

用硅铝废渣制备 4A 沸石及其表征

李 伟¹, 黄志良^{1*}, 池汝安²

(1. 武汉工程大学材料科学与工程学院, 湖北 武汉 430074;

2. 武汉工程大学化工与制药学院, 湖北 武汉 430074)

摘 要:以硅铝废渣为原料,采用低温水热合成法制备 4A 沸石. 通过 X 射线衍射(XRD)和扫描电子显微镜(SEM)为手段,来考察反应体系组分、反应温度、反应时间对制备 4A 沸石的影响. 结果表明,在 $n(\text{SiO}_2)/n(\text{Al}_2\text{O}_3)=2$, $n(\text{Na}_2\text{O})/n(\text{SiO}_2)=0.7$, $n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})=43$, 晶化温度 $90\sim 100\text{ }^\circ\text{C}$, 反应时间 6 h 的条件下合成纯度较高的 4A 沸石.

关键词:4A 沸石;硅铝废渣;低温水热方法

中图分类号:TQ170.9

文献标识码:A

doi:10.3969/j.issn.1674-2869.2011.05.017

0 引 言

我国与硅酸盐产品有关的厂家在生产过程中常常伴生大量的硅铝废渣(以下简称 SSW),对这些渣料的物化性能及综合利用的工艺研究很少有文献报道^[1]. 大部分厂家通过填埋方式处理,但这造成了环境的污染和土地的浪费. 由于 SSW 具有超细及有效 SiO_2 、 Al_2O_3 、 H_2O 含量较高等优点,根据其组成及物化特征分析,可以将此 SSW 通过水热法制成 4A 沸石分子筛.

4A 沸石分子筛形成的晶化体系是一个复杂体系. 原料混合后,前驱物中的 SiO_2 和 Al_2O_3 在水热条件下与 OH^- 发生反应,首先生成硅酸根离子和铝酸根离子(硅(铝)四面体),并进一步发生缩聚反应形成不同聚合态的硅酸根和铝酸根离子(多圆环),多圆环在阳离子的“连桥”作用下,围绕着阳离子进一步缩聚,通过氧桥在三维空间继续连接,形成笼,固相和液相建立了溶解平衡. 硅铝酸根离子的浓度取决于液相 SiO_2 和 Al_2O_3 的浓度和温度,当温度上升时,建立起新的固相与液相的平衡. 随着前驱物的不断溶解,固相的 SiO_2 和 Al_2O_3 不断转化为液相的 SiO_2 和 Al_2O_3 ,当液相中的硅铝酸根离子浓度达到形成沸石分子筛的饱和浓度时,导致沸石晶核的形成,相继为晶体的生长.

随着人们对沸石分子筛认识的进一步深入,工业生产技术的进一步提高,沸石的特种合成新方法层出不穷:主要有清液合成法、非水体系合成法、极浓体系合成法、纯体系合成法;此外还有微波合成技术、高压体系合成法、热活化法、蒸汽相合成法、高温合成法、低温合成法、室温合成法、双功能体系合成法等^[2-12]. 对于 4A 沸石来说,目前的资料表明:采用极浓体系配料的水热法具有产品回收率高,粒度可达纳米级且均匀等优点. 因此,本次研究工作采用该水热法.

该研究既能为廉价硅铝渣料的高层次开发利用开辟新的途径,又能降低沸石分子筛的生产成本,进一步拓宽其合成技术路线.

1 实验部分

1.1 试剂及仪器

某化工厂提供的硅铝废渣(SSW);质量分数 10% 的盐酸(国药化工); $\text{Al}(\text{OH})_3$ (质量分数 98.5%,国药化工); NaOH (质量分数 98%,国药化工);蒸馏水.

日本岛津公司生产的 XRD-5 型 X 射线衍射仪;LS-601 型激光粒度分析仪;美国产 Nicolet Impact 420 型付立叶变换红外光谱仪(FT-IR);温州仪器仪表有限公司生产的白度仪;X 射线衍射仪;温度计;搅拌器;蛇型冷凝管;恒温浴锅;三

收稿日期:2010-12-03

基金项目:国家自然科学基金项目(50874081);国家自然科学基金重点基金项目(50834006)

作者简介:李 伟(1986-),男,湖北黄冈人,硕士研究生. 研究方向:沸石的合成与表征.

作者简介:黄志良,男,教授,博士. 研究方向:无机非金属材料的功能与应用. * 通信联系人

颈瓶;LXY 型抽滤机;恒温干燥箱.

1.2 原料的分析

1.2.1 原料的组成 经化学分析,该硅铝渣料化学成分分析见表 1.

