



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106315604 A

(43)申请公布日 2017.01.11

(21)申请号 201610698941.6

(22)申请日 2016.08.22

(71)申请人 浙江工业大学之江学院

地址 312000 浙江省绍兴市柯桥区柯桥街
道柯华路958号

(72)发明人 俞卫华 周春晖 童东绅

(74)专利代理机构 上海精晟知识产权代理有限
公司 31253

代理人 冯子玲

(51) Int. Cl.

C01B 33/26(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,包括如下步骤:1)将去离子水、可溶性镁盐、可溶性镁铝盐配制成水溶液,得到含镁铝的水溶液;2)将去离子水、硅源、磷酸氢二钠、氢氧化钠配制成含磷的硅酸乳液;3)将含镁铝的水溶液在强烈搅拌条件下与含磷的硅酸乳液混合,将该混合液放入晶化釜中恒温100-220℃晶化4-48h,冷却后,离心,水洗,干燥,破碎,过100目筛,得白色粉末状镁铝磷硅酸盐粉体材料产品。本发明制备的产品用途广泛,可应用于阻燃材料、催化剂载体、高聚物添加剂、水性增稠剂、流变助剂等。

1. 一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:1)将去离子水、可溶性镁盐、可溶性镁铝盐配制成水溶液,得到含镁铝的水溶液;2)将去离子水、硅源、磷酸氢二钠、氢氧化钠配制成含磷的硅酸乳液;3)将含镁铝的水溶液在强烈搅拌条件下与含磷的硅酸乳液混合,将该混合液放入晶化釜中恒温100-220℃晶化4-48h,冷却后,离心,水洗,干燥,破碎,过100目筛,得白色粉末状镁铝磷硅酸盐粉体材料产品。

2. 如权利要求1所述的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,其特征在于:所述的步骤1)的含镁铝的水溶液中,去离子水:可溶性镁盐中的镁元素:可溶性铝盐中的铝元素的质量比为80-310:3-5:0.12-1.5。

3. 如权利要求1所述的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,其特征在于:所述的步骤1)中可溶性镁盐为氯化镁、硝酸镁、醋酸镁中的任意一种。

4. 如权利要求1所述的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,其特征在于:所述的步骤1)中可溶性铝盐为氯化铝、硝酸铝、异丙醇铝中的任意一种。

5. 如权利要求1所述的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,其特征在于:所述的步骤2)的含磷的硅酸乳液中,去离子水:硅源中的二氧化硅:磷酸氢二钠:氢氧化钠的质量比为230-400:9-13:50-75:25-29。

6. 如权利要求1所述的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,其特征在于:所述的步骤2)中硅源为水玻璃、偏硅酸钠、气相二氧化硅、正硅酸乙酯中的任意一种。

7. 如权利要求1所述的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,其特征在于:所述的步骤3)中晶化温度为100~220℃,晶化时间为4~48h,干燥温度为60~120℃,干燥时间为6~24h。

一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法

[0001]

技术领域

[0002] 本发明涉及一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法。

背景技术

[0003] 自然界中存在不同化学组成和结构的多种含镁铝的硅酸盐矿物,如凹凸棒石、蛇纹石、滑石、绿泥石、辉石等。绿泥石中有蒙脱石、水辉石和镁皂石。水辉石和镁皂石具有特殊的层状结构和性质,如阳离子交换性、单位半晶胞层电荷低、表面富有羟基,可根据工业需要进行改性修饰。但自然界中天然的水辉石和镁皂石资源非常稀少,且杂质含量高,难以提纯。因此,天然的水辉石和镁皂石,特别是镁皂石在工业中的应用受到限制。虽然已有文献报道,国内外的研究者可以通过模拟自然环境和模仿水辉石 $\text{Na}_x[(\text{Mg}_{3-x}\text{Li}_x)(\text{Si}_{4-x}\text{Al}_x)\text{O}_{10}(\text{OH})_2]$ 和镁皂石 $\text{Na}_x[(\text{Mg}_3)(\text{Si}_{4-x}\text{Al}_x)\text{O}_{10}(\text{OH})_2](0.1 \leq x < 0.8)$ 的结构,用水热方法合成镁铝硅酸盐矿物,并应用于催化剂载体、高聚物添加剂、凝胶等,然而,人类对于仿水辉石和仿镁皂石等镁铝硅酸盐矿物的合成机理缺乏深入的认识,合成方法有待改进和创新,目前,产品质量不能满足工业要求,而且产品种类少,未能满足多种需求,也未见有文献报道用人工方法合成含镁铝磷的硅酸盐矿物。

发明内容

[0004] 本发明目的在于提供了一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法。本发明制备得到的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料具有广泛的应用,可应用于阻燃材料、催化剂载体、高聚物添加剂、水性增稠剂、流变助剂等。

[0005] 本发明为了解决其技术问题所采用的技术方案是:

一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,包括如下步骤:1)将去离子水、可溶性镁盐、可溶性镁铝盐配制成水溶液,得到含镁铝的水溶液;2)将去离子水、硅源、磷酸氢二钠、氢氧化钠配制成含磷的硅酸乳液;3)将含镁铝的水溶液在强烈搅拌条件下与含磷的硅酸乳液混合,将该混合液放入晶化釜中恒温100-220℃晶化4-48h,冷却后,离心,水洗,干燥,破碎,过100目筛,得白色粉末状镁铝磷硅酸盐粉体材料产品。

