



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101804321 A

(43) 申请公布日 2010.08.18

(21) 申请号 201010146968.7

(22) 申请日 2010.04.15

(71) 申请人 山东科技大学

地址 266510 山东省青岛市经济技术开发区
前湾港路 579 号

(72) 发明人 王力 高登征 刘丽华

(74) 专利代理机构 济南舜源专利事务所有限公
司 37205

代理人 王连君

(51) Int. Cl.

B01J 20/10 (2006.01)

B01J 20/30 (2006.01)

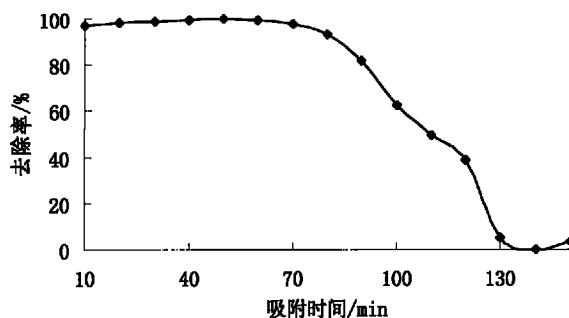
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种新型硅胶复合物吸附分离材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开一种新型硅胶复合物吸附分离材料及其制备方法,具体涉及一种孔径分布广、用于吸附疏水性物质的新型硅胶复合物吸附分离材料及其制备方法。该新型硅胶复合物吸附分离材料中硅胶的含量为 30 ~ 98wt%,介孔二氧化硅材料的含量为 2 ~ 70wt%。其制备方法按以下步骤进行:将介孔硅材料合成原粉与碱硅酸盐溶液混合,再将混合液与无机酸作瞬时混合,制得硅胶介孔复合材料,然后脱除模板剂,再对脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料用偶联剂进行疏水改性,制得新型硅胶复合物吸附分离材料。该新型硅胶复合物吸附分离材料可用于吸附吸附气相和液相中的疏水性物质。



1. 一种新型硅胶复合物吸附分离材料,其特征在于:该新型硅胶复合物吸附分离材料中硅胶的含量为 30 ~ 98wt%,介孔二氧化硅材料的含量为 2 ~ 70wt%。

2. 如权利要求 1 所述的一种新型硅胶复合物吸附分离材料,其特征在于由下述方法制备获得:首先制备硅胶介孔复合材料,该硅胶介孔复合材料中包含介孔硅材料合成原粉,然后脱除模板剂,再对脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料进行疏水性改造。

3. 一种新型硅胶复合物吸附分离材料的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 将介孔硅材料合成原粉与碱硅酸盐溶液混合,再将混合液与无机酸作瞬时混合,形成凝胶,然后对凝胶进行脱水步骤,制得硅胶介孔复合材料;或将介孔硅材料合成原粉与无机酸混合,再将混合液与碱硅酸盐溶液瞬时混合,形成凝胶,然后对凝胶进行脱水步骤,制得硅胶介孔复合材料;

(2) 将步骤 (1) 中制得的硅胶介孔复合材料放入醇酸复合溶液中,脱除模板剂;

(3) 对脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料用偶联剂进行疏水改性,制得新型硅胶复合物吸附分离材料。

4. 如权利要求 3 所述的一种新型硅胶复合物吸附分离材料的制备方法,其特征在于:所述介孔硅材料合成原粉是含有模板剂的介孔硅材料,介孔硅材料合成原粉中模板剂的含量为 2 ~ 60%,在制备介孔硅材料合成原粉的过程中不包含高温焙烧或溶剂萃取步骤。

5. 如权利要求 3 所述的一种新型硅胶复合物吸附分离材料的制备方法,其特征在于:步骤 (2) 中,所述醇酸复合溶液中的醇选自甲醇、乙醇、丙醇、丁醇中的一种或它们的混合物,酸选自无机酸和 / 或有机酸。