表 1 SSW 的组成(湿基)

Table 1 The contents of major components in SSW

组份	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	REE ₂ O ₃
w/%	41.06	18.13	5.83	1.08	1.31
组份	FeO	SO ₃	P ₂ O ₅	灼碱	
w/%	0.09	1.05	1.63	29.82	

注:测试单位:武汉工程大学分析测试中心(测试仪器:AES 原子吸收仪、EDS 能谱仪)。

经化学相分析,可知该干渣的主要物相为一种含钠、稀土(主要为镧)的含水硅铝酸盐,少量物相为含 CaO、FeO、SO₃、P₂O₅、REE₂O₃(铈的氧化物)成分的杂质.根据 MOSCC 法和表 1 中的化学成分测定结果可计算出其分子结构式为:

$$0.028\ 7\ Na_2O \cdot 0.004\ 5\ REE_2O_3 \cdot 0.276\ 7\ Al_2O_3 \cdot 1.121\ 5SiO_2 \cdot 0.54H_2O$$

1.2.2 SSW 的粒度分析 利用 LS-601 型激光粒度分析仪对 SSW 的粒度进行分析(见图 1),结果表明:粒度分布范围较窄,100% 颗粒分布于 1.2~50 μm 之间,小于 1.2 μm 或大于 5 μm 的颗粒为极少,因此分布均匀.可以看出:大部分(76%)颗粒分布于 5~25 μm 之间.如将该 SSW 用于生产 4A 沸石无需破碎,可节约大量粉磨资金,是该 SSW 原料的优势之一.

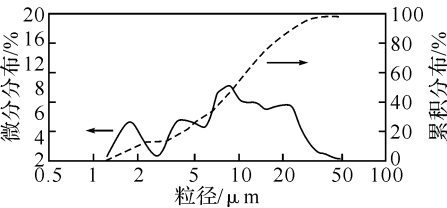


图 1 SSW 的粒度分析

Fig.1 Particle sizing of SSW

1.3 4A 沸石的合成工艺

a. 水热法制备 4A 沸石分子筛的工艺流程.从制备 4A 沸石分子筛的角度考察, SiO₂、Na₂O、Al₂O₃、H₂O、CO₂ 无疑是有益组份, CaO 为无益组份,而明显的有害组份为 FeO,所以要想获得高质量的 A 型沸石应做除铁处理即原料预处理.根据以非化工原料生产 4A 沸石分子筛的前人所获得的经验,一般采用酸处理工艺.对 SSW 进行酸处理的条件与过程为: 100 g SSW 用 10% 的盐酸 872 mL, T=90 ℃, t=2 h, 搅拌 24 h, 过滤、洗涤、干燥, 得到酸处理后的 SSW. 以酸处理后的 SSW 和铝酸钠为前驱物. 水热法制备 4A 沸石分子筛的工艺流程如图 2 所示^[13-22], 合成装置图如图 3. 与

利用其它矿物原料合成沸石分子筛的传统工艺相比. 该工艺省去了(加碱)煅烧或碱溶和混胶等工序, 操作更简单, 技术参数更易控制.

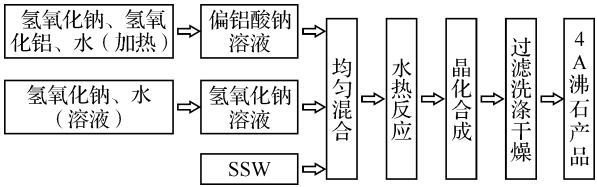
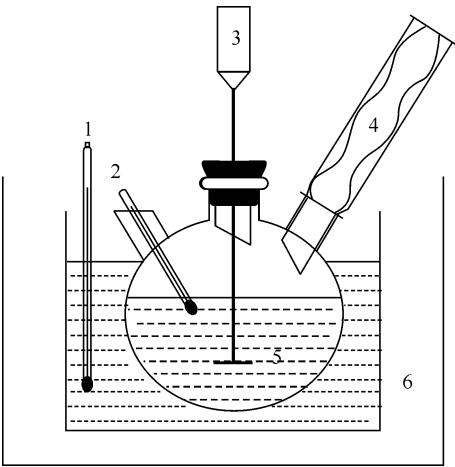


图 2 利用 SSW 合成 4A 沸石分筛的工艺流程

Fig.2 The flow chart of synthetize 4A zeolites by SSW



(1、2-温度计;3-搅拌器;4-蛇型冷凝管;5-反应体系;6-恒温浴锅)

图 3 4A 沸石分子筛的装置图

Fig.3 The experimental facilities of 4A zeolites

b. 最佳水热反应条件. SSW 水热制备 4A 沸石的最佳工艺技术参数为: $n(SiO_2)/n(Al_2O_3) = 2$, $n(Na_2O)/n(SiO_2) = 0.7$, $n(H_2O)/n(Na_2O) = 43$, 水热反应温度 $T = 90 \sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

c. 反应混合物的配制. 将 SSW 直接装入三颈瓶中; 氢氧化铝和氢氧化钠放入烧杯中, 加入适量的蒸馏水, 在电炉上加热搅拌, 使其充分反应生成偏铝酸钠; 将余下的氢氧化钠放入烧杯中加适量蒸馏水搅拌使之完全溶解于水中形成氢氧化钠溶液, 然后将氢氧化钠溶液, 偏铝酸钠溶液先后加入三颈瓶中, 然后充分搅拌使其混合均匀.

d. 水热反应晶化合成. 反应混合物配制后, 将三颈瓶置于电热恒温水浴锅中, 利用搅拌器边恒温边搅拌, 将水银温度计控制温度在 93 ℃ 之间, 反应时间控制在 6 h. 待反应完成后, 需放置 14~16 h, 使其晶化完全.

e. 产品的过滤, 洗涤和干燥. 晶化完全后, 先将三颈瓶中的含铁水溶液(红色)去除, 然后将剩下的反应产物经 LXY 型抽滤机过滤. 过滤后, 用蒸馏水反复洗涤三至四遍至 pH=9 左右, 滤干, 置于恒温干燥箱中(90~100 ℃)干燥 2 h, 即得 4A 沸石产品.

