



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102303867 A

(43) 申请公布日 2012.01.04

(21) 申请号 201110234096.4

(22) 申请日 2011.08.16

(71) 申请人 浙江大学

地址 310027 浙江省杭州市西湖区浙大路
38号

(72) 发明人 陈雪刚 叶瑛 刘舒婷 张奥博
夏枚生 黄元凤 丁茜

(74) 专利代理机构 杭州求是专利事务所有限公
司 33200

代理人 张法高

(51) Int. Cl.

C01B 31/36 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法。它的步骤如下:1) 将10克天然硅藻土与1~5克碳原料充分混合研磨,得到碳硅混合物;2) 将碳硅混合物与1~5克金属还原剂粉末充分混合,并放入炉中,隔绝空气或在惰性气体的保护下500~800度煅烧15~120min;3) 将步骤2)的产物加入到0.05~1M的非氧化性酸溶液中,浸泡15~120min;经离心分离,水洗,固相烘干后,得到多孔碳化硅粉末。本发明提出的利用天然硅藻土制备多孔碳化硅的方法,工艺流程简单,碳化硅形成温度低,原材料成本低廉,是一项经济有效的利用硅藻土的方法。

1. 一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法,其特征在于它的步骤如下:
 - 1) 将 10 克天然硅藻土与 1 ~ 5 克碳原料充分混合研磨,得到碳硅混合物;
 - 2) 将碳硅混合物与 1 ~ 5 克金属还原剂粉末充分混合,并放入炉中,隔绝空气或在惰性气体的保护下 500 ~ 800 度煅烧 15 ~ 120 min;
 - 3) 将步骤 2) 的产物加入到 0.05 ~ 1 M 的非氧化性酸溶液中,浸泡 15 ~ 120 min;经离心分离,水洗,固相烘干后,得到多孔碳化硅粉末。
2. 根据权利要求 1 所述的一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法,其特征在于所述的硅藻土为天然产出的硅质岩石,其主要成分为无定形 SiO_2 。
3. 根据权利要求 1 所述的一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法,其特征在于所述的碳原料为碳纤维、炭黑、活性炭、碳纳米管、乙炔黑、膨胀石墨或石墨烯中的一种或几种。
4. 根据权利要求 1 所述的一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法,其特征在于所述的金属还原剂粉末为金属镁、金属铝或金属锌粉末中的一种或几种。
5. 根据权利要求 1 所述的一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法,其特征在于所述的惰性气体为氮气、二氧化碳或氩气。
6. 根据权利要求 1 所述的一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法,其特征在于所述的非氧化性酸为盐酸、磷酸、醋酸或稀硫酸。

一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及化合物的制备方法,尤其涉及一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法。

背景技术

[0002] 硅藻土是一种硅质岩石,是由硅藻死亡后经过 1 至 2 万年左右的堆积期形成的,主要分布在中国、美国、丹麦、法国、苏联、罗马尼亚等国。硅藻土化学成份主要是 SiO_2 , 含有少量 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CaO 、 MgO 、 K_2O 、 Na_2O 、 P_2O_5 和有机质。 SiO_2 通常占 80% 以上,最高可达 94%。硅藻土具有一些独特的性能,如多孔性、比表面积大、化学稳定性好等,在对原土进行粉碎、分选、煅烧、气流分级、去杂等加工工序改变其粒度分布状态及表面性质后,可适用于多种工业要求。硅藻土是一种十分重要的非金属矿产。目前广泛应用于化工生产中的触媒载体,油漆、橡胶、造纸中的填充料,食品工业中的过滤、漂白剂,隔热、隔音材料,以及石油精炼、陶瓷、玻璃、钢铁、冶金热处理等。

