



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103657594 A

(43) 申请公布日 2014. 03. 26

(21) 申请号 201310580048. X

(22) 申请日 2013. 11. 19

(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 朱利中 赵璞

(74) 专利代理机构 杭州求是专利事务所有限公  
司 33200

代理人 杜军

(51) Int. Cl.

B01J 20/22 (2006. 01)

B01J 20/30 (2006. 01)

B01D 53/02 (2006. 01)

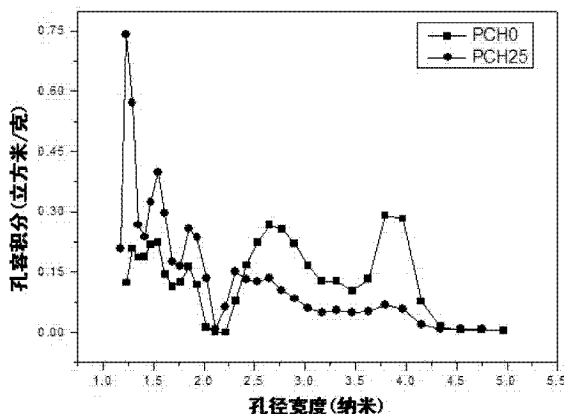
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

## (54) 发明名称

一种微孔型多孔粘土异构材料的制备方法

## (57) 摘要

本发明公开一种微孔型多孔粘土异构材料的制备方法。该方法是将正硅酸乙酯与二苯基二乙氧基硅烷按 1: (0. 1 ~ 100) 的质量比混合均匀形成混合液;将十二胺、有机膨润土与混合液按 (1 ~ 40): 1: 120 的质量比充分混匀,得到前体溶液;前体溶液在 30 ~ 70℃水浴反应 6 ~ 18h 小时后并抽滤,得到的固体自然风干或烘干,再放入马弗炉中 450 ~ 650℃煅烧 2 ~ 6h 得到微孔型多孔粘土异构材料。本发明制备的材料对室内有机污染物的吸附性能显著优于传统方法所合成的 PCH 材料,具有广泛的应用前景。



1. 一种微孔型多孔粘土异构材料的制备方法,其特征在于该方法包括以下步骤:

步骤(1). 在膨润土中加入十六烷基三甲基溴化铵混合均匀,得到有机膨润土;十六烷基三甲基溴化铵的加入量为一倍膨润土阳离子交换量 CEC;

步骤(2). 将正硅酸乙酯与二苯基二乙氧基硅烷按 1:(0.1 ~ 100) 的质量比混合均匀形成混合液;

步骤(3). 将十二胺、步骤(1)合成的有机膨润土与步骤(2)得到的混合液按(1 ~ 40):1:120 的质量比充分混匀,得到前体溶液;

步骤(4). 将步骤(3)得到的前体溶液在 30 ~ 70℃水浴反应 6 ~ 18h 小时后并抽滤,得到的固体自然风干或烘干;

步骤(5). 将步骤(4)得到的干燥固体放入马弗炉中 450 ~ 650℃煅烧 2 ~ 6h 得到微孔型多孔粘土异构材料。

## 一种微孔型多孔粘土异构材料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于吸附剂技术领域,具体涉及一种微孔型多孔粘土异构材料的制备方法。

### 背景技术

[0002] 室内空气污染严重危害人类健康,其净化技术受到人们越来越多的关注。吸附法具有效率高、成本低、无毒害、易于商业化生产等优点,被广泛应用于室内空气净化。其中常见的吸附材料有活性炭和分子筛等,活性炭常用于去除疏水性有机污染物,但难以有效去除极性有机污染物。分子筛可用于吸附净化亲水性有机污染物,但成本高。多孔粘土异构材料(简称 PCH)是一种表面亲水的多孔材料,可用于吸附净化亲水性有机污染物,而且成本显著低于分子筛。但传统的 PCH 材料作为一种中孔吸附材料(孔径  $>2\text{nm}$ ),其对室内空气中低浓度有机污染物的吸附效果难以达到实用要求,因而需要开发微孔(孔径  $<2\text{nm}$ )丰富的新型 PCH 材料。

### 发明内容

[0003] 为解决传统 PCH 微孔含量少的不足,本发明采用二苯基二乙氧基硅烷作为成孔剂,低温合成了含有丰富微孔的新型 PCH 材料。

[0004] 本发明方法包括以下步骤:

步骤(1). 在膨润土中加入十六烷基三甲基溴化铵混合均匀,得到有机膨润土;十六烷基三甲基溴化铵的加入量为十倍膨润土阳离子交换量 CEC;

步骤(2). 将正硅酸乙酯与二苯基二乙氧基硅烷按 1:(0.1 ~ 100) 的质量比混合均匀形成混合液;

步骤(3). 将十二胺、步骤(1)合成的有机膨润土与步骤(2)得到的混合液按(1 ~ 40):1:120 的质量比充分混匀,得到前体溶液;

步骤(4). 将步骤(3)得到的前体溶液在 30 ~ 70°C 水浴反应 6 ~ 18h 小时后并抽滤,得到的固体自然风干或烘干;

步骤(5). 将步骤(4)得到的干燥固体放入马弗炉中 450 ~ 650°C 煅烧 2 ~ 6h 得到微孔 PCH 材料。

[0005] 本发明采用二苯基二乙氧基硅烷作为成孔剂,使得最终制备得到的材料微孔孔径  $<2\text{nm}$ ,能更好地达到室内空气中低浓度有机污染物的吸附效果。

[0006] 本发明制备的材料比传统 PCH 材料在孔径、比表面积、微孔比表面积等参数上均有明显的提升,对低浓度污染物的吸附能力显著增强。

[0007] 本发明合成的材料可应用于室内空气净化,例如:以材料为核心制备空气净化组件,安装于空气净化器,可有效去除如装修、吸烟等产生的污染物;安装于空调设备,则可实现现在空调换气的过程中去除室内污染物,有效降低由于新风不足所造成的室内健康风险;将材料制备成为涂料,可实现对室内空气中污染物的吸附净化。该材料使用场所广泛,如

居民室内、医院、学校和工厂等,在低浓度气体净化领域具有广泛的应用前景。

### 附图说明

[0008] 图 1 为实施例 1 所制备的微孔 PCH 材料与传统 PCH 材料的孔径分布对比图。

### 具体实施方式

[0009] 下面结合附图和具体实施例对本发明做进一步的分析。

[0010] 对比例。

将 2g 有机膨润土和 40g 十二胺混合,50℃ 搅拌 30min;将 240g 正硅酸乙酯加入,35℃ 搅拌 12h;抽滤后所得固体自然风干;马弗炉以 2℃ /min 程序升温至 600℃,并保持 4h 后即得传统 PCH 材料,记为 PCH0。

[0011] 实施例 1.

将 180g 正硅酸乙酯和 60g 二苯基二乙氧基硅烷混合均匀形成 240g 混合液,将 2g 有机膨润土和 40g 十二胺混合,50℃ 搅拌 30min,然后加入 240g 混合液,35℃ 搅拌 12h;抽滤后所得固体自然风干;马弗炉以 2℃ /min 程序升温至 600℃,并保持 4h 后即得微孔 PCH 材料,记为 PCH25。

[0012] 如表 1、图 1 所示,PCH25 的比表面积和微孔比表面积均大于 PCH0;PCH25 与 PCH0 相比,其微孔含量显著增高,中孔含量明显减少,说明 PCH25 的吸附势比 PCH0 明显增强。

[0013] 表 1 不同 PCH 吸附材料的比表面积及微孔比表面积

吸附材料	比表面积 $\text{m}^2\text{g}^{-1}$	微孔比表面 $\text{m}^2\text{g}^{-1}$
PCH0	855	732
PCH25	963	875

实施例 2.

将 120g 正硅酸乙酯和 120g 二苯基二乙氧基硅烷混合均匀形成 240g 混合液,将 2g 有机膨润土和 40g 十二胺混合,50℃ 搅拌 30min,然后加入 240g 混合液,35℃ 搅拌 12h,得到前体溶液;将前体溶液抽滤后所得固体自然风干;马弗炉以 2℃ /min 程序升温至 600℃,并保持 600℃ 煅烧 4h 后得到微孔 PCH 材料。

[0014] 实施例 3.