6. 如权利要求 3 所述的一种新型硅胶复合物吸附分离材料的制备方法,其特征在于:步骤 (3) 中,所述偶联剂为硅烷偶联剂、钛酸酯偶联剂。

7. 如权利要求 6 所述的一种新型硅胶复合物吸附分离材料的制备方法,其特征在于:所述硅烷偶联剂为十六烷基三甲氧基硅烷、辛基三乙氧基硅烷。

8. 如权利要求 1 至 7 任一权利要求所述的一种新型硅胶复合物吸附分离材料的用途,其特征在于该新型硅胶复合物吸附分离材料主要用于吸附气相和液相中的疏水性物质。

一种新型硅胶复合物吸附分离材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种新型硅胶复合物吸附分离材料及其制备方法,具体涉及一种孔径分布广、用于吸附疏水性物质的新型硅胶复合物吸附分离材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 硅胶是一种高活性吸附材料,属非晶态物质,不溶于水和任何溶剂,无毒无味,化学性质稳定,除强碱、氢氟酸外不与任何物质发生反应。各种型号的硅胶因其制造方法不同而形成不同的微孔结构。硅胶的化学组分和物理结构,决定了它具有许多其他同类材料难以取代的特点:吸附性能高、热稳定性好、化学性质稳定、有较高的机械强度等。

[0003] 硅胶根据其孔径的大小分为:大孔硅胶、粗孔硅胶、b 型硅胶、细孔硅胶。由于孔隙结构的不同,因此它们的吸附性能各有特点。粗孔硅胶在相对湿度高的情况下有较高的吸附量,细孔硅胶则在相对湿度较低的情况下吸附量高于粗孔硅胶,而 b 型硅胶由于孔结构介于粗、细孔硅胶之间,其吸附量也介于粗、细孔之间。大孔硅胶一般用作催化剂载体、消光剂、牙膏磨料等。因此应根据不同的用途选择不同的品种。

发明内容

[0004] 本发明的目的之一在于提供一种新型硅胶复合物吸附分离材料,该新型硅胶复合物吸附分离材料可用于吸附气相或液相中的疏水性物质。

[0005] 本发明的目的之二在于提供一种新型硅胶复合物吸附分离材料的制备方法。

[0006] 其技术解决方案是:

[0007] 一种新型硅胶复合物吸附分离材料,其中硅胶的含量为 30 ~ 98wt%,介孔二氧化硅材料的含量为 2 ~ 70wt%。

[0008] 上述新型硅胶复合物吸附分离材料,由下述方法制备获得:首先利用介孔硅材料合成原粉和碱硅酸盐溶液制备硅胶介孔复合材料,该硅胶介孔复合材料中包含介孔硅材料合成原粉,然后脱除硅胶介孔复合材料中的模板剂,再对脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料进行疏水性改造。

[0009] 一种新型硅胶复合物吸附分离材料的制备方法,包括以下步骤:

[0010] (1) 将介孔硅材料合成原粉与碱硅酸盐溶液混合,再将混合液与无机酸作瞬时混合,形成凝胶,然后对凝胶进行脱水步骤,制得硅胶介孔复合材料;或将介孔硅材料合成原粉与无机酸混合,再将混合液与碱硅酸盐溶液瞬时混合,形成凝胶,然后对凝胶进行脱水步骤,制得硅胶介孔复合材料;

[0011] (2) 将步骤(1)中制得的硅胶介孔复合材料放入醇酸复合溶液中,脱除模板剂;

[0012] (3) 对脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料用偶联剂进行疏水改性,制得新型硅胶复合物吸附分离材料。

[0013] 上述介孔硅材料合成原粉是含有模板剂的介孔硅材料,介孔硅材料合成原粉中模板剂的含量为 2 ~ 60% (以重量分数计),在制备介孔硅材料合成原粉的过程中不包含高

