

蒙脱石有机插层复合物的制备及 XRD 分析

付桂珍, 龚文琪

(武汉理工大学 资源与环境工程学院, 湖北 武汉 430070)

摘要: 以辽宁某地钙基蒙脱石为原料, 经碳酸钠钠化改型后, 用十六烷基三甲基溴化铵作插层剂对其进行有机插层处理, 考察插层剂的最佳用量。采用 XRD 技术对所研制的蒙脱石有机插层复合物进行分析, 结果表明, 插层剂用量为 120% mmol/100g CEC 时所制备的蒙脱石有机插层复合物的插层效果最好。
关键词: 蒙脱石; 插层; 十六烷基三甲基溴化铵
中图分类号: TB321 文献标识码: A
文章编号: 1008- 5548(2007) 03- 0024- 02

Preparation and Characterization of Organic-intercalated Montmorillonite Composites
FU Gui-zhen, GONG Wen-qi
(Shool of Resources and Environmental Engineering, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China)

Abstract: The calcium montmorillonite from Liaoning was organic-intercalated by using cetyl trimethyl ammonium bromide after it was treated by sodium carbonate. The optimal amount of intercalating agent was reviewed. Organic-intercalated montmorillonite composites were characterized by the methods of XRD. The results show that the organic-intercalated montmorillonite composites is best when the amount of intercalating agent reaches 120% mmol/100g cation exchange capacity (CEC).
Key words: montmorillonite; intercalation; cetyl trimethyl ammonium bromide

1 蒙脱石有机插层复合物的制备

1.1 实验原料

试验采用的原料为来自辽宁某地的蒙脱石, 其化学成分如表 1 所示。
试验所用主要化学试剂为无水碳酸钠 (Na_2CO_3)、氢氧化钠 (NaOH)、无水乙醇 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)、次甲基兰 ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)、氧化镁 (MgO) 等, 以上试剂均为分析纯。

收稿日期: 2006- 09- 23, 修回日期: 2006- 12- 04。
基金项目: 教育部科学技术研究重点项目, 编号: 02052。
第一作者简介: 付桂珍 (1963-), 女, 副教授。E-mail: fgzh@163.com。

表 1 实验原料化学成分表
Tab.1 Chemical compositions of raw materials

化学成分	SiO_2	Fe_2O_3	Al_2O_3	TiO_2	CaO	MgO	K_2O
含量 /%	56.78	6.56	17.03	0.73	2.76	3.65	0.85
化学成分	Na_2O	MnO	H_2O^+	H_2O	烧失量	总计	
含量 /%	0.39	0.08	10.29	4.23	10.04	99.46	

1.2 钠化改型
蒙脱石的钠化改型采用 4 %的碳酸钠溶液, 碳酸钠与蒙脱石质量比为 4/100。配制一定浓度的蒙脱石矿浆, 在不断搅拌条件下加入改型剂, 搅拌 1 h。钠化蒙脱石的提纯采用沉降法, 去除下层粗颗粒后烘干研磨过 200 目筛制得钠基蒙脱石。蒙脱石改型前后的 XRD 分析如图 1 所示, 钠化改型前后蒙脱石的理化性能测试结果如表 2 所示。从图 1 和表 2 可以看出, 蒙脱石经钠化改型后其理化性能指标明显提高, 但蒙脱石的晶层间距却有所降低, 由改型前的 1.556 nm 缩小至 1.296 nm, 这是由于钠化改型使蒙脱石结构蓬松, 从而释放出层间杂质所致。经改型后的钠化土纯度更高, 有利于后续有机改性的进行。

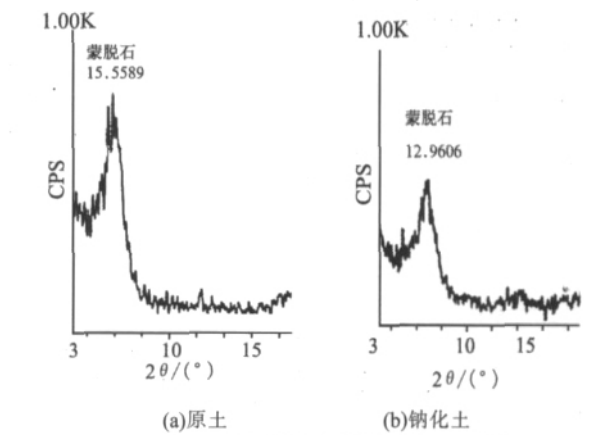


图 1 蒙脱石钠化改型前后的 XRD 图
Fig.1 XRD patterns of samples

表 2 原土与钠化改型土理化性能测试结果
Tab.2 Measuring results of samples

	膨胀容 / $\text{mL} \cdot \text{g}^{-1}$	膨润值 / $\text{mL} \cdot \text{g}^{-1}$	吸蓝量 / $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	CEC / $\text{mmol} \cdot \text{g}^{-1}$	d_{001} 值 / nm
原土	18	16	0.4113	0.55	1.556
钠化土	68	29	0.5047	0.86	1.296

1.3 有机改性

有机蒙脱石的制备采用湿法工艺^[1-9]。在 250 mL 锥形瓶中加入蒸馏水，放于恒温水浴中加热到 60 后，分别将一定量的钙基蒙脱石和钠基蒙脱石加入其中，用手振荡几次使其分散，然后迅速加入一定量的有机插层剂十六烷基三甲基溴化铵，在恒温水浴中继续振荡约 2 h，使其充分交换，将插层后的蒙脱石料浆在常温下离心分离后用蒸馏水洗涤 3 次，再在 40 左右干燥，105 活化 30 min，研磨粉碎至 200 目，将制得样品放于干燥器中保存。

