



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 109233375 B

(45)授权公告日 2019.11.26

(21)申请号 201811003354.6

(22)申请日 2018.08.30

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 109233375 A

(43)申请公布日 2019.01.18

(73)专利权人 武汉理工大学
地址 430070 湖北省武汉市洪山区珞狮路
122号

专利权人 吉林远通矿业有限公司

(72)发明人 任子杰 张安岭 高惠民 李志辉
卞政

(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 崔友明 闭钊

(51)Int.Cl.

C09D 1/00(2006.01)

C09D 7/65(2018.01)

(56)对比文件

CN 101549279 A,2009.10.07,

CN 1053562 A,1991.08.07,

CN 107694540 A,2018.02.16,

CN 106669753 A,2017.05.17,

CN 105126746 A,2015.12.09,

CN 103467053 A,2013.12.25,

CN 101541390 A,2009.09.23,

CN 102176965 A,2011.09.07,

审查员 詹红彬

权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥及其
制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥及其制备方法,以焙烧硅藻土和可以提供碱源、钙源的物质为原料,与硫酸钠、氯化镁及丙三醇混合均匀,接着在有氧环境下高温蒸压,最后与羟丙基甲基纤维素混合粉碎成粉末即得。通过向焙烧硅藻土中加入能提供碱源和钙源的物质、硫酸钠、氯化镁、丙三醇及进行有氧蒸压处理,能够在硅藻土壳体表面生成沸石相增强其吸附性,同时生成的硅酸钙相以及未反应完全的氧化钙、氢氧化钙、硫酸钙等可增强成型后材料的强度和水硬性,弥补了焙烧硅藻泥吸附能力差、成型后结构强度低的缺陷。

1. 一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥,其特征在于其原料包括硅藻土、可同时提供碱源和钙源的物质、醇溶剂、镁盐、钠盐以及纤维素;硅藻土、可同时提供碱源和钙源的物质、醇溶剂、镁盐、钠盐、纤维素的质量份数比为65-85:5-25:5-10:1-5:1-3:0.5-2;所述醇溶剂为丙三醇,所述镁盐为氯化镁,所述钠盐为硫酸钠;该硅藻泥的制备方法如下:

(a) 按比例将硅藻土、可同时提供碱源和钙源的物质混合均匀,得到硅藻泥粉料半成品;

(b) 按比例将醇溶剂、镁盐、钠盐混合均匀得到混合溶液,将混合溶液与硅藻泥粉料半成品混合均匀,静置后进行蒸压处理,接着干燥,最后将所得混合物与纤维素混合并粉碎即可;

其中静置时间为30-75min,蒸压处理的参数为:温度120-200℃,物料液固比2-8:1,蒸压时间6-24h,蒸压过程保持有氧状态;蒸压得到的混合物置于200℃以下充分干燥,接着粉碎至粒径不超过74μm。

2. 如权利要求1所述的一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥,其特征在于:所述硅藻土为经过焙烧或助熔焙烧处理的硅藻土粉末,其中二氧化硅含量在80%以上。

3. 如权利要求1所述的一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥,其特征在于:所述可同时提供碱源和钙源的物质为含有Ca²⁺离子并且与水混合后呈碱性的一类物质,包括纯物质或者混合物。

4. 如权利要求3所述的一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥,其特征在于:所述可同时提供碱源和钙源的物质选自氧化钙、氢氧化钙、氯化钙及或水合物中的至少一种,或者钙盐与酸、碱、水形成的混合物,所述可同时提供碱源和钙源的物质粒径不超过30μm。

5. 如权利要求1所述的一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥,其特征在于:所述纤维素选自粘度不低于2×10⁵MPa的羟丙基甲基纤维素。

一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及建筑材料技术领域,具体涉及一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥及其制备方法。

