



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101704531 B

(45) 授权公告日 2011.09.28

(21) 申请号 200910063715.0

第 7 行至第 16 行 .

(22) 申请日 2009.08.25

王毓华等 . 金属离子对细粒铝硅酸盐矿物分散行为的影响 . 《金属矿山》. 2007, (第 371 期), 第 39 页右栏第 2 行至第 12 行 .

(73) 专利权人 中国地质大学 (武汉)

地址 430074 湖北省武汉市洪山区鲁磨路 388 号

审查员 韩宇

(72) 发明人 韩利雄 严春杰 肖国琪

(74) 专利代理机构 湖北武汉永嘉专利代理有限公司 42102

代理人 唐万荣

(51) Int. Cl.

C01B 33/26 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1080569 A, 1994.01.12, 实施例 1.

US 5215575 A, 1993.06.01, 实施例 9.

CN 101016157 A, 2007.08.15, 说明书第 7 页

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 3 页

(54) 发明名称

一种高纯埃洛石的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种高纯埃洛石的制备方法,属于矿物深加工领域。一种高纯埃洛石的制备方法,其特征在于它包括如下步骤:1) 将埃洛石含量大于 30% (质量) 的原矿和水配成浓度为 5~10% (质量) 的悬浮液;2) 按无水碳酸钠的加入量为悬浮液质量的 0.1~0.3%, 选取无水碳酸钠, 备用;向悬浮液中加入无水碳酸钠, 再向悬浮液中加入六偏磷酸钠或低分子量聚丙烯酸钠, 机械搅拌 20~40min, 得到浆体;3) 将搅拌后的浆体放入离心机中离心分离, 转速 1000~1500r/min, 时间 3~5min;离心后, 将下层沉淀除去, 取上层悬浮液, 再次离心, 转速 2500~3000r/min, 时间 3~5min;4) 取第二次离心的沉淀物, 105℃烘干, 得到高纯埃洛石。该方法得到的埃洛石的纯度高。

1. 一种高纯埃洛石的制备方法,其特征在于它包括如下步骤:

1) 将埃洛石含量大于 30% (质量) 的原矿和水配成浓度为 5 ~ 10% (质量) 的悬浮液;

2) 按无水碳酸钠的加入量为悬浮液质量的 0.1 ~ 0.3%, 选取无水碳酸钠, 备用; 按六偏磷酸钠的加入量为原矿质量的 0.2 ~ 1%, 选取六偏磷酸钠, 备用; 按低分子量聚丙烯酸钠的加入量为原矿质量的 0.02 ~ 0.1%, 选取低分子量聚丙烯酸钠, 备用;

向悬浮液中加入无水碳酸钠, 再向悬浮液中加入六偏磷酸钠或低分子量聚丙烯酸钠, 机械搅拌 20 ~ 40min, 得到浆体;

3) 将搅拌后的浆体放入离心机中离心分离, 转速 1000 ~ 1500r/min, 时间 3 ~ 5min; 离心后, 将下层沉淀除去, 取上层悬浮液, 再次离心, 转速 2500 ~ 3000r/min, 时间 3 ~ 5min;

4) 取第二次离心的沉淀物, 105°C 烘干, 得到高纯埃洛石。

2. 根据权利要求 1 所述的一种高纯埃洛石的制备方法, 其特征在于: 低分子量聚丙烯酸钠的分子量为 3000 ~ 5000。

一种高纯埃洛石的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种高纯埃洛石的制备方法（提纯方法），属于矿物深加工领域。

技术背景

[0002] 埃洛石属单斜晶系的含水层状结构硅酸盐矿物，晶体结构相似于高岭石，也属 1 : 1 型结构单元层的二八面体型结构，化学成分为 $Al_4[Si_4O_{10}](OH)_8 \cdot 4H_2O$ ，与高岭石相同，但层间含有水分，故亦称多水高岭石。水分子易于脱失，全部脱失后称变埃洛石，与高岭石成同质多象。在一些粘土矿物学专著中，将埃洛石 (halloysite)、高岭石 (kaolinite)、地开石 (dickite) 和珍珠陶石 (nacrite) 等矿物统称为“高岭石族”，俗称高岭土。

[0003] 埃洛石一般由多个片层卷曲而成，管外径为 10 ~ 50nm，内径为 5 ~ 20nm，长度为 2 ~ 40 μm ，晶层数为 15 ~ 40，至少在一维方向具有纳米效应，又具有高比表面积和高负电荷外表面，因而拥有较优的吸附、孔道过滤、层间离子交换杀菌等性能，可用于废水、废气以及某些废渣的处理。

