



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115999498 A

(43) 申请公布日 2023.04.25

(21) 申请号 202211601303.X

B01J 20/30 (2006.01)

(22) 申请日 2022.12.13

(71) 申请人 山东科技大学

地址 266590 山东省青岛市黄岛区前湾港  
路579号山东科技大学

(72) 发明人 张文睿 曾冬娟 孔彪 梁鹏

李湘萍 焦甜甜 张亚青

(74) 专利代理机构 青岛众智源知识产权代理事

务所(普通合伙) 37355

专利代理师 张红凤

(51) Int. Cl.

B01J 20/04 (2006.01)

C01B 33/22 (2006.01)

B01J 20/28 (2006.01)

B01D 53/02 (2006.01)

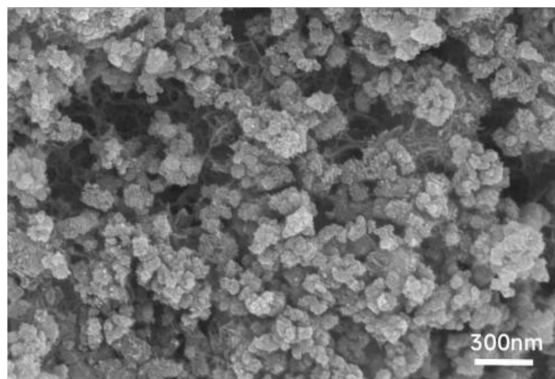
权利要求书1页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法及其  
应用

(57) 摘要

本发明公开了一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法及其应用,涉及硅酸盐的制备技术领域。该制备方法包括:首先将原料硫酸镁和硅酸钠分别溶于去离子水混合后,利用微波水热在一定温度和压力下促其反应,水洗离心后进行酸化改性和超声处理,经离心干燥得到硅酸镁粉末,将其放入玻璃层析管中压实制成硅酸镁固相萃取柱,用于化合物的分离净化。本发明工艺简单产率大,经酸化和超声处理后得到的硅酸镁具有较大的比表面积和丰富的孔结构,机械强度高,表面电荷优良且分布均匀,可有效分离环境中的有机磷酸酯(OPEs)化合物,在环境分析、医药食品等行业具有广阔的应用前景。



1. 一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,其特征在于,依次包括以下步骤:

步骤一、利用原料硫酸镁和硅酸钠,并将其分别溶于一定量的去离子水中,将所得硫酸镁溶液和硅酸钠溶液置于微波水热合成仪中进行反应;

步骤二、将通过微波水热合成仪反应得到的溶液依次经过洗涤、离心处理后,收集硅酸镁沉淀;

步骤三、向硅酸镁沉淀中加入一定量的酸溶液,对其进行酸化处理;

步骤四、将步骤三所得酸化后的溶液进行洗涤,之后放入超声机中超声处理;

步骤五、步骤四所得超声处理后的溶液经洗涤、离心,将离心所得样品置于烘箱中烘干、研磨,即得。

2. 根据权利要求1所述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,其特征在于:步骤一中,硫酸镁和硅酸钠的质量比为0.2~5:1,硫酸镁和硅酸钠溶于去离子水的过程中保持搅拌。

3. 根据权利要求1所述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,其特征在于:步骤一中,微波水热合成仪的功率为450~550W,温度为80~140℃,微波水热法合成时间为10~60min。

4. 根据权利要求1所述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,其特征在于:步骤二中,采用去离子水进行多次洗涤,在离心机中离心处理3~6min。

5. 根据权利要求1所述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,其特征在于:步骤三中,酸溶液为盐酸溶液或硫酸溶液,酸化处理时,边搅拌边加热至酸溶液为煮沸状态,保持恒温回流。

6. 根据权利要求1所述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,其特征在于:步骤四中,超声处理时间为15~20min。

7. 根据权利要求5所述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,其特征在于:步骤五中,烘箱的温度为90~110℃,烘干时间为3~5h;酸溶液选择体积分数为10%的硫酸。

8. 根据权利要求2所述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,其特征在于:硫酸镁和硅酸钠的质量比为0.22:1。

9. 根据权利要求1~8任一项所述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法制备得到的硅酸镁分离吸附材料,其特征在于:所述的硅酸镁吸附材料的比表面积大于400m<sup>2</sup>/g,平均孔径大于3.64nm。