背景技术

[0002] 硅藻土主要成分为二氧化硅(SiO_2),其具有松散、质轻、多孔等特点,是一种天然纳米孔径无定形硅质材料。由于具有发达的微细孔洞、较高的比表面积和良好的化学稳定性,硅藻土在助滤剂、吸附剂、催化剂载体、功能填料等领域应用广泛。其中制作硅藻泥填料是硅藻土的重要应用途径之一,该材料具有绿色环保、能够随季节及环境空气湿度变化吸收/释放水分、能够吸收高频衰减低频、不易产生静电、防火阻燃、肌理丰富、便于施工、使用寿命较长等乳胶漆和壁纸等其他墙面涂覆材料所无法比拟的优点。我国硅藻土矿品质较低,在使用之前通常需要进行焙烧甚至煅烧处理,以达到改善孔洞开放状态、去除硅藻土中有机质杂质和提高白度的目的。然而高温焙烧会使硅藻土表面羟基缩合脱水失去表面活性,致使以硅藻土为主要原料的硅藻泥原有的调节湿度、透气、吸附和分解甲醛等功能降低甚至丧失。此外,硅藻泥装饰材料粘结强度不足也是制约其发展、应用的重要原因之一。在硅藻土中加入一定比例的碳酸钙、石英砂、白水泥等填料,虽然可以增加其硬度,但粘结强度依旧较低。

[0003] 目前已有一些涉及硅藻泥的研究成果被公开,如“一种多功能环保型硅藻泥壁材”(CN102276197A)、“一种提高硅藻土比表面积的方法”(CN101549279A)、“一种环保型硅藻泥壁材粉”(CN101700965A)、“一种改性硅藻泥室内装饰材料及其生产工艺”(CN103130446A)等,这些成果的着眼点在于如何利用硅藻土的优点开发出环保的建筑装饰材料新配方,普遍存在方法复杂或者提升效果有限的问题,并没有很好地解决如何同时兼顾硅藻泥的吸附性和粘结强度的问题。

[0004] 本发明在添加材料较少、工艺较简单的前提下,开发了一种以焙烧硅藻土为原料制备高吸附、高粘结强度硅藻泥墙体材料的新工艺。

发明内容

[0005] 本发明的目的之一在于提供一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥,其原料包括:硅藻土、可同时提供碱源和钙源的物质、醇溶剂、镁盐、钠盐以及纤维素。

[0006] 上述方案中,所述硅藻土为经过焙烧或助熔焙烧处理的硅藻土粉末,其中二氧化硅含量在80%以上。

[0007] 上述方案中,所述可同时提供碱源和钙源的物质为含有 Ca^{2+} 离子并且与水混合后呈碱性(pH大于7)的一类物质,可以是纯物质或者混合物。可同时提供碱源和钙源的物质形态为固体或分散液时,颗粒的粒径不超过 $30\mu\text{m}$ 。

[0008] 优选的,所述可同时提供碱源和钙源的物质选自氧化钙、氢氧化钙、氯化钙及其水合物中的一种或几种,还可以是钙盐与酸、碱、水等形成的混合物(如碳酸钙与盐酸的混合

物或者氯化钙与氢氧化钠的混合物)。

[0009] 上述方案中,所述醇溶剂为丙三醇,所述镁盐具体为氯化镁,所述钠盐具体为硫酸钠。

[0010] 上述方案中,所述纤维素具体为粘度不低于 2×10^5 MPa的羟丙基甲基纤维素。

[0011] 上述方案中,硅藻土、可同时提供碱源和钙源的物质、醇溶剂、镁盐、钠盐、纤维素的质量份数比为65-85:5-25:5-10:1-5:1-3:0.5-2。

[0012] 上述高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥的制备方法,包括以下步骤:

[0013] (a) 按比例将硅藻土、可同时提供碱源和钙源的物质混合均匀,得到硅藻泥粉料半成品;

[0014] (b) 按比例将醇溶剂、镁盐、钠盐混合均匀得到混合溶液,将混合溶液与硅藻泥粉料半成品混合均匀,静置后进行蒸压处理,接着干燥,最后将所得混合物与纤维素混合并粉碎即可。