2 结果与讨论

2.1 SSW 水热制备 4A 沸石最佳技术参数选择的表征

4A 型沸石的传统合成工艺表明,反应混合物的最佳硅铝摩尔比 $\{n(\text{SiO}_2)/n(\text{Al}_2\text{O}_3)\}$ 均为 2. 而反应混合的钠硅摩尔比 $\{n(\text{Na}_2\text{O})/n(\text{SiO}_2)\}$ 、水钠摩尔比 $\{n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})\}$,反应时间 t 和反应温度 T 对 4A 沸石制备的影响随原料的不同而不同,因此本节将论证反应混合物的最佳硅铝摩尔

比,且通过讨论表征其最佳工艺技术参数.

2.1.1 最佳水钠摩尔比 根据前人的研究成果,固定 $n(\text{SiO}_2)/n(\text{Al}_2\text{O}_3)=2$, $n(\text{Na}_2\text{O})/n(\text{SiO}_2)=0.7$, $T=92\sim98\text{ }^\circ\text{C}$, $t=6\text{ h}$, 调整反应混合物的 $n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})$ 进行制备实验(见表 2).

制得的产品 XRD 分析表明(见图 4). 当 $n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})=30$ 时,主要物相为 P 型沸石,含少量 A 型沸石;当 $n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})=43$ 时,主要物相为 A 型沸石,其它杂质很少;当 $n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})=50$ 时,主要物相为 P 型沸石,几乎没有