[0006] 所述的步骤1)的含镁铝的水溶液中,去离子水:可溶性镁盐中的镁元素:可溶性铝盐中的铝元素的质量比为80-310:3-5:0.12-1.5。

[0007] 所述的步骤1)中可溶性镁盐为氯化镁、硝酸镁、醋酸镁中的任意一种。

[0008] 所述的步骤1)中可溶性铝盐为氯化铝、硝酸铝、异丙醇铝中的任意一种。

[0009] 所述的步骤2)的含磷的硅酸乳液中,去离子水:硅源中的二氧化硅:磷酸氢二钠:氢氧化钠的质量比为230-400:9-13:50-75:25-29。

[0010] 所述的步骤2)中硅源为水玻璃、偏硅酸钠、气相二氧化硅、正硅酸乙酯中的任意一种。

[0011] 所述的步骤3)中晶化温度为100~220℃,晶化时间为4~48h,干燥温度为60~120℃,干燥时间为6~24h。

[0012] 本发明的有益效果是:本发明制备得到的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料具有广泛的应用,可应用于阻燃材料、催化剂载体、高聚物添加剂、水性增稠剂、流变助剂等。例如,质量分数为2-4%的含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的水乳液,在转速5-50rpm时,粘度可以达到7000-400mpa·s,具有优良的水性增稠效果。

具体实施方式

[0013] 下面以具体实施例对本发明的技术方案做进一步说明,但本发明的保护范围不限于此:

实施例1

本实施例的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,包括如下步骤:

1)按去离子水:可溶性镁盐中的镁元素:可溶性铝盐中的铝元素的质量比为80:3:0.12,将去离子水66g、六水氯化镁25.4g、六水氯化铝1.1g混合,配制成含镁铝的水溶液。

[0014] 2)按去离子水:气相二氧化硅:磷酸氢二钠:氢氧化钠的质量比为230:9:50:25,将去离子水230g、气相二氧化硅9g、磷酸氢二钠50g、氢氧化钠25g混合,配制成含磷的硅酸乳液。

[0015] 3)将步骤1)中含镁铝的水溶液在强烈搅拌条件下与步骤2)中含磷的硅酸乳液混合,将该混合液放入晶化釜,并在220℃晶化4h后,冷却,离心,水洗,60℃干燥为6h,破碎,过100目筛,得到含镁铝磷的硅酸盐粉体材料。将该粉体材料配制成质量分数为4%的水乳液,静置48h后,在转速为5rpm时,用旋转粘度计测得粘度为6820mpa·s。

[0016] 实施例2

本实施例的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,包括如下步骤:

1)按去离子水:可溶性镁盐中的镁元素:可溶性铝盐中的铝元素的质量比为150:3.5:0.6,将去离子水132g、六水硝酸镁37.3g、六水氯化铝5.4g混合,配制成含镁铝的水溶液。

[0017] 2)按去离子水:水玻璃中的二氧化硅:磷酸氢二钠:氢氧化钠的质量比为300:10:60:26,将去离子水278g、水玻璃(27wt%NaOH)37g、磷酸氢二钠60g、氢氧化钠20.8g混合,配制成含磷的硅酸乳液。

[0018] 3)将步骤1)中含镁铝的水溶液在强烈搅拌条件下与步骤2)中含磷的硅酸乳液混合,将该混合液放入晶化釜,并在180℃晶化24h后,冷却,离心,水洗,80℃干燥为20h,破碎,过100目筛,得含镁铝磷的硅酸盐粉体材料。将该粉体材料配制成质量分数为3%的水乳液,静置24h后,在转速为10rpm时,用旋转粘度计测得粘度为5900mpa·s。

[0019]

实施例3

本实施例的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,包括如下步骤:

1)按去离子水:可溶性镁盐中的镁元素:可溶性铝盐中的铝元素的质量比为250:4:1,将去离子水232g、四水醋酸镁31.7g、九水硝酸铝13.9g混合,配制成含镁铝的水溶液。

[0020] 2)按去离子水:正硅酸乙酯中的二氧化硅(正硅酸乙酯换算成二氧化硅):磷酸氢二钠:氢氧化钠的质量比为350:11:70:27,将去离子水350g、正硅酸乙酯40.7g、磷酸氢二钠

70g、氢氧化钠27g混合,配制成含磷的硅酸乳液。

[0021] 3)将步骤1)中含镁铝的水溶液在强烈搅拌条件下与步骤2)中含磷的硅酸乳液混合,将该混合液放入晶化釜,并在150℃晶化30h后,冷却,离心,水洗,100℃干燥为12h,破碎,过100目筛,得含镁铝磷的硅酸盐粉体材料。将该粉体材料配制成质量分数为3%的水乳液,静置20h后,在转速为40rpm时,用旋转粘度计测得粘度为513mpa·s。

[0022]

实施例4

本实施例的一种含镁铝磷的硅酸盐粉体材料的制备方法,包括如下步骤:

1)按去离子水:可溶性镁盐中的镁元素:可溶性铝盐中的铝元素的质量比为310:5:1.5,将去离子水288g、六水氯化镁42.3g、异丙醇铝11.3g混合,配制成含镁铝的水溶液。

[0023] 2)按去离子水、九水偏硅酸钠中二氧化硅、磷酸氢二钠和氢氧化钠的质量比为400:13:75:29,将去离子水365g、九水偏硅酸钠61.6g、磷酸氢二钠75g、氢氧化钠29g混合,配制成含磷的硅酸乳液。

[0024] 3)将步骤1)中含镁铝的水溶液在强烈搅拌条件下与步骤2)中含磷的硅酸乳液混合,将该混合液放入晶化釜,并在100℃晶化48h后,冷却,离心,水洗,120℃干燥为24h,破碎,过100目筛,得含镁铝磷的硅酸盐粉体材料。将该粉体材料配制成质量分数为2%的水乳液,静置36h后,在转速为50rpm时,用旋转粘度计测得粘度为412mpa·s。