10. 根据权利要求9所述的硅酸镁分离吸附材料在吸附OPEs中的应用。

## 一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法及其应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及硅酸盐的制备技术领域,具体涉及一种硅酸镁吸附材料、制备方法及其应用。

### 背景技术

[0002] 有机磷酸酯(Organophosphate esters, OPEs)是一类重要的有机磷阻燃剂(Organ-phosphorus flame retardants, OPFRs),因其与聚合物基材相容性良好,同时具有优越的阻燃性能以及延展性,常作为阻燃剂和增塑剂添加在塑料制品、纺织品、电子电气设备、建筑材料以及家具装饰材料等,因此其生产和使用量呈逐年上升的趋势。目前OPEs已在各环境介质中被检出,对生态环境安全产生威胁。环境中的OPEs可以通过摄入、吸入和皮肤接触等方式进入人体,并在体内积累,也可通过食物链进行迁移,对人体健康产生风险。因此,寻找高效降解环境中OPEs的方法成为亟待解决的问题。

[0003] 近年来,对治理室内环境中OPEs的污染已开展了系列研究,在对样品基质中OPEs的提取和分离技术的研究中发现,硅酸镁是分析净化技术中常用的吸附剂。然而,在对固体样品OPEs的净化提取中,基体去除效果并不理想,并且导致部分OPEs,例如磷酸三丁酯(TBP)、磷酸三苯酯(TPhP)、三苯基膦(TTP)等的回收率偏低。

[0004] 硅酸镁的吸附性能主要与其形貌、孔结构以及表面的电荷量有关,目前常用的制备方法有水热法和溶胶-凝胶法。CN 104495861A公开了一种通过水热反应制备硅酸镁的方法,制得硅酸镁的平均孔径为5~7nm,比表面积为400~550m<sup>2</sup>/g,但该方法操作步骤需在高温高压下长时间进行,能耗高。CN 115124047A公开了一种通过溶胶-凝胶法在60℃,Mg/Si为1:6的条件下制备硅酸镁的方法,研究了其对有机污染物的吸附性能。结果发现通过此法制备的硅酸镁比表面积为118m<sup>2</sup>/g,对水中4-氨基苯酚的最大吸附量仅为30.84mg/g,说明该条件下制备的硅酸镁比表面积较小,使其吸附性能不显著。李月等人(李月.表面活性剂合成改性弗罗里硅土及其在农药分析中的应用[D].东北大学.2008年)采用普通混合法在65℃下合成了硅酸镁,其比表面积在200~400m<sup>2</sup>/g,但仅对两种有机磷农药(马拉硫磷和对硫磷)做了吸附性能实验,也展现出一定的吸附性能。该法虽然简单,但在吸附含磷化合物时,由于吸附界面处产生较大的表面张力会导致吸附性能减弱。由此说明制备方法和条件会直接影响硅酸镁比表面积、孔径等特性,进而影响其吸附性能。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的之一在于提供一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,通过该方法制备得到的硅酸镁,其孔容和比表面积大,能够高效吸附OPEs,并且产品粒度好。

[0006] 为了实现上述目的,本发明采用了以下技术方案:

[0007] 一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,依次包括以下步骤:

[0008] 步骤一、利用原料硫酸镁和硅酸钠,并将其分别溶于一定量的去离子水中,将所得硫酸镁溶液和硅酸钠溶液置于微波水热合成仪中进行反应;

[0009] 步骤二、将通过微波水热合成仪反应得到的溶液依次经过洗涤、离心处理后,收集硅酸镁沉淀;

[0010] 步骤三、向硅酸镁沉淀中加入一定量的酸溶液,对其进行酸化处理;

[0011] 步骤四、将步骤三所得酸化后的溶液进行洗涤,之后放入超声机中超声处理;

[0012] 步骤五、步骤四所得超声处理后的溶液经洗涤、离心,将离心所得样品置于烘箱中烘干、研磨,即得。

[0013] 上述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,步骤一中,硫酸镁和硅酸钠的质量比为0.2~5:1,硫酸镁和硅酸钠溶于去离子水的过程中保持搅拌。

[0014] 上述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,步骤一中,微波水热合成仪的功率为450~550W,温度为80~140℃,微波水热法合成时间为10~60min。

[0015] 上述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,步骤二中,采用去离子水进行多次洗涤,在离心机中离心处理3~6min。

[0016] 上述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,步骤三中,酸溶液为盐酸溶液或硫酸溶液,酸化处理时,边搅拌边加热至酸溶液为煮沸状态,保持恒温回流。

