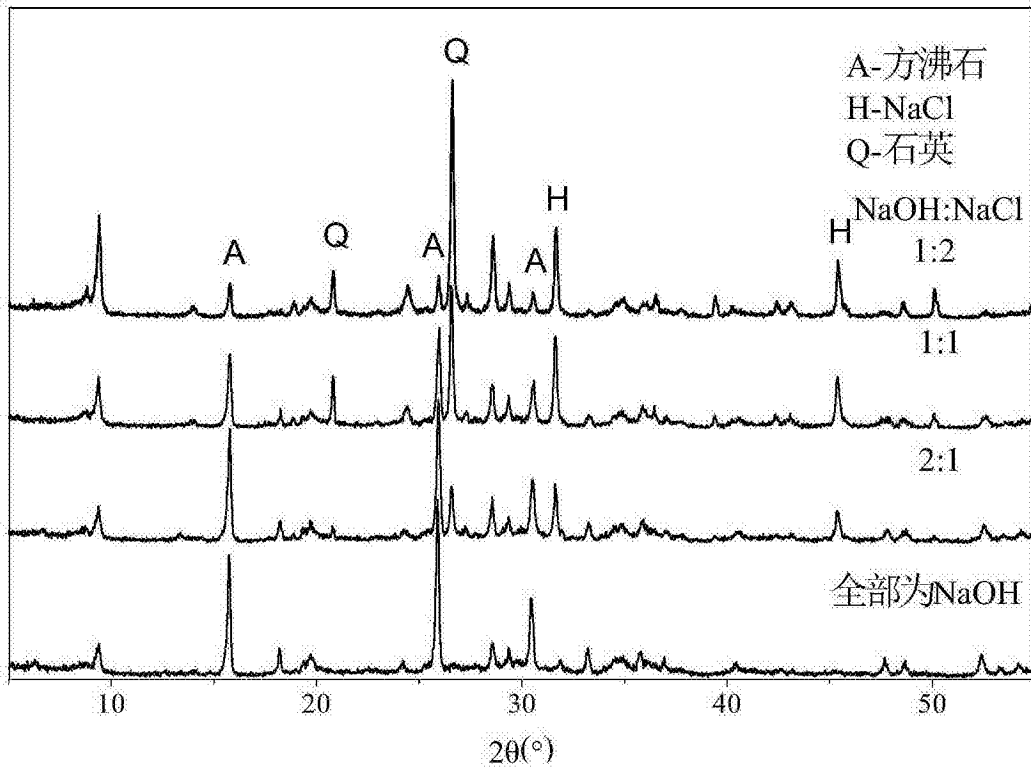


图 11

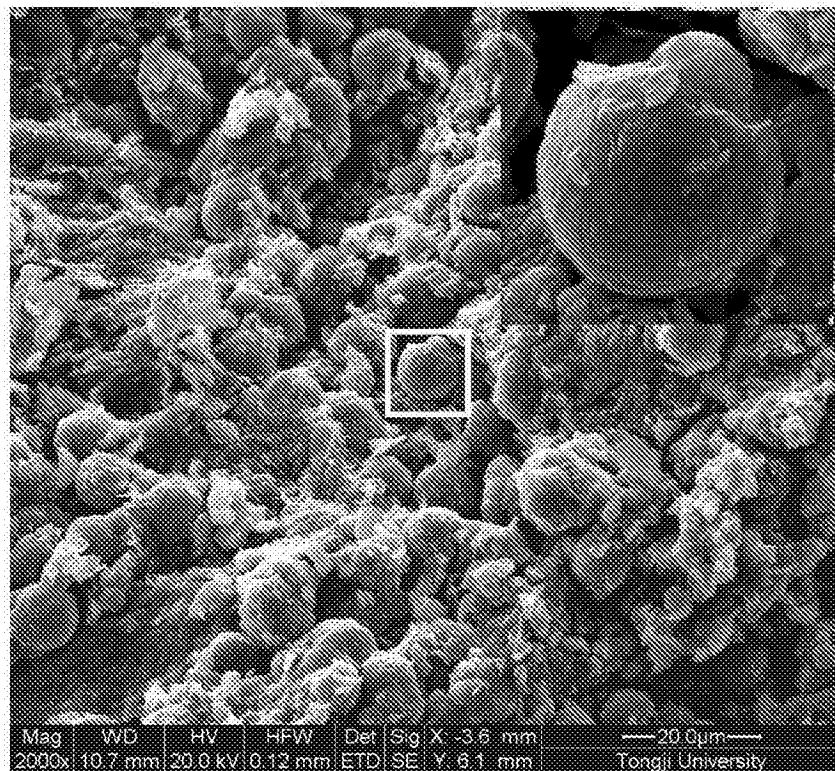


图 12