[0003] 碳化硅(SiC)又称金刚砂或耐火砂,是一种重要的半导体材料,一般通过二氧化硅与碳在 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 以上的高温中冶炼而成。碳化硅的结构稳定,硬度很大,具有优异的导热和导电、耐火、耐热和耐腐蚀性能。目前碳化硅在有色金属冶炼工业、钢铁行业、冶金选矿业、建材陶瓷、节能工业以及吸波材料领域都具有重要的用途。目前市售碳化硅一般具有较小的比表面积,从而限制了其广泛应用。因此,如何提高碳化硅的多孔性也是研究的重点的难点。

发明内容

[0004] 本发明的目的是克服现有技术的不足,提供一种利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法。

[0005] 利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法的步骤如下:

- 1) 将 10 克天然硅藻土与 1 ~ 5 克碳原料充分混合研磨,得到碳硅混合物;
- 2) 将碳硅混合物与 1 ~ 5 克金属还原剂粉末充分混合,并放入炉中,隔绝空气或在惰性气体的保护下 $500\text{ }^\circ\text{C} \sim 800\text{ }^\circ\text{C}$ 煅烧 15 ~ 120 min;
- 3) 将步骤 2) 的产物加入到 0.05 ~ 1 M 的非氧化性酸溶液中,浸泡 15 ~ 120 min;离心分离,水洗,固相烘干后,得到多孔碳化硅粉末。

[0006] 所述的硅藻土为天然产出的硅质岩石,其主要成分为无定形 SiO_2 ;所述的碳原料为碳纤维、炭黑、活性炭、碳纳米管、乙炔黑、膨胀石墨或石墨烯中的一种或几种;所述的金属还原剂粉末为金属镁、金属铝或金属锌粉末中的一种或几种;所述的惰性气体为氮气、二氧化碳或氩气;所述的非氧化性酸为盐酸、磷酸、醋酸或稀硫酸。

[0007] 本发明提出的利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法充分利用天然硅藻土为原材料,价格低廉,制备工艺流程非常简单,设备投资成本低。制得的碳化硅粉体呈多孔分布,密度低,吸附性能强,在吸波材料、水处理剂、金属冶炼等领域具有广泛的应用前景。

具体实施方式

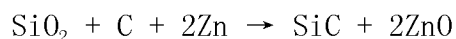
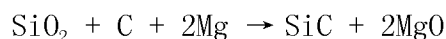
[0008] 碳化硅是一种重要的半导体材料,结构稳定,硬度很大,具有优异的导热和导电、耐火、耐热和耐腐蚀性能。目前碳化硅在有色金属冶炼工业、钢铁行业、冶金选矿行业、建材陶瓷、节能工业以及吸波材料领域都具有重要的用途。

[0009] 利用硅藻土制备多孔碳化硅的方法的步骤如下:

- 1) 将 10 克天然硅藻土与 1 ~ 5 克碳原料充分混合研磨,得到碳硅混合物;
- 2) 将碳硅混合物与 1 ~ 5 克金属还原剂粉末充分混合,并放入炉中,隔绝空气或在惰性气体的保护下 500 ~ 800 度煅烧 15 ~ 120 min;
- 3) 将步骤 2) 的产物加入到 0.05 ~ 1 M 的非氧化性酸溶液中,浸泡 15 ~ 120 min;经离心分离,水洗,固相烘干后,得到多孔碳化硅粉末。

[0010] 所述的硅藻土为天然产出的硅质岩石,其主要成分为无定形 SiO_2 ;所述的碳原料为碳纤维、炭黑、活性炭、碳纳米管、乙炔黑、膨胀石墨或石墨烯中的一种或几种;所述的金属还原剂粉末为金属镁、金属铝或金属锌粉末中的一种或几种;所述的惰性气体为氮气、二氧化碳或氩气;所述的非氧化性酸为盐酸、磷酸、醋酸或稀硫酸。

[0011] 本发明具体的反应方程式如下:



最后将反应产物在稀酸溶液中浸泡 15 ~ 120 min,金属氧化物被酸溶成为金属盐溶液,并去除了其中的氧化物杂质。金属氧化物被酸溶后留下的空洞使得固相产物呈多孔分布。固相产物经过滤烘干后即得到多孔碳化硅粉末。