温焙烧或溶剂萃取步骤。

[0014] 上述步骤(2)中,所述醇酸复合溶液中的醇选自甲醇、乙醇、丙醇、丁醇中的一种或它们的混合物,酸选自无机酸和/或有机酸。

[0015] 上述步骤(3)中,所述偶联剂为硅烷偶联剂、钛酸酯偶联剂,其中优选碳链较长的硅烷偶联剂,如十六烷基三甲氧基硅烷、辛基三乙氧基硅烷等。

[0016] 上述新型硅胶复合物吸附分离材料主要用于吸附气相和液相中的疏水性物质。

[0017] 本发明的有益技术效果是:

[0018] 本发明利用介孔硅材料合成原粉和碱硅酸盐溶液制备得到包含介孔二氧化硅材料的硅胶介孔复合材料,再经过脱除硅胶介孔复合材料中的模板剂,然后对脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料进行疏水性改造,得到具有微孔、介孔、大孔分布的疏水性较好的新型硅胶复合物吸附分离材料。该新型硅胶复合物吸附分离材料比表面积大,对非极性或弱极性物质吸附量大(吸附率大都在90%以上),吸附选择性高,可用于吸附气相和液相中的疏水性物质。另外,本发明工艺简单,工艺流程容易控制,生产成本低,有利于保护环境。

附图说明

[0019] 图1示出实施例1中所得新型硅胶复合物吸附分离材料对甲苯去除率随时间的变化;

[0020] 图2示出实施例2中所得新型硅胶复合物吸附分离材料对甲苯去除率随时间的变化;

[0021] 图3示出实施例3中所得新型硅胶复合物吸附分离材料对甲苯去除率随时间的变化;

[0022] 图4示出实施例4中所得新型硅胶复合物吸附分离材料对甲苯去除率随时间的变化。

具体实施方式

[0023] 下面通过实施例对本发明进行具体的描述,有必要在此指出的是本实施例仅用于对本发明进行进一步说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,该领域的技术熟练人员可以根据本发明的内容作出一些非本质的改进和调整。

[0024] 实施例1

[0025] 称取50克硅酸钠固体,加入水中配制成质量百分比浓度为20%的硅酸钠溶液,然后向硅酸钠溶液中加入10克平均粒度为50 μ m的介孔硅材料合成原粉,充分搅拌,使不溶于水的介孔硅材料固体粒子分散于硅酸钠溶液中,形成混合液;上述介孔硅材料合成原粉中模板剂(表面活性剂)的含量为20%,且选取的介孔硅材料合成原粉在制备的过程中不包含高温焙烧或溶剂萃取步骤,这样保证了所选材料具有高活性;然后向上述混合液中加入5克浓度为30%的硫酸溶液,瞬时混合形成凝胶,接着对凝胶进行脱水,形成硅胶介孔复合材料。将硅胶介孔复合材料放入乙醇的盐酸溶液(乙醇与盐酸的体积比为2:1)中浸泡,脱除模板剂。最后将脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料放入甲基三乙氧基硅烷中进行疏水性改造4h,制得新型硅胶复合物吸附分离材料。

[0026] 实施例2

[0027] 将 9 克平均粒度为 $80\ \mu\text{m}$ 的介孔硅材料合成原粉与 20 克浓度为 30% 的硫酸溶液混合,充分搅拌,使不溶于水的介孔硅材料固体粒子分散于硫酸溶液中,形成混合液;其中介孔硅材料合成原粉中模板剂(表面活性剂)的含量为 30%,且选取的介孔硅材料合成原粉在制备的过程中不包含高温焙烧或溶剂萃取步骤,这样保证了所选材料具有高活性;称取 50 克硅酸钠固体,加入水中配制成质量百分比浓度为 30% 的硅酸钠溶液,然后将硅酸钠溶液与上述混合液瞬时混合,形成凝胶,接着对凝胶进行脱水,形成硅胶介孔复合材料。将硅胶介孔复合材料在甲醇的硝酸溶液(甲醇与硝酸的体积比为 1 : 2)中浸泡,脱除模板剂。最后将脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料放入苯基三甲氧基硅烷中浸泡 4h,制得新型硅胶复合物吸附分离材料。