将 60g 正硅酸乙酯和 180g 二苯基二乙氧基硅烷混合均匀形成 240g 混合液,将 2g 有机膨润土和 40g 十二胺混合,70℃ 搅拌 30min,然后加入 240g 混合液,35℃ 搅拌 12h,得到前体溶液;将前体溶液抽滤后所得固体 70℃ 烘干;马弗炉以 2℃ /min 程序升温至 600℃,并保持 600℃ 煅烧 4h 后得到微孔 PCH 材料。

[0015] 实施例 4.

将 218.2g 正硅酸乙酯和 21.8g 二苯基二乙氧基硅烷混合均匀形成 240g 混合液,将 2g 有机膨润土和 2g 十二胺混合,50℃ 搅拌 30min,然后加入 240g 混合液,35℃ 搅拌 12h,得到前体溶液;将前体溶液抽滤后所得固体自然风干;马弗炉以 2℃ /min 程序升温至 450℃,并保持 450℃ 煅烧 6h 后得到微孔 PCH 材料。

[0016] 实施例 5.

将 2.4g 正硅酸乙酯和 237.6g 二苯基二乙氧基硅烷混合均匀形成 240g 混合液,将 2g 有机膨润土和 80g 十二胺混合,70℃ 搅拌 30min,然后加入 240g 混合液,35℃ 搅拌 12h,得到

前体溶液；将前体溶液抽滤后所得固体 70℃ 烘干；马弗炉以 2℃ /min 程序升温至 650℃，并保持 650℃ 煅烧 2h 后得到微孔 PCH 材料。

[0017] 上述实施例所用的有机膨润土是在膨润土中加入十六烷基三甲基溴化铵混合均匀而成；十六烷基三甲基溴化铵的加入量为一倍膨润土阳离子交换量 CEC。

[0018] 以上实施例仅对发明做进一步说明，而本发明的范围不受所举实施例局限。

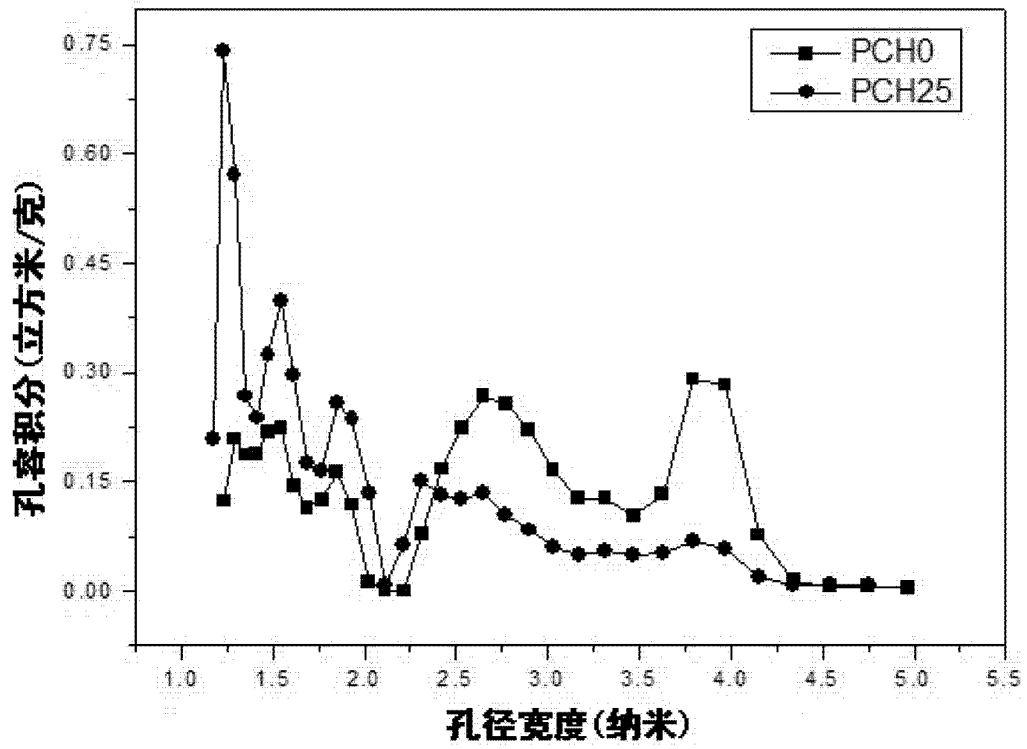


图 1