[0017] 上述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,步骤四中,超声处理时间为15~20min。

[0018] 上述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,步骤五中,烘箱的温度为90~110℃,烘干时间为3~5h;酸溶液选择体积分数为10%的硫酸。

[0019] 上述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,硫酸镁和硅酸钠的质量比为0.22:1。

[0020] 本发明的另一目的在于提供上述的一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法制备得到的硅酸镁分离吸附材料,所述的硅酸镁分离吸附材料的比表面积大于 $400\text{m}^2/\text{g}$ ,平均孔径大于3.64nm。

[0021] 本发明的再一目的在于提供上述的硅酸镁分离吸附材料在吸附OPEs中的应用。

[0022] 与现有技术相比,本发明带来了以下有益技术效果:

[0023] 本发明提供了一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,首先用微波水热法在一定温度和压力下合成硅酸镁,反应过程升温快,几乎无温度梯度,而且适当的压力会让硅酸镁形成大量的孔结构。随后采用酸化手段进行表面改性,不仅使硅酸镁的孔隙结构进一步增多,而且使其表面酸量增加,提高硅酸镁对有机物的吸附能力。最后用超声波进行优化处理,进一步使孔结构分散均匀,并且有利于硅酸镁表面少量硅胶的剥离,使其暴露出更多的吸附电荷位点,大大提高硅酸镁对有机磷酸酯的吸附效率。

[0024] 综上所述,本发明制备方法,依次将“微波水热合成——酸化改性——超声处理”相结合,制备得到的硅酸镁吸附材料的比表面积大,平均孔径大。

[0025] 本发明制备方法,首先通过优化温度,使用微波水热法在一定压力条件下合成硅酸镁,接着使用硫酸镁进行酸化改性和超声处理,制备得到的硅酸镁材料比表面积大、强度高、孔径粒度和表面电荷分布均匀,解决了目前硅酸镁基体对7种OPEs吸附性能差的问题,在对OPEs的吸附分离上展现了较高的性能。

[0026] 在下述具体实施方式中,本发明制备得到的硅酸镁吸附材料对OPEs的高吸附率可进一步得到验证。

## 附图说明

- [0027] 下面结合附图对本发明做进一步说明：
- [0028] 图1为本发明实施例4中硅酸镁的SEM图；
- [0029] 图2为本发明实施例4中硅酸镁的BET孔径分布曲线；
- [0030] 图3为本发明实施例4和对比例1中硅酸镁对七种OPEs类物质的分离效果图；
- [0031] 图4为本发明实施例4中7种OPEs回收率指示物和内标的总离子流图；
- [0032] 图5为本发明实施例4、对比例1和对比例2分别对OPEs的吸附曲线图。

## 具体实施方式

- [0033] 本发明提出了一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法及其应用,为了使本发明的优点、技术方案更加清楚、明确,下面结合具体实施例对本发明做进一步说明。
- [0034] 本发明所需原料,均可通过商业渠道购买获得。
- [0035] 一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,依次包括以下步骤:
- [0036] 步骤一、利用原料硫酸镁和硅酸钠,并将其分别溶于一定量的去离子水中,将所得硫酸镁溶液和硅酸钠溶液置于微波水热合成仪中进行反应;硫酸镁和硅酸钠的质量比为0.2~5:1,硫酸镁和硅酸钠溶于去离子水的过程中保持搅拌;微波水热合成仪的功率为450~550W,温度为80~140℃,微波水热法合成时间为10~60min;
- [0037] 步骤二、将通过微波水热合成仪反应得到的溶液依次经过洗涤、离心处理后,收集硅酸镁沉淀;采用去离子水进行多次洗涤,在离心机中离心处理3~6min;
- [0038] 步骤三、向硅酸镁沉淀中加入一定量的盐酸或硫酸溶液,对其进行酸化处理。处理时,边搅拌边加热,保持沸腾状态且恒温回流;进一步优选酸溶液选择体积分数为10%的硫酸;
- [0039] 步骤四、将步骤三所得酸化后的溶液进行洗涤,之后放入超声仪中超声处理,时间为15~20min;
- [0040] 步骤五、步骤四所得超声处理后的溶液经洗涤、离心,将离心所得样品置于烘箱中烘干、研磨,即得;烘箱的温度为90~110℃,烘干时间为3~5h。
- [0041] 实施例1:
- [0042] 一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,包括以下步骤:
- [0043] (1)称取0.13g硫酸镁和0.20g硅酸钠固体,分别溶于10mL的去离子水中,搅拌使其充分溶解。
- [0044] (2)将步骤(1)所得两种溶液混合,通过磁力搅拌5min使其混合均匀。
- [0045] (3)将混合所得溶液完全转移至微波反应釜内衬中,将反应釜组装完成后放入微波水热合成仪中,温度为140℃烧结30min。
- [0046] (4)将反应完全的溶液取出用去离子水充分洗涤三次,然后放入离心机中离心5min,取出倒掉上层清液得到硅酸镁沉淀。
- [0047] (5)对微波水热合成的硅酸镁进行改性,包括以下步骤:
- [0048] (5.1)将硅酸镁放入100mL体积分数20%的稀硫酸溶液中。
- [0049] (5.2)将步骤(5.1)所得溶液放在搅拌器上,边搅拌边加热至煮沸,恒温回流6h。
- [0050] (5.3)将酸化后的溶液用去离子水充分洗涤三次后放入超声机中超声处理15min。