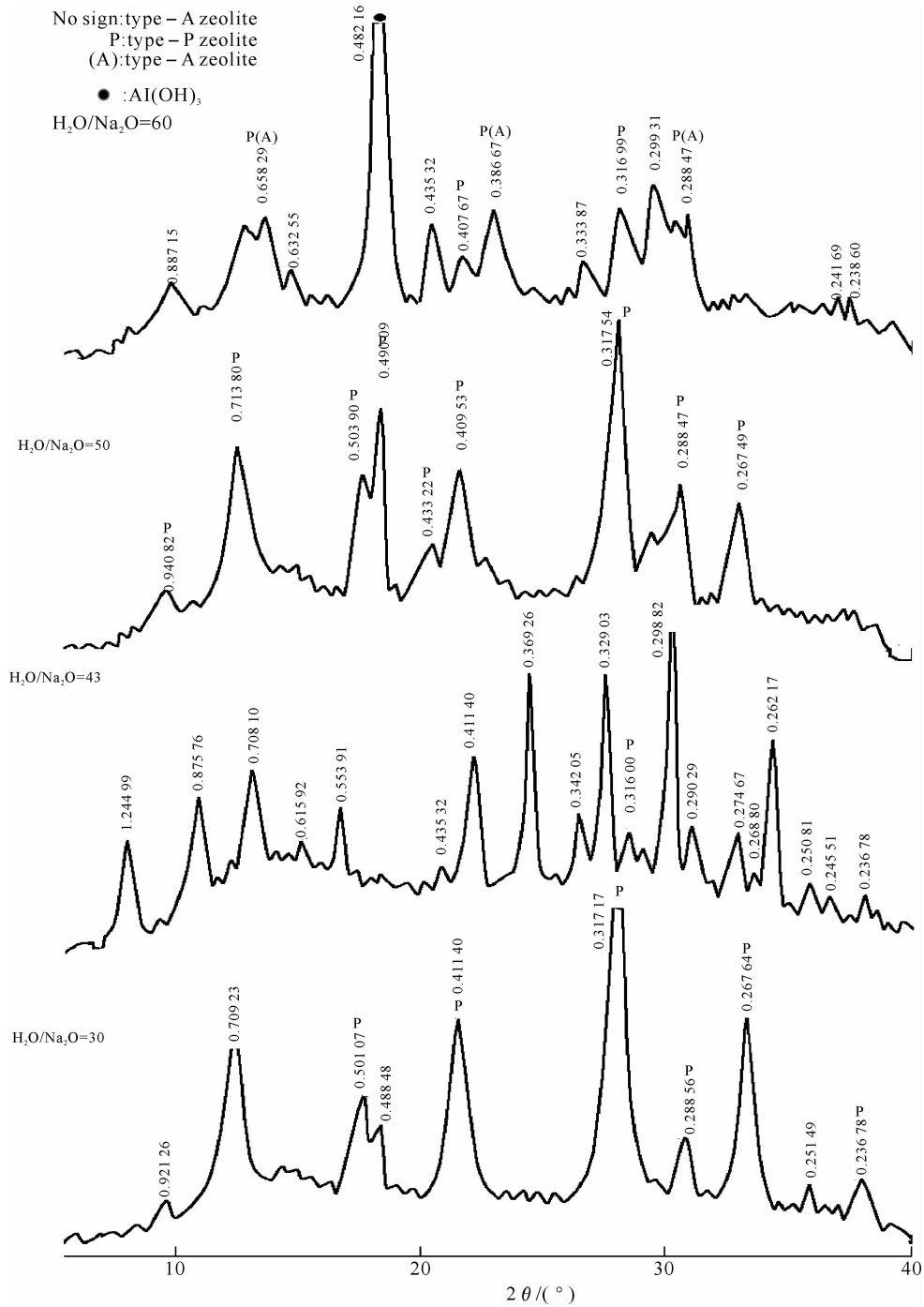


图 4 不同水钠摩尔比制得产物的 XRD 图谱

Fig. 4 XRD pattern of products at different H₂O/Na₂O ratios

表 2 不同水钠摩尔比制 4A 沸石的配方

Table 2 Recipes of synthesize 4A zeolites at different H_2O/Na_2O ratios

样号	C ₂	10	C ₄	C ₁	C ₃
水钠摩尔比	30	43	45	50	60
SSW/g	10.049 5	12.022 2	10.004 5	10.002 1	10.008
加 Al ₂ O ₃ /g	11.129 7	13.462 3	11.246 7	11.199 2	11.185 1
加 NaOH/g	7.252 3	8.712 5	7.268 6	7.244 3	7.254 3
加蒸馏水/mL	54.9	87.337 6	82.35	91.5	109.80

A 型沸石生成;当 $n(H_2O)/n(Na_2O)=60$ 时,主要

物相为 P 型沸石和 A 型沸石的混合相,且有大量未参与反应的 $Al(OH)_3$ 出现.由此,以 $n(H_2O)/n(Na_2O)=43$ 时为最佳.

2. 1. 2 最佳反应时间 按 $n(SiO_2)/n(Al_2O_3)=2,n(Na_2O)/n(SiO_2)=0.7,n(H_2O)/n(Na_2O)=43$ 配制反应混合物(表 1. 4). 在 92~95 ℃ 条件下进行水热反应,对反应体系在反应时间为 0.5、1、3、5、6、7 h 时提取的样品进行 XRD 分析(图 5)及产出率、结晶度、白度测定(见表 3).