[0012] 下面结合实施例进一步说明本发明。

[0013] 实施例 1: 以碳纤维为碳原料

- 1) 将 10 克天然硅藻土与 1 克碳纤维充分混合研磨,得到碳硅混合物;
- 2) 将碳硅混合物与 1 克镁粉充分混合,将得到的混合物放入炉中,隔绝空气 500 度煅烧 120 min;
- 3) 将步骤 2) 的产物加入到 0.05 M 的盐酸溶液中,浸泡 120 min;产物经离心分离,水洗,固相烘干后,得到多孔碳化硅粉末。

[0014] 实施例 2: 以炭黑为碳原料

- 1) 将 10 克天然硅藻土与 5 克炭黑充分混合研磨,得到碳硅混合物;
- 2) 将碳硅混合物与 5 克铝粉充分混合,将得到的混合物放入炉中,在氮气的保护下 800 度煅烧 15 min;
- 3) 将步骤 2) 的产物加入到 1 M 的磷酸溶液中,浸泡 15 min;产物经离心分离,水洗,固相烘干后,得到多孔碳化硅粉末。

[0015] 实施例 3: 以活性炭为碳原料

- 1) 将 10 克天然硅藻土与 2 克活性炭充分混合研磨,得到碳硅混合物;
- 2) 将碳硅混合物与 3 克锌粉充分混合,将得到的混合物放入炉中,在氩气的保护下 600 度煅烧 90 min;

3) 将步骤 2) 的产物加入到 0.1 M 的醋酸溶液中, 浸泡 90 min; 产物经离心分离, 水洗, 固相烘干后, 得到多孔碳化硅粉末。

[0016] 实施例 4: 以碳纳米管为碳原料

1) 将 10 克天然硅藻土与 3 克碳纳米管充分混合研磨, 得到碳硅混合物;

2) 将碳硅混合物与 2 克镁粉充分混合, 将得到的混合物放入炉中, 在二氧化碳的保护下 700 度煅烧 60 min;

3) 将步骤 2) 的产物加入到 0.2 M 的硫酸溶液中, 浸泡 60 min; 产物经离心分离, 水洗, 固相烘干后, 得到多孔碳化硅粉末。

[0017] 实施例 5: 以膨胀石墨为碳原料

1) 将 10 克天然硅藻土与 4 克膨胀石墨充分混合研磨, 得到碳硅混合物;

2) 将碳硅混合物与 4 克铝粉充分混合, 将得到的混合物放入炉中, 隔绝空气 550 度煅烧 30 min;

3) 将步骤 2) 的产物加入到 0.4 M 的盐酸溶液中, 浸泡 50 min; 产物经离心分离, 水洗, 固相烘干后, 得到多孔碳化硅粉末。

[0018] 实施例 6: 以乙炔黑为碳原料

1) 将 10 克天然硅藻土与 2.5 克乙炔黑充分混合研磨, 得到碳硅混合物;

2) 将碳硅混合物与 3 克锌粉充分混合, 将得到的混合物放入炉中, 在氮气的保护下 650 度煅烧 45 min;

3) 将步骤 2) 的产物加入到 0.6 M 的硫酸溶液中, 浸泡 40 min; 产物经离心分离, 水洗, 固相烘干后, 得到多孔碳化硅粉末。

[0019] 实施例 7: 以石墨烯为碳原料

1) 将 10 克天然硅藻土与 3.5 克石墨烯充分混合研磨, 得到碳硅混合物;

2) 将碳硅混合物与 2 克镁粉充分混合, 将得到的混合物放入炉中, 隔绝空气 750 度煅烧 75 min;

3) 将步骤 2) 的产物加入到 0.8 M 的盐酸溶液中, 浸泡 30 min; 产物经离心分离, 水洗, 固相烘干后, 得到多孔碳化硅粉末。