[0051] (5.4)将步骤(5.3)中溶液取出用去离子水充分洗涤去除表面杂质后,放入离心机离心5min,倒掉上层清液后将样品置于100℃的烘箱中4h,烘干并研磨,制成硅酸镁粉末。

[0052] 测定方法:对制得的硅酸镁粉末进行扫描电子显微镜(SEM)观察、比表面积孔径分布(BET)测定,以及对OPEs的吸附性能进行测定;其中SEM、BET测定方法,本领域技术人员借鉴现有技术即可实现。

[0053] 测定结果:通过SEM图可以看出,制备的硅酸镁粉末粒径较小且多孔。通过BET测定,硅酸镁粉末的比表面积在425m<sup>2</sup>/g,平均孔径为3.81nm。

[0054] 对OPEs的吸附性能测定包括以下步骤:

[0055] (1)取10mg上述制备出的硅酸镁缓缓倒入玻璃层析柱中,边倒边轻轻敲打,硅酸镁的填充高度为80mm。玻璃层析柱出口处填塞少量玻璃棉。

[0056] (2)加入一定量的OPEs标准物质和回收率指示物,依次用一定量正己烷、二氯甲烷/正己烷、丙酮/乙酸乙酯淋洗,控制洗脱速度。

[0057] (3)收集洗脱液,浓缩至100μL,内标法测定馏分中OPEs的含量。

[0058] (4)通过测定馏分中OPEs的含量表明,其对于OPEs的吸附持续进行,随时间延长逐渐增大,最大的吸附量在146mg/g,吸附率为62%,并且七种OPEs类物质的分离率在60%左右。

[0059] 实施例2:

[0060] 一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,包括以下步骤:

[0061] (1)称取0.10g硫酸镁和0.15g硅酸钠固体,分别溶于10mL的去离子水中,搅拌使其充分溶解。

[0062] (2)将步骤(1)的两种溶液混合,通过磁力搅拌5min使其混合均匀。

[0063] (3)将所得溶液完全转移至微波反应釜内衬中,将反应釜组装完成后放入微波水热合成仪中,以80℃烧结30min。

[0064] (4)将反应完全的溶液取出用去离子水充分洗涤三次,然后放入离心机中离心5min,取出倒掉上层清液得到硅酸镁沉淀。

[0065] (5)对微波水热合成的硅酸镁进行改性,包括以下步骤:

[0066] (5.1)将硅酸镁放入100mL体积分数10%的稀盐酸溶液中。

[0067] (5.2)将步骤(5.1)所得溶液放在搅拌器上,边搅拌边加热至煮沸,恒温回流4h。

[0068] (5.3)将酸化后的溶液用去离子水充分洗涤三次后放入超声机中超声处理18min。

[0069] (5.4)将步骤(5.3)中溶液取出用去离子水充分洗涤去除表面杂质后,放入离心机离心5min,倒掉上层清液后将样品置于100℃的烘箱中4h,烘干并研磨,制成硅酸镁粉末。

[0070] 测定方法:对制得的硅酸镁粉末进行扫描电子显微镜(SEM)观察、比表面积孔径分布(BET)测定,以及对OPEs的吸附性能进行测定;其中SEM、BET测定方法本领域技术人员借鉴现有技术即可实现。