[0028] 实施例 3

[0029] 称取 50 克硅酸钠固体,加入水中配制成质量百分比浓度为 40% 的硅酸钠溶液,然后向硅酸钠溶液中加入 18 克平均粒度为 $100\ \mu\text{m}$ 的介孔硅材料合成原粉,充分搅拌,使不溶于水的介孔硅材料固体粒子分散于硅酸钠溶液中,形成混合液;上述介孔硅材料合成原粉中模板剂(表面活性剂)的含量为 40%,且选取的介孔硅材料合成原粉在制备的过程中不包含高温焙烧或溶剂萃取步骤,这样保证了所选材料具有高活性;然后向混合液中加入 10 克浓度为 30% 的硝酸溶液,瞬时混合形成凝胶,接着对凝胶进行脱水,形成硅胶介孔复合材料。将硅胶介孔复合材料放入丁醇的乙酸溶液(丁醇与乙酸的体积比为 4 : 1)中浸泡,脱除模板剂。最后将脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料放入甲基三乙氧基硅烷中浸泡 4h,制得新型硅胶复合物吸附分离材料。

[0030] 实施例 4

[0031] 称取 50 克硅酸钠固体,加入水中配制成质量百分比浓度为 50% 的硅酸钠溶液,然后向硅酸钠溶液中加入 20 克平均粒度为 $120\ \mu\text{m}$ 的介孔硅材料合成原粉,充分搅拌,使不溶于水的介孔硅材料固体粒子分散于硅酸钠溶液中,形成混合液;上述介孔硅材料合成原粉中模板剂(表面活性剂)的含量为 50%,且选取的介孔硅材料合成原粉在制备的过程中不包含高温焙烧或溶剂萃取步骤,这样保证了所选材料具有高活性;然后向混合液中加入 15 克浓度为 30% 的盐酸溶液,瞬时混合形成凝胶,接着对凝胶进行脱水,形成硅胶介孔复合材料。将硅胶介孔复合材料放入甲醇的盐酸溶液(甲醇与盐酸的体积比为 4 : 1)中浸泡,脱除模板剂。最后将脱除模板剂后的硅胶介孔复合材料放入甲基三乙氧基硅烷中进行疏水性改造 4h,制得新型硅胶复合物吸附分离材料。

[0032] 利用模拟气体吸附装置分别测定上述实施例中所制得的新型硅胶复合物吸附分离材料对甲苯的吸附行为,用气相色谱仪检测气体中甲苯的浓度,如图 1、2、3 或 4 所示,分别为实施例 1、2、3、4 中所得新型硅胶复合物吸附分离材料对甲苯去除率随时间的变化关系,以上附图 of 新型硅胶复合物吸附分离材料用作甲苯吸附材料及其去除效果评价提供依据。