[0004] 自然界中埃洛石矿多与粘土矿物共存，如高岭石、伊利石、绿泥石、三水铝石等，由于它们物化性能比较接近，一般方法难以区分，因而埃洛石常被混在其它粘土矿物当中，很少被单独应用。

[0005] 目前关于埃洛石研究的文献资料很少，且多为矿物学研究，而对其提纯、制备的专利文章则几乎没有。近些年，随着矿物纳米材料的兴起，埃洛石的特殊结构也引起了人们的重视。

[0006] 天然高岭土中通常含有一定量的埃洛石，局部地区埃洛石含量甚至可达 40 ~ 50%（质量），另外还含有伊利石、三水铝石、石英、长石等杂质矿物。通过分选提纯，除去其中三水铝石、石英、长石等硬质矿物和高岭土、伊利石等粘土矿物，可制备得到埃洛石产品。但由于埃洛石和高岭石、伊利石同属于粘土矿物，物化性能十分接近，通过目前的常规选矿方法很难将埃洛石分选出来，获得高纯度的埃洛石。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供一种高纯埃洛石的制备方法，该方法得到的埃洛石的纯度高。

[0008] 为了实现上述目的，本发明的技术方案是：一种高纯埃洛石的制备方法，其特征在于它包括如下步骤：

[0009] 1) 将埃洛石含量大于 30%（质量）的原矿（如天然高岭土，主要包括埃洛石、高岭石、伊利石、三水铝石、石英、长石）和水配成浓度为 5 ~ 10%（质量）的悬浮液（表示 100g 悬浮液中含 5 ~ 10g 原矿）；

[0010] 2) 按无水碳酸钠的加入量为悬浮液质量的 0.1 ~ 0.3%，选取无水碳酸钠，备用；按六偏磷酸钠的加入量为原矿质量的 0.2 ~ 1%，选取六偏磷酸钠，备用；按低分子量聚丙烯酸钠（分子量为 3000 ~ 5000）的加入量为原矿质量的 0.02 ~ 0.1%，选取低分子量聚丙烯

烯酸钠,备用;

[0011] 向悬浮液中加入无水碳酸钠,再向悬浮液中加入六偏磷酸钠或低分子量聚丙烯酸钠,机械搅拌 20 ~ 40min,得到浆体;

[0012] 3) 将搅拌后的浆体放入离心机中离心分离,转速 1000 ~ 1500r/min,时间 3 ~ 5min;离心后,将下层沉淀除去,取上层悬浮液,再次离心,转速 2500 ~ 3000r/min,时间 3 ~ 5min;

[0013] 4) 取第二次离心的沉淀物,105℃烘干,得到高纯埃洛石(产品)。

[0014] 本发明的有益效果是:利用埃洛石特殊的水化性能,可以在水中获得极强的分散悬浮性,然后通过高速离心,去除原矿中含有的高岭土、伊利石和其它重质矿物,从而得到高纯度的埃洛石产品。本发明关键之一在于最佳分散条件,在此条件下,样品充分分散,埃洛石与其它矿物彻底分离,形成最佳沉降差,从而达到最佳分离效率和分离效果。本发明的关键之二在于离心转速的选择,通过大量试验发现,第一次离心转速在 1000 ~ 1500r/min、第二次离心转速在 2500 ~ 3000r/min 时,分离效果最佳。本发明的关键之三在于提纯条件的最佳配合,经过大量试验发现,只有在本发明条件下,才可以得到高纯度的埃洛石产品,埃洛石的纯度大于 90%(质量)。本发明工艺简单,操作方便,制备成本低,提纯效率高,尤其是制备的埃洛石纯度非常高。

附图说明

[0015] 图 1 是原矿的 XRD 图谱;

[0016] 图 2 是本发明实施例 1 所得到的产品的 XRD 图谱;

[0017] 图 3 是本发明实施例 2 所得到的产品的 XRD 图谱;

[0018] 图 4 是本发明实施例 3 所得到的产品的 XRD 图谱;

[0019] 图 5 是本发明实施例 1 所得到的产品的场发射扫描电镜照片。

具体实施方式

[0020] 为了更好地理解本发明,下面结合实例进一步阐明本发明的内容,但本发明不仅局限于下面的实施例。

[0021] 实施例 1:

[0022] 一种高纯埃洛石的制备方法,它包括如下步骤:

[0023] 1) 将埃洛石含量大于 30%(质量)的原矿(如天然高岭土,主要包括埃洛石、高岭石、伊利石、三水铝石、石英、长石,见图 1)和水配成浓度为 5%(质量)的悬浮液(表示 100g 悬浮液中含 5g 原矿);

[0024] 2) 按无水碳酸钠的加入量为悬浮液质量的 0.1%,选取无水碳酸钠,备用;按六偏磷酸钠的加入量为原矿质量的 0.2%,选取六偏磷酸钠,备用;

[0025] 向悬浮液中加入无水碳酸钠和六偏磷酸钠,机械搅拌 20min,得到浆体;

[0026] 3) 将搅拌后的浆体放入离心机中离心分离,转速 1000r/min,时间 3min;离心后,将下层沉淀除去,取上层悬浮液,再次离心,转速 2500r/min,时间 3min;

[0027] 4) 取第二次离心的沉淀物,105℃烘干,得到高纯埃洛石(产品),产品的 XRD 图谱如图 2 所示,可以看出,图谱中几乎未见其它杂质峰,埃洛石产品的纯度大于 90%(质量)。

产品的场发射扫描电镜照片如图 5 所示,图中可见明显的多层空心管状结构,是典型的埃洛石微观形貌特征。

[0028] 实施例 2:

[0029] 一种高纯埃洛石的制备方法,它包括如下步骤:

[0030] 1) 将埃洛石含量大于 30% (质量) 的原矿 (如天然高岭土,主要包括埃洛石、高岭石、伊利石、三水铝石、石英、长石,见图 1) 和水配成浓度为 10% (质量) 的悬浮液 (表示 100g 悬浮液中含 10g 原矿);

[0031] 2) 按无水碳酸钠的加入量为悬浮液质量的 0.3%,选取无水碳酸钠,备用;按低分子量聚丙烯酸钠 (分子量在 3000 ~ 5000) 的加入量为原矿质量的 0.1%,选取低分子量聚丙烯酸钠,备用;

[0032] 向悬浮液中加入无水碳酸钠,再向悬浮液中加入低分子量聚丙烯酸钠,机械搅拌 20 ~ 40min,得到浆体;

[0033] 3) 将搅拌后的浆体放入离心机中离心分离,转速 1500r/min,时间 5min;离心后,将下层沉淀除去,取上层悬浮液,再次离心,转速 3000r/min,时间 5min;

[0034] 4) 取第二次离心的沉淀物,105℃烘干,得到高纯埃洛石 (产品)。产品的 XRD 图谱如图 3 所示,可以看出,图谱中几乎未见其它杂质峰,埃洛石产品的纯度大于 90% (质量)。

[0035] 实施例 3:

[0036] 一种高纯埃洛石的制备方法,它包括如下步骤:

[0037] 1) 将埃洛石含量大于 30% (质量) 的原矿 (如天然高岭土,主要包括埃洛石、高岭石、伊利石、三水铝石、石英、长石,见图 1) 和水配成浓度为 8% (质量) 的悬浮液 (表示 100g 悬浮液中含 8g 原矿);

[0038] 2) 按无水碳酸钠的加入量为悬浮液质量的 0.2%,选取无水碳酸钠,备用;按六偏磷酸钠的加入量为原矿质量的 0.5%,选取六偏磷酸钠,备用;

[0039] 向悬浮液中加入无水碳酸钠,再向悬浮液中加入六偏磷酸钠,机械搅拌 30min,得到浆体;

[0040] 3) 将搅拌后的浆体放入离心机中离心分离,转速 1200r/min,时间 4min;离心后,将下层沉淀除去,取上层悬浮液,再次离心,转速 2800r/min,时间 4min;