[0071] 测定结果:通过SEM图可以看出,制备的硅酸镁粉末粒径较小且多孔。通过BET测定,硅酸镁粉末的比表面积在403m<sup>2</sup>/g,平均孔径为5.12nm。

[0072] 对OPEs的吸附性能测定包括以下步骤:

[0073] (1)取10mg上述制备出的硅酸镁缓缓倒入玻璃层析柱中,边倒边轻轻敲打,硅酸镁的填充高度为80mm。玻璃层析柱出口处填塞少量玻璃棉。

[0074] (2) 加入一定量的OPEs标准物质和回收率指示物,依次用一定量正己烷、二氯甲烷/正己烷、丙酮/乙酸乙酯淋洗,控制洗脱速度。

[0075] (3) 收集洗脱液,浓缩至100 $\mu$ L,内标法测定馏分中OPEs的含量。

[0076] (4) 通过测定馏分中OPEs的含量表明,其对于OPEs的吸附持续进行,随时间延长逐渐增大,最大的吸附量在128mg/g,吸附率为58%,并且七种OPEs类物质的分离率在60%左右。

[0077] 实施例3:

[0078] 一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,包括以下步骤:

[0079] (1) 称取0.85g硫酸镁和0.18g硅酸钠固体,分别溶于10mL的去离子水中,搅拌使其充分溶解。

[0080] (2) 将步骤(1)的两种溶液混合,通过磁力搅拌5min使其混合均匀。

[0081] (3) 将所得溶液完全转移至微波反应釜内衬中,将反应釜组装完成后放入微波水热合成仪中,以120 $^{\circ}$ C烧结30min。

[0082] (4) 将反应完全的溶液取出用去离子水充分洗涤三次,然后放入离心机中离心5min,取出倒掉上层清液得到硅酸镁沉淀。

[0083] (5) 对微波水热合成的硅酸镁进行改性,包括以下步骤:

[0084] (5.1) 将硅酸镁放入100mL体积分数10%的盐酸溶液中。

[0085] (5.2) 将步骤(5.1)所得溶液放在搅拌器上,边搅拌边加热至煮沸,恒温回流8h。

[0086] (5.3) 将酸化后的溶液用去离子水充分洗涤三次后放入超声机中超声处理15min。

[0087] (5.4) 将步骤(5.3)中溶液取出用去离子水充分洗涤去除表面杂质后,放入离心机离心5min,倒掉上层清液后将样品置于100 $^{\circ}$ C的烘箱中4h,烘干并研磨,制成硅酸镁粉末。

[0088] 测定方法:对制得的硅酸镁粉末进行扫描电子显微镜(SEM)观察、比表面积孔径分布(BET)测定,以及对OPEs的吸附性能进行测定;其中SEM、BET测定方法本领域技术人员借鉴现有技术即可实现。

[0089] 测定结果:通过SEM图可以看出,制备的硅酸镁粉末粒径较小且多孔。通过BET测定,硅酸镁粉末的比表面积在464m<sup>2</sup>/g,平均孔径为3.64nm。

[0090] 对OPEs的吸附性能测定包括以下步骤:

[0091] (1) 取10mg上述制备出的硅酸镁缓缓倒入玻璃层析柱中,边倒边轻轻敲打,硅酸镁的填充高度为80mm。玻璃层析柱出口处填塞少量玻璃棉。

[0092] (2) 加入一定量的OPEs标准物质和回收率指示物,依次用一定量正己烷、二氯甲烷/正己烷、丙酮/乙酸乙酯淋洗,控制洗脱速度。

[0093] (3) 收集洗脱液,浓缩至100 $\mu$ L,内标法测定馏分中OPEs的含量。

[0094] (4) 通过测定馏分中OPEs的含量表明,其对于OPEs的吸附持续进行,随时间延长逐渐增大,最大的吸附量在185mg/g,吸附率为71%,并且七种OPEs类物质的分离率在70%左右。

[0095] 实施例4:

[0096] 一种硅酸镁分离吸附材料的制备方法,包括以下步骤:

[0097] (1) 称取0.12g硫酸镁和0.54g硅酸钠固体,分别溶于10mL的去离子水中,搅拌使其充分溶解。

[0098] (2)将步骤(1)的两种溶液混合,通过磁力搅拌5min使其混合均匀。

[0099] (3)将所得溶液转移至微波反应釜内衬中,将反应釜组装完成后放入微波水热合成仪中,以110℃烧结45min。

[0100] (4)将反应完全的溶液取出用去离子水充分洗涤三次,然后放入离心机中离心5min,取出倒掉上层清液得到硅酸镁沉淀。

[0101] (5)对微波水热合成的硅酸镁进行改性,包括以下步骤:

[0102] (5.1)将硅酸镁放入100mL体积分数10%的硫酸溶液中。

[0103] (5.2)将步骤(5.1)所得溶液放在搅拌器上,边搅拌边加热至煮沸,恒温回流8h。

[0104] (5.3)将酸化后的溶液用去离子水充分洗涤三次后放入超声机中超声处理20min。

[0105] (5.4)将步骤(5.3)中溶液取出用去离子水充分洗涤去除表面杂质后,放入离心机离心5min,倒掉上层清液后将样品置于100℃的烘箱中4h,烘干并研磨,制成硅酸镁粉末。

[0106] 测定方法:对制得的硅酸镁粉末进行扫描电子显微镜(SEM)观察、比表面积孔径分布(BET)测定,以及对OPEs的吸附性能进行测定;其中SEM、BET测定方法本领域技术人员借鉴现有技术即可实现。

[0107] 测定结果:如图1所示,通过SEM图可以看出,制备的硅酸镁粉末粒径较大且多孔。如图2所示,通过BET测定,硅酸镁粉末的比表面积在642m<sup>2</sup>/g,平均孔径为9.26nm。

[0108] 对OPEs的吸附性能测定包括以下步骤:

[0109] (1)取10mg上述制备出的硅酸镁缓缓倒入玻璃层析柱中,边倒边轻轻敲打,硅酸镁的填充高度为80mm。玻璃层析柱出口处填塞少量玻璃棉。

[0110] (2)加入一定量的OPEs标准物质和回收率指示物,依次用一定量正己烷、二氯甲烷/正己烷、丙酮/乙酸乙酯淋洗,控制洗脱速度。

[0111] (3)收集洗脱液,浓缩至100μL,内标法测定馏分中OPEs的含量。

[0112] (4)通过测定馏分中OPEs的含量表明,其对于OPEs的吸附持续进行,随时间延长逐渐增大,最大的吸附量在289.4mg/g,吸附率为87%,并且七种OPEs类物质的分离率都在85%以上。

[0113] 对比例1:

[0114] 本对比例与实施例4的区别之处在于:不进行酸化处理。

[0115] 称取0.12g硫酸镁和0.54g硅酸钠固体,分别溶于10mL的去离子水中,通过磁力搅拌5min使其混合均匀。

[0116] 将其完全转移至微波反应釜内衬中,放入微波水热合成仪中,以110℃烧结45min。将溶液取出用去离子水充分洗涤,然后放入离心机中离心5min,取出倒掉上层清液后加入少量去离子水放入超声机中超声处理20min。

[0117] 超声结束后再次洗涤离心,最后将样品置于100℃的烘箱中4h,烘干研磨成硅酸镁粉末,装入玻璃层析柱中制成硅酸镁柱。

[0118] 实验结果:由图3和图5可以看出,未酸化的硅酸镁的吸附量明显低于酸化后的硅酸镁的吸附量,而且对于七种OPEs物质的分离效果明显下降,尤其是对TDCPP和TCPP,其分离率都在55%以下甚至更低,说明硅酸镁表面酸量的增加会增加吸附剂对有机物的吸附能力。

[0119] 对比例2:



[0120] 本对比例与实施例1的区别之处在于:不进行超声处理。

[0121] 称取0.12g硫酸镁和0.54g硅酸钠固体,分别溶于10mL的去离子水中,通过磁力搅拌5min使其混合均匀。

[0122] 将其完全转移至微波反应釜内衬中,放入微波水热合成仪中,以110℃烧结45min。将溶液取出用去离子水充分洗涤,放入离心机中离心5min,然后放入100mL体积分数10%的硫酸溶液中,边搅拌边加热至煮沸,恒温回流8h。冷却后再次洗涤离心,最后将样品置于100℃的烘箱中4h,烘干研磨成硅酸镁粉末,装入玻璃层析柱中制成硅酸镁柱。

[0123] 实验结果:由图3和图5可以看出,未做超声处理的硅酸镁的吸附量明显低于超声处理后的硅酸镁的吸附量,而且对于七种OPEs物质的分离效果明显下降,尤其是对TDCPP和TCPP,其分离率更低,说明超声处理后的硅酸镁暴露出更多的吸附位点,进而提高其吸附性能。