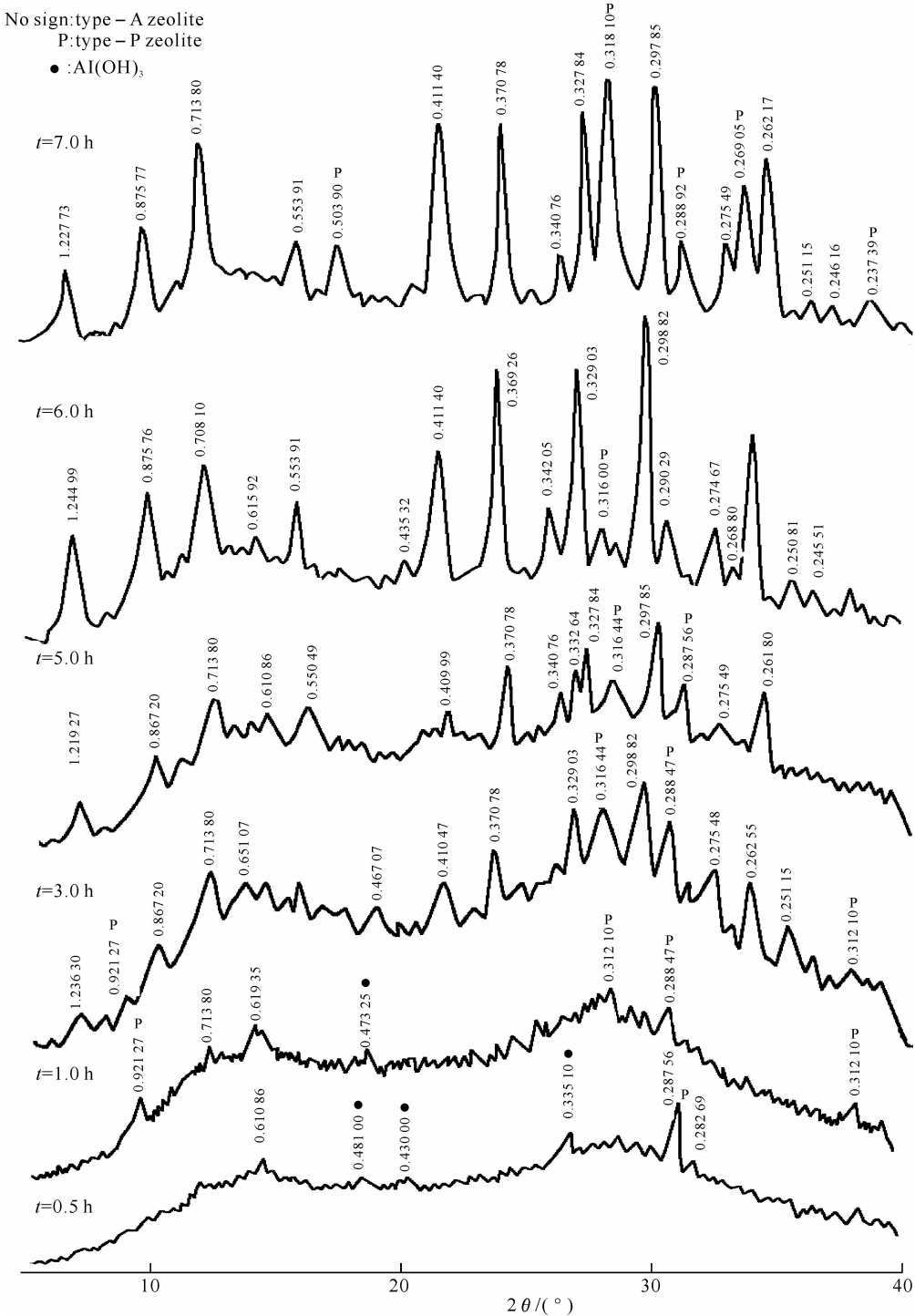


图 5 不同反应时间的晶化产物的 XRD 图谱

Fig. 5 XRD pattern of products at different reaction times

表 3 不同反应时间下产品的产出率、结晶度、白度

Table 3 The output, crystallinity and white degree of products at different reaction times

样号	$t_{0.5}$	t_1	t_3	t_5	t_6	t_7
时间/h	0.5	1	3	5	6	7
SSW/g	9.393 8	9.743 3	10.624 5	13.952 1	12.022 2	15.516 0
加 $\text{Al}(\text{OH})_3/\text{g}$	10.518 8	10.906 1	11.896 7	15.623 4	13.462 3	17.374 7
加 NaOH/g	6.806 5	7.064 9	7.709 3	10.107 8	8.712 5	11.240 8
加蒸馏水/g	68.243 0	70.782 0	77.183 6	101.357 6	87.337 6	112.718 8
产出率/%	0.00	26.32	56.92	66.67	88.76	50.45
结晶度	—	3.11	20.53	40.74	96.62	90.11
白度	79.0	80.8	82.2	83.0	83.0	84.0

结果表明:水热反应 0.5 h,产物的 XRD 图谱上出现了很少且峰强极弱的 P 型沸石的衍射峰,表明反应体系已开始有 P 型沸石生成,为 P 型沸石的成核期;1 h 时,有较多的 P 型沸石的衍射峰出现,表明 P 型沸石的量在增加,并有少量的 A 型沸石的衍射峰出现,但强度都不大,A 型沸石已进入成核期;3 h 时,P 型沸石的衍射峰增强,表明 P 型沸石的量仍在增加,另外,有大量 A 型沸石的衍射峰出现,A 型沸石已进入晶体长长期;5 h 时,P 型沸石部分衍射峰消失,主峰强度减弱,表明 P 型沸石开始转化为 A 型沸石;A 型沸石的衍射峰峰强增大,A 型沸石已进入晶体快速生长期;6 h 时,P 型沸石绝大部分衍射峰消失,只有 $d=0.316\ 0$ 峰存在,且强度极弱,表明 P 型沸石几乎全部转化为 A 型沸石;7 h 时,再次有较多的 P 型沸石的衍射峰出现,A 型沸石的衍射峰峰强有所减弱.由此可以得出结论,反应时间最佳为 6 h.

2.1.3 最佳反应温度 按 $n(\text{Al}_2\text{O}_3):n(\text{SiO}_2):n(\text{Na}_2\text{O}):n(\text{H}_2\text{O})=1:2:3:200$ 配制的反应混合物在不同温度下进行水热反应 2 h 后,对所得产物的结晶度和产出率测定(见表 4).

表 4 不同反应温度制得的 A 型沸石的结晶度
Table 4 The crystallinity of A zeolites at different reaction temperatures

反应温度/℃	70	80	83	90	95	100
结晶度	—	1.72	4.69	40.48	96.62	96.87
产出率/%	0.00	7.22	18.27	75.14	88.76	88.91

A 型沸石的水热反应温度最好为 90~100 ℃,此时测定所制得的 A 型沸石强度极大,XRD 衍射峰峰型完好(见图 6).

2.1.4 最佳硅铝摩尔比 固定 $n(\text{Na}_2\text{O})/n(\text{SiO}_2)=0.7$, $n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})=43$, $t=6\ \text{h}$, $T=90\sim100\ \text{℃}$.调整反应混合物的 $n(\text{SiO}_2)/n(\text{Al}_2\text{O}_3)$ (表 5)进行制备实验.