[0015] 上述方案中,静置时间为30-75min,蒸压处理的参数为:温度120-200℃,物料液固质量比2-8:1,蒸压时间6-24h,升温过程不排空气以便保证蒸压过程为有氧状态。

[0016] 上述方案中,蒸压得到的混合物置于200℃以下充分干燥,接着粉碎至粒径不超过74 μ m。

[0017] 本发明以外来碱源和钙源为辅料,采用有氧条件下水热合成的方法,在焙烧硅藻土表面生成稳定的沸石相、硫酸钙相和硅酸钙相,其中沸石相与硅酸钙相均稳定的附着于硅藻土壳体表面,从而制备得到了一种高吸附性、高粘结强度焙烧硅藻泥。与以天然硅藻土为原料的硅藻泥相比,本发明提供的焙烧硅藻泥具有白度高、无用杂质少、孔道通透等优点,与以煅烧硅藻土为原料的硅藻泥相比也具有吸附性好、结构强度大、水硬性好的优点,大大增加了其使用功能和范围。

[0018] 本发明的有益效果体现在以下方面:(1)通过引入可以提供碱源和钙源的物质,在硅藻土壳体表面生成沸石相增强其吸附性,生成的硅酸钙相以及未反应完全的CaO、Ca(OH)₂、CaSO₄等可增强成型后材料的强度和水硬性,弥补了焙烧硅藻泥吸附能力较差、成型后结构强度较低的缺陷;MgCl₂的加入可以降低硅藻外表面的酸性,丙三醇增加了溶液中的羟基浓度,Na₂SO₄可以与未反应的CaO、Ca(OH)₂反应生成CaSO₄等,并在使用后进一步反应,与羟丙基甲基纤维素共同增强材料的水硬性;(2)选用的焙烧硅藻土本身杂质少、白度高、具有较为发达的孔结构,有助于提高最终硅藻泥的性能;(3)制备工艺简单,原料、产物及生产过程环境友好。

附图说明

[0019] 图1为本发明制备高吸附性、高强度焙烧硅藻泥的工艺流程图。

具体实施方式

[0020] 为使本领域普通技术人员充分理解本发明的技术方案和有益效果,以下结合具体实施例进行进一步说明。

[0021] 本发明所使用的硅藻土来自吉林省临江市,焙烧处理后制成粉末,其中SiO₂含量为92%左右。所使用的CaO、Ca(OH)₂、CaCl₂等为分析纯,使用前研磨至30 μ m以下。羟丙基甲基

纤维素的粘度 ≥ 20 万MPa·s。其他原料均为普通市售。

[0022] 实施例1

[0023] 如图1所示,高吸附性、高强度焙烧硅藻泥的制备方法具体如下:

[0024] (1) 分别取焙烧硅藻土18g、CaO 2g,利用漩涡混匀器搅拌30min,混合均匀得到硅藻泥粉料半成品;

[0025] (2) 取5g Na_2SO_4 、2g MgCl_2 和3g丙三醇配制成溶液,将其与上述硅藻泥粉料半成品混合均匀,再按照1:5的固液质量比将其加入到150mL陶瓷坩埚中,充分搅拌后置于高压反应釜中于160℃下反应12h;升温过程不排出氧气,保证反应过程处于有氧环境;

[0026] (3) 反应完成后取出硅藻泥并冷却至室温,过滤后在100℃充分干燥;

[0027] (4) 将干燥后的硅藻泥与0.4g羟丙基甲基纤维素混合均匀,利用打粉机将其粉碎至74 μm 以下,最终得到白色的硅藻泥粉料。

[0028] 实施例2

[0029] 本实施例与实施例1基本相同,不同之处在于:焙烧硅藻土的用量为17g,CaO的用量为3g。

[0030] 实施例3

[0031] 本实施例与实施例1基本相同,不同之处在于:焙烧硅藻土的用量为15g,CaO的用量为5g,蒸压反应温度为180℃,反应时间不变。

[0032] 实施例4

[0033] 本实施例与实施例1基本相同,不同之处在于:焙烧硅藻土的用量为17g,CaO更换为 $\text{Ca}(\text{OH})_2$,其用量为3g, Na_2SO_4 的用量为4g,丙三醇的用量为2g,氯化镁用量为2g,蒸压反应温度为180℃,反应时间不变。