[0124] 本发明中未述及的部分借鉴现有技术即可实现。

[0125] 需要说明的是,在本说明书的教导下本领域技术人员所做出的任何等同方式,或明显变型方式均应在本发明的保护范围内。

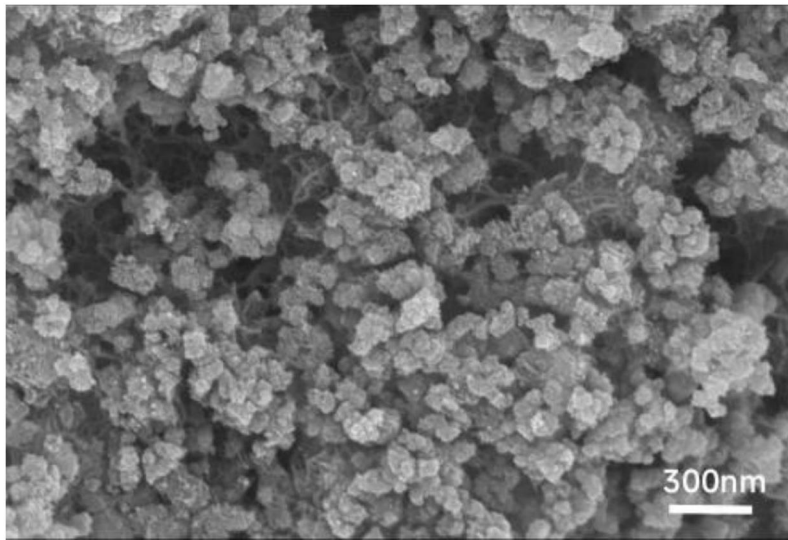


图1

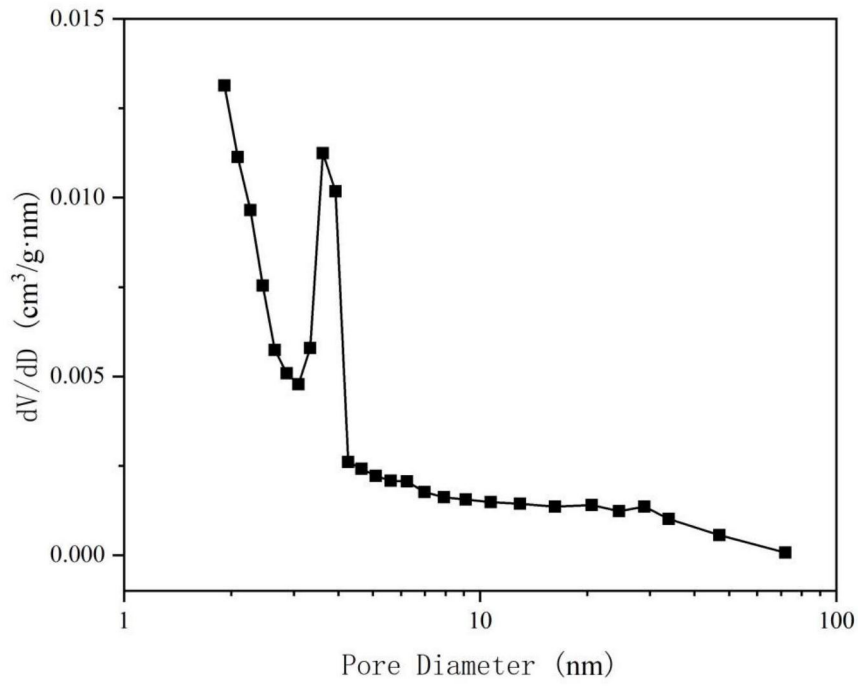