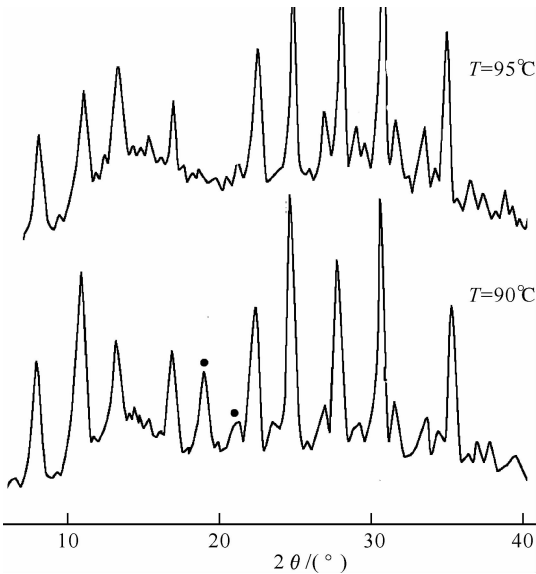


图 6 不同反应温度的晶化产物的 XRD 图谱

Fig. 6 XRD pattern of crystallized products at different reaction temperatures

表 5 不同硅铝摩尔比制 4A 沸石的配方

Table 5 Recipes of 4A zeolites at different $n(\text{SiO}_2)/n(\text{Al}_2\text{O}_3)$ ratios

样号	硅铝摩尔比	酸洗后 SSW/g	加 $\text{Al}(\text{OH})_3/\text{g}$	加 NaOH/g	加蒸馏水/mL
4	2.80	11.1420	8.8718	7.4872	74.4760
7	2.13	8.6866	9.1130	6.2922	63.3860
8	2.54	9.0480	7.9582	6.5607	66.7326
9	1.74	9.4190	12.1224	6.8270	67.6901
10	2.00	12.0222	13.4623	8.7125	87.3376
11	7.51	9.3161	2.6864	6.7586	71.2524
12	1.49	11.9794	18.0687	9.1427	85.4070
13	2.27	8.1812	8.0732	5.9331	59.9343
14	2.40	10.2728	9.5629	7.4844	75.5243
15	1.25	10.7483	19.4160	9.9585	74.6753
17	1.01	8.1123	18.1680	9.3880	54.7420
18	3.60	9.8038	6.0424	7.2483	73.4962
19	1.87	10.2011	12.2232	7.4275	73.7372
20	0.77	8.9667	26.1718	13.4700	57.6946

由此合成工艺与 A 型沸石的传统合成工艺相同,即反应混合物的最佳 $n(\text{SiO}_2)/n(\text{Al}_2\text{O}_3)=2$.

所以 SSW 水热制备 4A 沸石的最佳工艺技术参数为: $n(\text{SiO}_2)/n(\text{Al}_2\text{O}_3)=2$, $n(\text{Na}_2\text{O})/$

$n(\text{SiO}_2)=0.7$, $n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})=43$, 水热反应温度 $T=90\sim100\text{ }^\circ\text{C}$.

2.2 4A 沸石的相变和纳米聚合生长过程
不同反应时间产物的 SEM 图见图 7.