[0034] 实施例5

[0035] 本实施例与实施例1基本相同,不同之处在于:焙烧硅藻土的用量为17g,CaO更换为 CaCl_2 和NaOH, CaCl_2 的用量为2g且NaOH的用量为1g,蒸压反应温度为170℃,反应时间不变。

[0036] 实施例6

[0037] 本实施例与实施例1基本相同,不同之处在于:焙烧硅藻土的用量为17g,CaO用量为3g,蒸压反应温度为160℃,反应时间为20h。

[0038] 为充分了解本发明制得的焙烧硅藻泥的性能,进行了亚甲基蓝吸附实验并利用吸附量和比表面积作为产品评价指标,测试方法严格按照JC/T2177-2013《硅藻泥装饰壁材》进行,相关结果参见表1。

[0039] 表1 焙烧硅藻土原料及实施例1-6硅藻泥产品性能参数表

[0040]

产品	原料	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6
亚甲基蓝 吸附量(mg/g)	0.86	7.64	7.71	5.21	5.09	5.34	7.21
比表面积 (m ² /g)	0.62	27.62	27.96	23.19	22.42	24.96	26.38
粘结强度 (Mpa)	<0.2	0.67	0.72	0.78	0.64	0.63	0.65

[0041] 由表1可知,实施例1-6制得的硅藻泥产品对亚甲基蓝的吸附量相当于焙烧硅藻土原料的5.9-9.0倍,比表面积相当于焙烧硅藻土原料的36.2-45.1倍,这表明其吸附性能得到了极大地提高;另一方面,实施例1-6制得的硅藻泥产品的粘接强度相当于焙烧硅藻土原料的3.2-3.9倍以上,粘结效果提高显著。

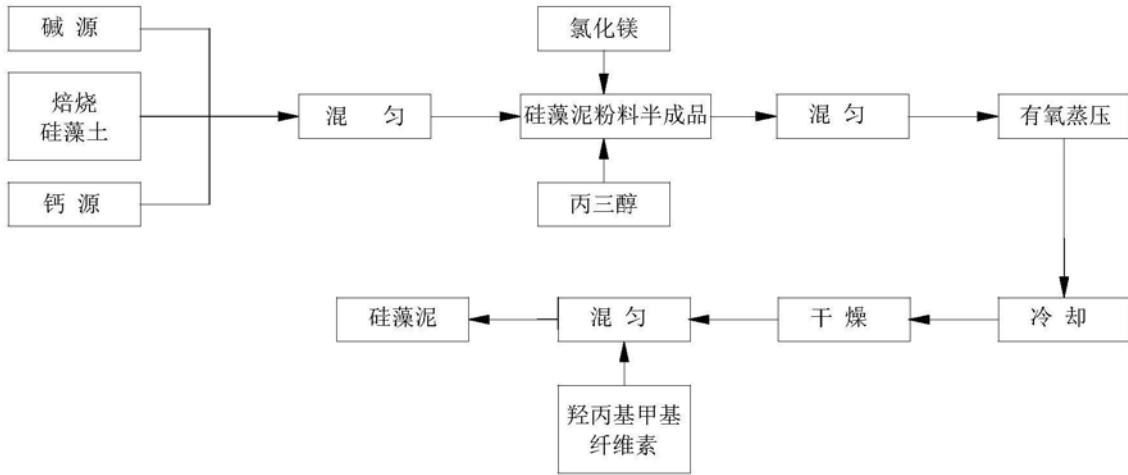


图1