[0041] 4) 取第二次离心的沉淀物,105℃烘干,得到高纯埃洛石 (产品)。

[0042] 产品的 XRD 图谱如图 4 所示,可以看出,图谱中几乎未见其它杂质峰,埃洛石产品的纯度大于 90% (质量)。

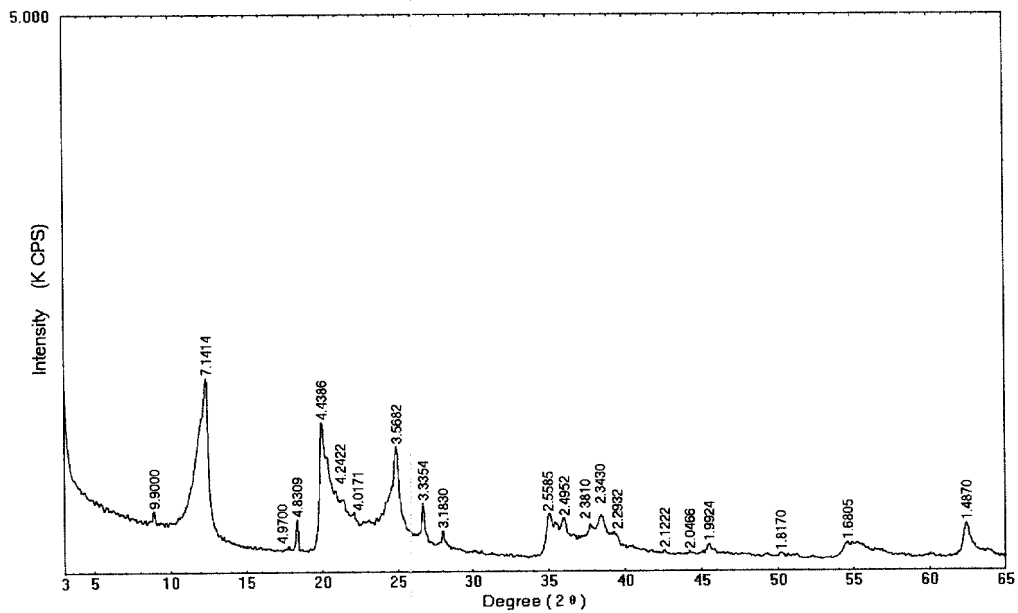


图 1