图2

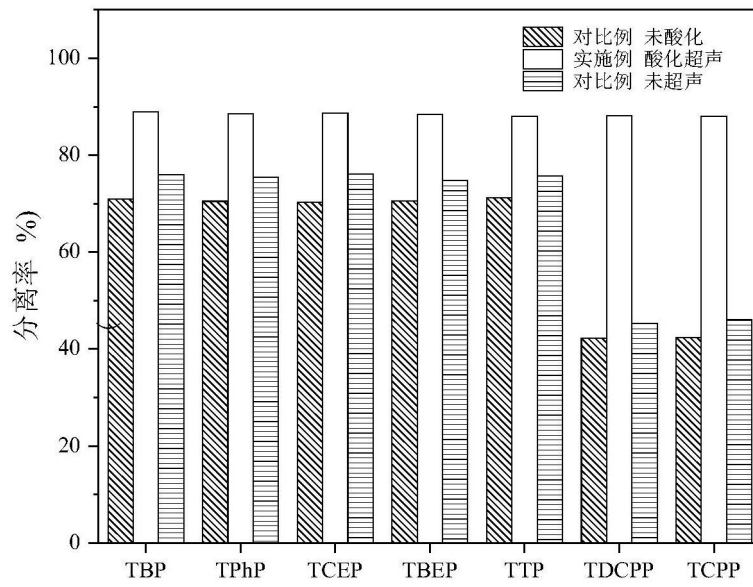


图3

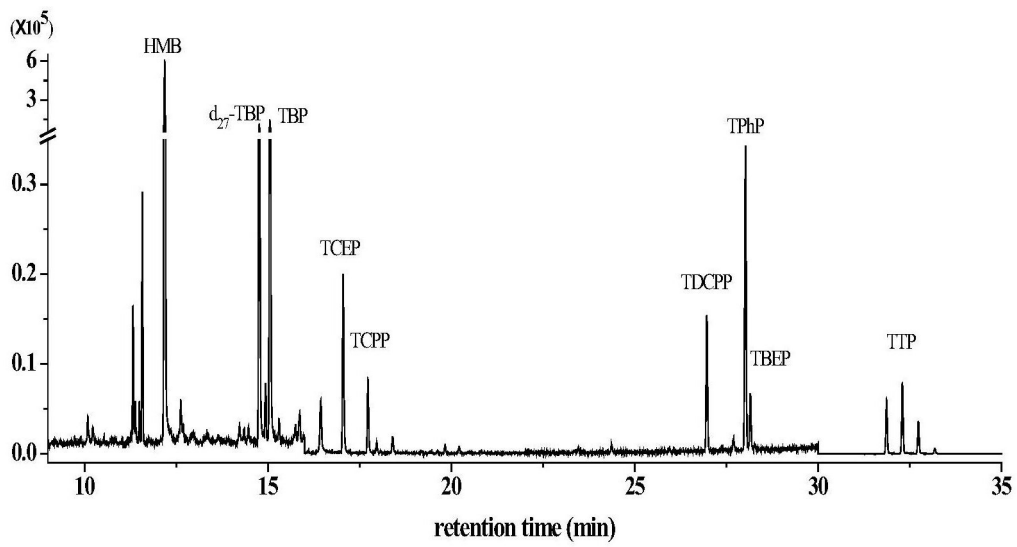


图4

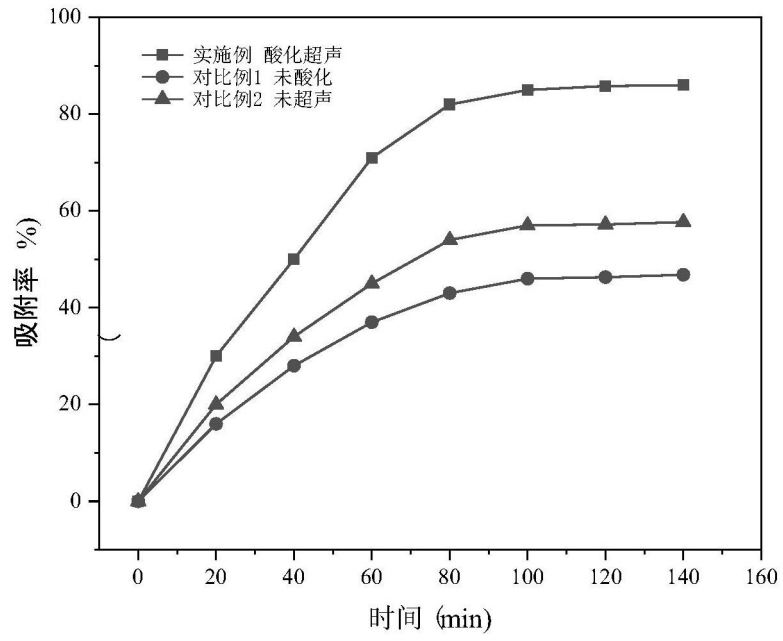


图5