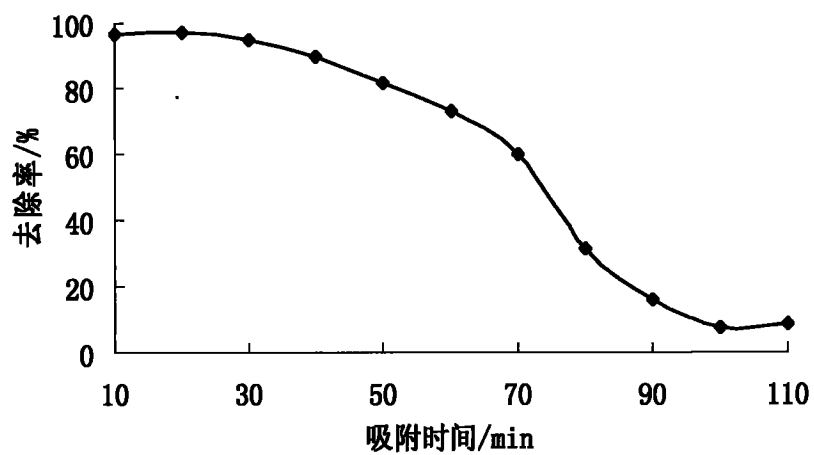


图 1

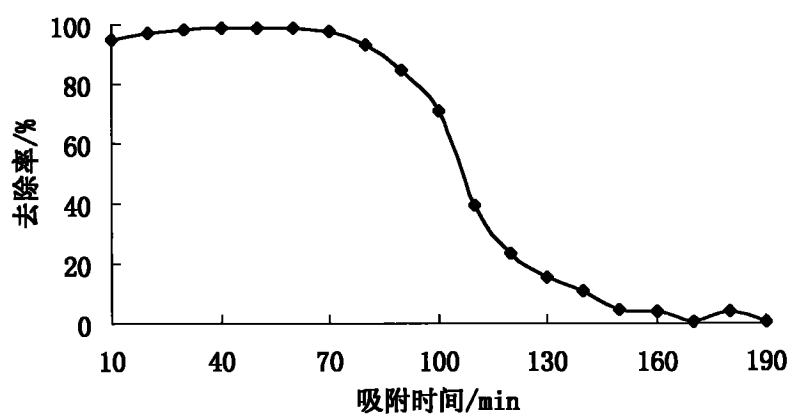


图 2

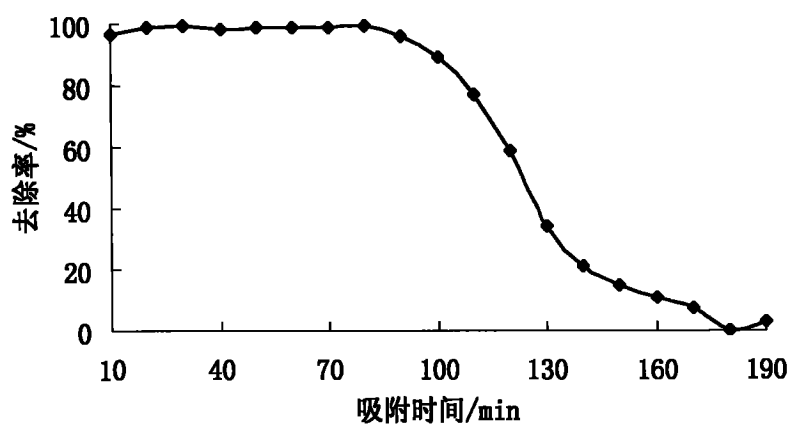


图 3

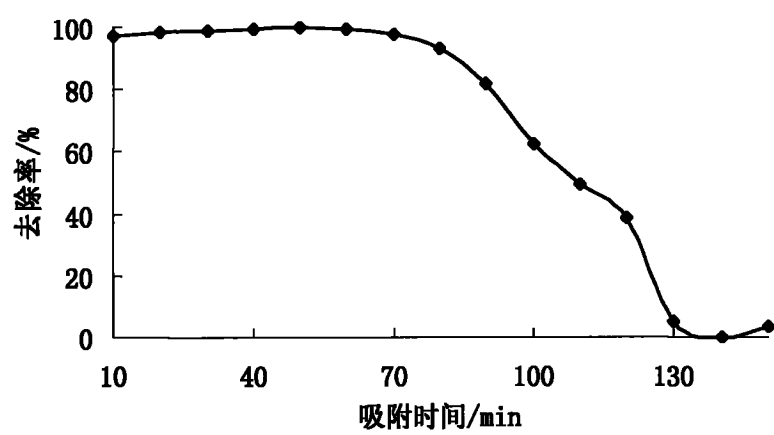


图 4