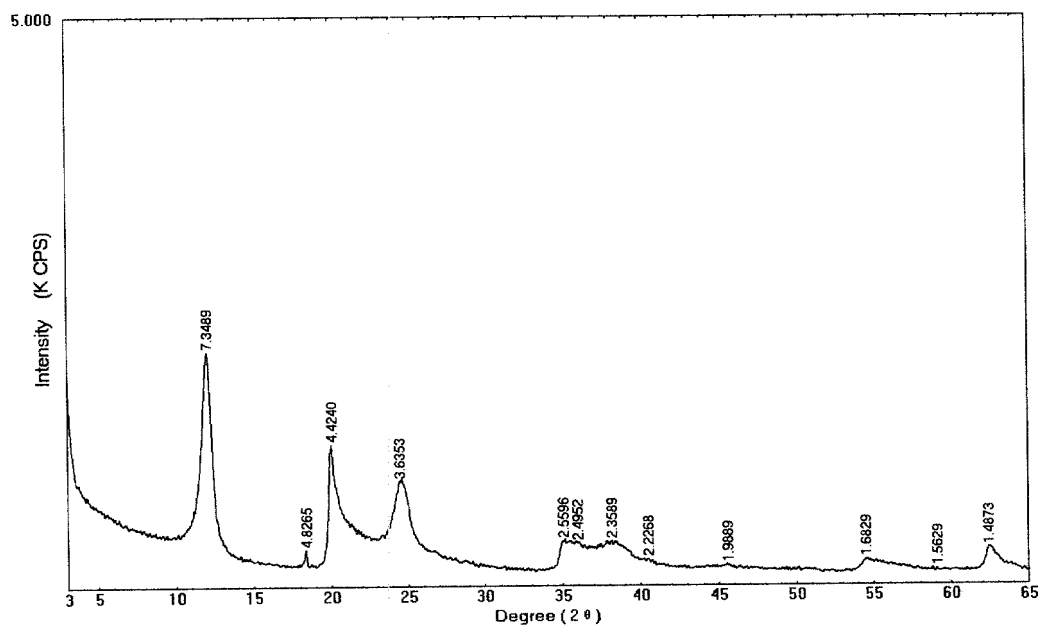


图 2

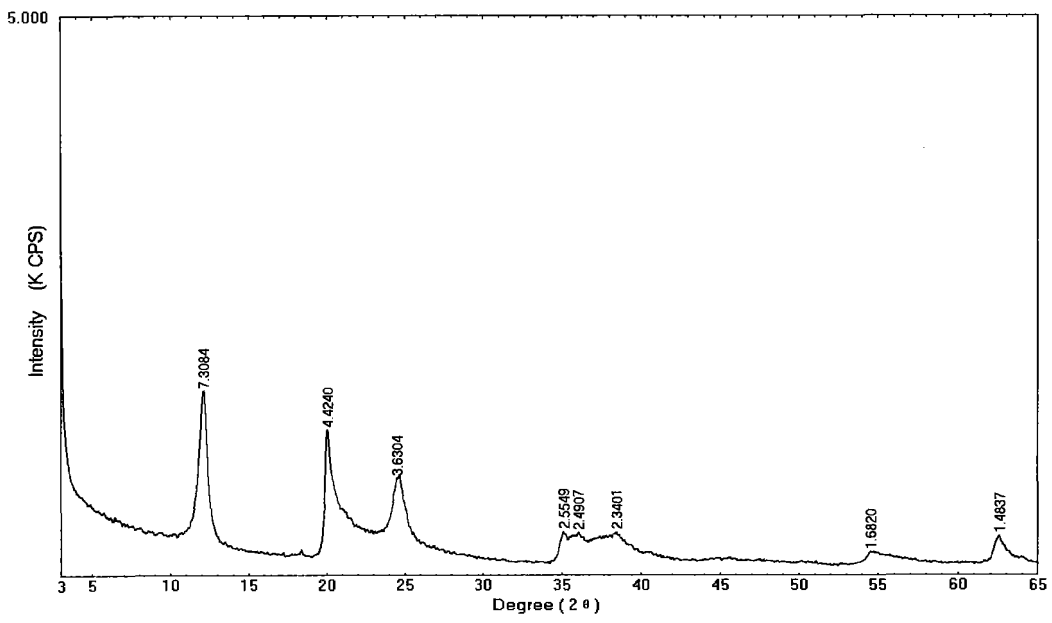


图 3

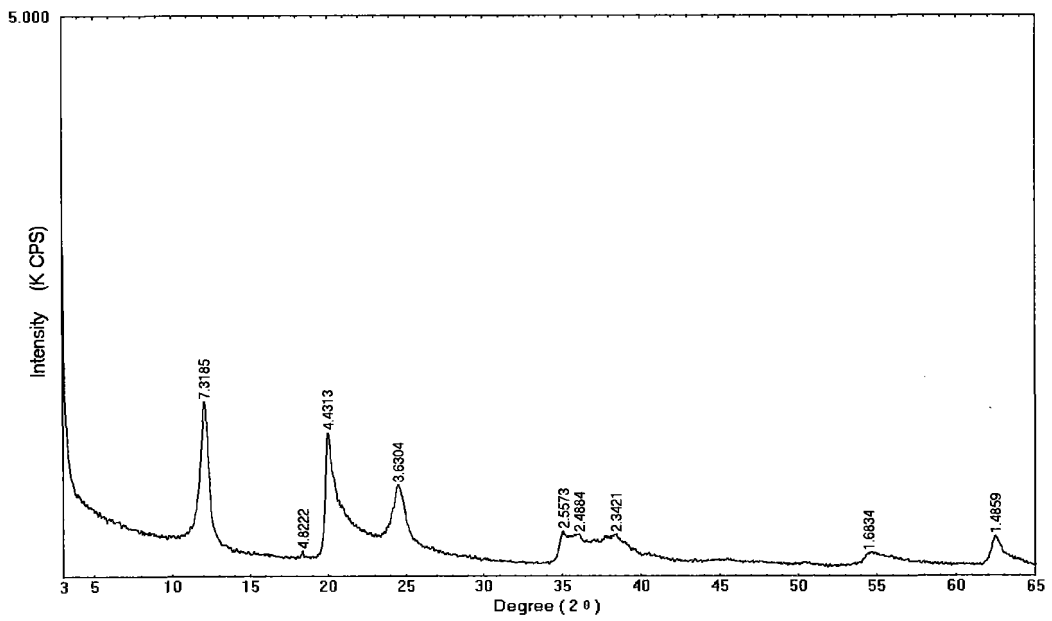


图 4

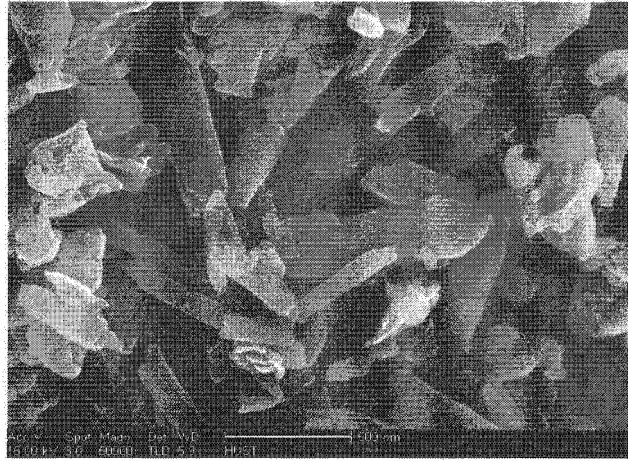


图 5