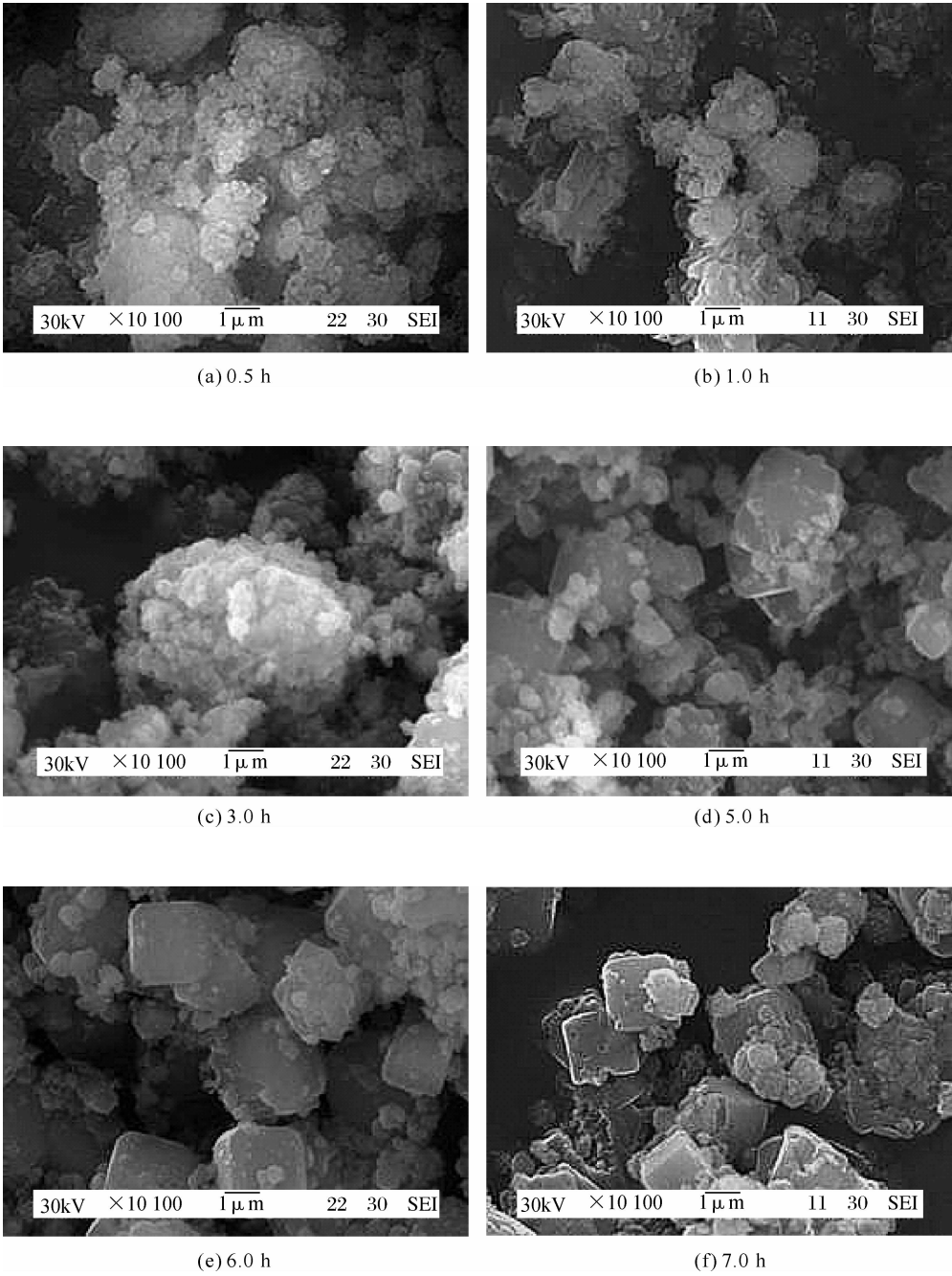


图 7 不同反应时间产物的 SEM 图

Fig. 7 SEM photographs of the crystallized products at different reaction times

2.2.1 0~0.5 h 为 P 型沸石的成核——团聚期
由产物的 XRD 图谱(见图 5)可知:主要表现为结晶程度差的无定形物相,还出现了 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的衍射峰,表明反应体系中 P 型沸石首先生成且 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 还没有完全反应. 从 SEM 照片(见图 7a)可观察到粒度约为 50~200 nm 的 P 型沸石球形粒大量生成,这些球形粒产生了不规则的松散团聚.

2.2.2 1~3 h 进入 P 型沸石向 A 型沸石相变——聚合生长期
1 h 时,由产物的 XRD 图谱(见图 5)可知:仍表现为结晶程度差的无定形物相,除 P 型沸石的衍射峰出现外,并有少量的 A 型沸石的衍射峰,且 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的衍射峰明显减弱. 从 SEM 照片(见图 7b)可观察到纳米晶粒的进一步团聚,开始聚合生长,形成了 1~3 μm 的微米聚合粒. 3 h 时,产物的 XRD 图谱(见图 5)中 P 型沸

石和 A 型沸石衍射峰的强度均增加,且 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的衍射峰消失.说明 P 型沸石和 A 型沸石随着反应时间的增加,两者的数量均增大,但很明显 A 型沸石比 P 型沸石的数量多,表明部分 P 型沸石逐渐向 A 型沸石相变,从 SEM 照片(见图 7c)可观察到微米聚合粒增大到 $5\sim 10\ \mu\text{m}$,总体上还没有形成立方体外形.

2.2.3 3~6 h 时进入 P 型沸石向 A 型沸石缓慢相变——聚合生长结晶期 由产物的 XRD 图谱(见图 5)中 P 型沸石衍射峰逐渐减弱最后消失,说明 P 型沸石缓慢地相变为 A 型沸石.从 SEM 照片(见图 7d)可观察到 5 h 时晶粒初步形成 A 型沸石的立方体晶形,6 h 时(见图 7e)晶粒形成了完整的 A 型沸石立方体晶形,此时 A 型沸石含量最大且结晶完好.

2.2.4 6~7 h 时进入 A 型沸石向 P 型沸石的快速逆相变——晶形破坏期 7 h 时,从 SEM 照片(见图 7f)可见,聚合生长停止,且有部分 A 型沸石的立方体晶面产生了缺陷,部分变成不规则形状,由产物的 XRD 图谱可知, P 型沸石衍射峰陡然增强,说明有部分 A 型沸石又逆相变为 P 型沸石.

3 结 语

以廉价硅铝系渣料做前驱体,采用低温水热法按 $n(\text{SiO}_2)/n(\text{Al}_2\text{O}_3)=2, n(\text{Na}_2\text{O})/n(\text{SiO}_2)=0.7, n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})=43$ 配制反应混合物;在 $90\sim 100\ ^\circ\text{C}$ 条件下进行水热反应;反应时间 6 h 成功地合成 4A 和 P 型沸石分子筛晶体,并探讨了“P 型沸石向 A 型沸石的相变”以及“A 型沸石向 P 型沸石逆相变”的过程与特征.

参考文献:

[1] 赵修松,王清遐,李宏原.沸石合成进展[J].化工进展,1994(3):32-235.

[2] Ueds S,Murata H, Koizum M, et al. Crystaallization of mordenite from aqueous solutions[J]. American Miineralogist 1980,65:1012-1019.

[3] Leszek Gora, Kirl Streletzky, Robert W, et al. Study of the crystallization of zeolite NaA by quasi-elastic light-scattering spectroscopy and electron microscopy[J]. Zeolites,1997,18:119-131.