2 X 射线衍射分析

蒙脱石插层复合物样品的粉晶 X 射线衍射^[6-10]：将实验制得的插层复合物样品在玛瑙研钵研磨至 200 目左右，利用日本产 Dmax A 型 X 射线衍射仪对样品进行测试，测试条件分别为：靶子为铜靶，管流 30 mA，管压 35 kV，狭缝 DS=SS=1° RS=0.3 mm，步长 0.02°，石墨单色器。分别用不同浓度插层剂进行有机改性处理的钠基蒙脱石插层复合物样品的 XRD 测试结果如表 3 和图 2 所示。

表 3 和图 2 明显看出，插层剂用量与晶层间距有直接关系，当插层剂用量小于 120 % mmol/100 g CEC 时，晶层间距随插层剂用量的增加而增加，当插层剂用量超过 120 % mmol/100g CEC 时，晶层间距不再随插层剂用量的增加而增加，故 120 % mmol/100g CEC 为最佳插层剂用量。分析认为插层剂用量小于 100 % mmol/100g CEC 时为阳离子交换，当加入的有机阳离子量大于蒙脱石的 CEC 时，已存在于蒙脱石层间的有机阳离子通过疏水键吸附溶液中的有机物，故插层剂用量达到 120 % mmol/100 g CEC 时方才达到饱和。

3 结 论

实验证明，十六烷基三甲基溴化铵插入到蒙脱

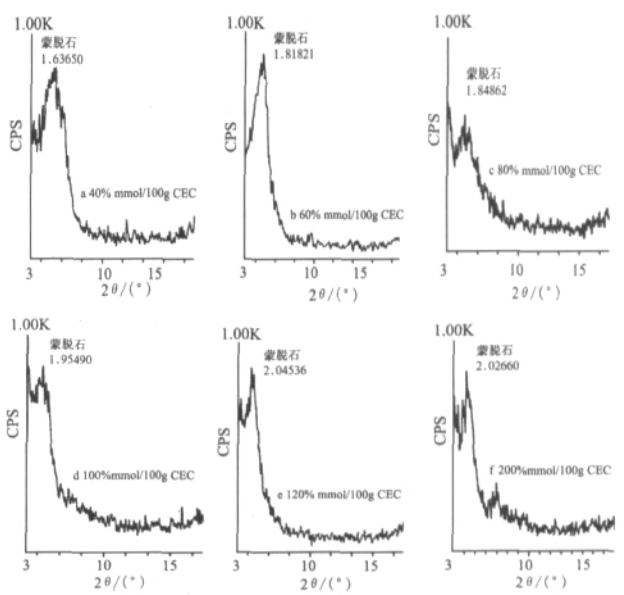


图 2 不同浓度插层剂处理有机蒙脱石的 XRD 图
Fig.2 XRD patterns of samples treated by different amount of intercalating agent

石层间，使 d_{001} 值明显增大，且插层剂浓度不同，则层间距大小也不同。随着插层剂用量的增大，蒙脱石插层复合物样品的 d_{001} 值也逐渐增大，且衍射峰逐渐增强，当插层剂用量达到 120% mmol/100 g CEC 之后 d_{001} 不再增加，且蒙脱石层间距明显增大，的 1.556 nm(原土)增至 2.045 nm，说明插层剂用量为 120 % mmol/100g CEC 时插层效果最好。

参考文献(References):

[1] 方晓明, 张正国, 文磊, 等. 膨润土纳米层间的有机改性及其影响因素[J]. 非金属矿, 2003, 26(3): 23-31.
[2] 章永化, 龚成成. 可聚合性季铵盐蒙脱石嵌入复合物的制备[J]. 硅酸盐通报, 1998, 21(1): 24-28.
[3] 张永华, 王淑萍, 乔世德, 等. 有机蒙脱石的制备研究[J]. 非金属矿, 1996, 19(4): 15-17.
[4] 孙红娟, 彭同江, 刘福生, 等. 新疆某地钠蒙脱石的季铵盐处理与插层复合物制备[J]. 非金属矿, 2002, 25(3): 10-13.
[5] 王玉洁, 张军, 张东丽, 等. 有机膨润土的制备及测试[J]. 长春科技大学学报, 2000, 30(2): 206-208.
[6] 陈艳玲, 郭锋, 严嘉. 1631- 有机改性膨润土制备、应用及其性能表征[J]. 非金属矿, 1999, 22(6): 15-16.
[7] 陈德芳, 王重, 李运康. 有机膨润土的性能与结构关系的研究[J]. 西安交通大学学报, 2000, 34(8): 92-95.
[8] 陈志勇, 李玉玲, 张志扬, 等. 有机膨润土制备及其结构性能分析[J]. 非金属矿, 2002, 25(5): 45-47
[9] 吴平霄, 张惠芬, 肖文丁, 等. 柱撑蒙脱石制备与表征[J]. 矿物学报, 1997, 17(2): 200-207.
[10] 叶巧明, 刘兴奋. CTMAB 插层有机膨润土的结构分析[J]. 硅酸盐通报, 2004(5): 40-43.

表 3 钠基蒙脱石有机插层复合物的 d_{001} 值
Tab.3 d_{001} value of XRD for samples

样品编号	a	b	c	d	e	f
插层剂用量 (%mmol/100g CEC)	40	60	80	100	120	200
d_{001} 值/nm	1.63650	1.81821	1.84862	1.95490	2.04536	2.02660