[4] Ueda S, Kageyama N, Koizumi M. Role of soluble species in the crystallization of mordenites[J]. J Phys Chem,1984,88:2128-2131.

[5] Bibby D M, Dale M P. Synthesis of silica-sodalite from non-aqueous systems[J]. Nature,1985,317:

157-158.

[6] Crea F, Aiello R, Nastro A, et al. Synthesis of ZSM-5 zeolite from very dense systems:Formatio of pelleted ZSM-5 zeolite from (Na, Li, TPA, Si, Al) hydrogels[J]. Zeolite,1991,11:5251-527.

[7] Li F R, Fan W B, Ma J H, et al. Synthesis and characterization of ZSM-48 in the pure solid system [J]. Zeolites, 1995,15:73-76.

[8] Xu W Y, Dong J X, Li J P, et al. A Novel Method for the Preparation of Zeolite ZSM-[J]. J Chem Soc, Chem Commun,1990:755-756.

[9] Huo Q S, Xu R R. A New Route of the synthesis of Molecular Sieves: Crystallization of APO-5 at High Temperature[J]. J Chem Soc, Chem Commun,1992:168-169.

[10] Gier T E, Stucky G D. Low-temperature synthesis of hydrated zinc (beryllo)-phosphate and arsenate molecular sieves[J]. Nature, 1991, 349:508-510.

[11] Edler K J, White J W. Romm-temperature Formation of Mliecular Sieves MCM-41[J]. J Chem Soc, Chem Commun,1995:155-156.

[12] Kanno N, Miyake M, Sato M. Synthesis of ferrierite, ZSM-48, and ZSM-5 in glycerol solvent [J], Zeolites,1994, 14:625-628.

[13] 申少华,王大伟.天然红辉沸石合成 4A 沸石工艺优化研究[J]. 桂林工学院学报,2001,21(4):381-385.

[14] 魏克武,刘秉新,叶学龙.用高岭土合成洗涤剂助剂 4A 沸石的回顾和现状[J]. 非金属矿,1992(4):52-57.

[15] 易发成.利用四川膨润土制备 5A 分子筛[J]. 中国矿业,1998,8(1):19-21.

[16] 陈忠善.铝土矿生产洗涤剂用 4A 沸石工艺[J]. 日用化学工业,1996(2):20-21.

[17] 薛茹君,张得祥,陈晓铃.低品位铝矾石制取洗衣粉用 4A 沸石[J]. 淮南矿业学院学报,1998,18(1):43-47.

[18] 韩效钊,徐超,许民才,等.以明矾石为原料合成 4A 沸石的研究[J]. 非金属矿,1997(2):31-32.

[19] 杨慧芬.纯化天然斜发沸石合成 4A 沸石工艺研究[J]. 建材地质,1997(6):20-23.

[20] 陈开惠,刘秉光,戴长禄.利用叶蜡石合成 A 型分子筛的实验研究[C]//中国科学院地质研究所.沸石矿物与应用研究(论文集). 北京:科学出版社,1979:161-172.

[21] 陈泉水.粉煤灰制备 4A 分子筛工艺研究[J]. 化工矿物与加工,2001(1):9-11.

[22] 张术根,申少华,王大伟.临澧坡屑凝灰岩合成 4A 沸石工艺研究[J]. 非金属矿,2000(5):23-25.

Synthesis and characteristics of 4A zeolite from Si-Al slag

LI Wei¹, HUANG Zhi-liang¹, CHI Ru-an²

(1. School of Material Science and Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China;
2. School of Chemical Engineering and Phamaly, Wuhan Instituet of Thechnology, Wuhan 430074, China)

Abstract: Zeolites 4A was prepared successfully by low-temperature hydrothermal synthesis, using cheap Si-al slag as raw materials. The effects of treatment conditions, including reaction components, operating temperature and hydrothermal reaction time were investigated through XRD and SEM. The results illustrate that the optimal synthetic conditions for 4A zeolites and follows: $n(\text{SiO}_2)/n(\text{Al}_2\text{O}_3)=2$, $n(\text{Na}_2\text{O})/n(\text{SiO}_2)=0.7$, $n(\text{H}_2\text{O})/n(\text{Na}_2\text{O})=43$, under the reaction temperature at 90—100 °C for 6 h.

Key words: 4A zeolites; Si-Al slag; low-temperature hydrothermal synthesis

本文编辑: 龚晓宁



(上接第 58 页)

Study on properties of ceramic micro-sphere filling polypropylene

WANG Yan

(School of Material Science and Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074,China)

Abstract: The blends of polypropylene (PP) with ceramic micro-sphere are studied in this paper. The properties of samples are tested and analyzed, which include tensile properties, izod impact strength, flexural properties, vicat softening temperature and rheological property. The results show that ceramic micro-sphere can improve the properties of tensile in different degree; The properties of flexural and heat resistance increase with the increasing of filler amount. When the content of ceramic micro-sphere reaches 40phr, the composite has the optimum mechanical properties.

Key words: polypropylene;ceramic micro-sphere;blend

本文编辑: 龚晓宁