

文章编号 :1002-1124(2011)04-0066-03

氢氧化镁的固相制备及其表面改性

郭效军 王爱平 路娟 张力 严军

(西北师范大学 化学化工学院,甘肃 兰州 730070)

摘要 :采用固相法合成了纯度较高的 $Mg(OH)_2$, 并利用 XRD、SEM 等进行了表征。以硬脂酸钠、油酸对其进行表面处理得到改性 $Mg(OH)_2$, 沉降实验表明其与液体石蜡中有较好的相容性, 而且油酸改性 $Mg(OH)_2$ 显示出更好的效果。

关键词 :氢氧化镁 固相制备 表面改性

中图分类号 :TQ132.2

文献标识码 :A

Solid phase preparation of magnesium hydroxide and its surface modification

GUO Xiao-jun, WANG Ai-ping, LU Juan, ZHANG Li, YAN Jun

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Northwest Normal University, Lanzhou 730070, China)

Abstract :Magnesium hydroxide powder with higher purity was prepared by solid phase method. The powder samples were characterized by XRD and SEM. The surface of magnesium hydroxide powder was treated by sodium stearic acid and oleic acid. The sedimentation experiments indicated that modified $Mg(OH)_2$ samples had good compatibility with liquid paraffin and the modified $Mg(OH)_2$ powders by oleic acid possessed better effect.

Key words :magnesium hydroxide; solid phase preparation; surface modification

$Mg(OH)_2$ 作为一种重要的无机化合物,可广泛应用于有机体阻燃、废水处理及烟气脱硫等领域^[1-3]。然而,由于 $Mg(OH)_2$ 粉体表面含有大量的羟基,使其有较强的极性和亲水性,易形成团聚体。这样,极性的阻燃剂与非极性高分子材料之间的相容性和加工流动性变差,材料的机械力学性能下降。有文献^[4]报道,通过将阻燃剂粒子超细化尤其是纳米化,利用纳米微粒本身所具有的量子尺寸效应、小尺寸效应、表面效应来增强界面作用,改善无机阻燃剂和聚合物基体的相容性。此外,也有研究致力于选用适当的改性剂对 $Mg(OH)_2$ 进行表面改性处理^[5]。近年来,低温固相反应应用于纳米材料的合成,成为合成纳米材料的一种新方法^[6-8]。但采用低温固相法合成氢氧化物的研究较少。

本文利用简单的反应物通过固相反应在室温下制备出 $Mg(OH)_2$ 颗粒。采用硬脂酸钠、油酸对其进行表面处理得到改性氢氧化镁,通过沉降实验考察了其液体石蜡的相容性。

1 实验部分

收稿日期 2011-02-07

作者简介 郭效军(1969-)男,汉族,山西万荣人,西北师范大学副

(C)1994-教授,主要从事纳米材料化学的研究工作。Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>

1.1 主要试剂与仪器

$MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 、NaCl、NaOH、油酸、硬脂酸钠、无水乙醇、液体石蜡等均为国产分析纯试剂。

D/max-2400 型粉末 X 射线衍射仪(日本理学公司 室温分析);JSM-6701F 冷场发射型扫描电镜(日本电子光学公司 喷金分析)。

1.2 $Mg(OH)_2$ 的制备

称取 6g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ 放入干燥箱内于 100℃ 下干燥 24h,放入玛瑙研钵内研磨 20min 待用;称取 2.35g NaOH 和 5g NaCl 放入玛瑙研钵内研磨 20min;将上述两种研磨产物混合研磨至反应完全,置于空气中 24h。用蒸馏水反复洗涤所得粉末除去 NaCl,并于 100℃ 下干燥 12h 后再研磨得到 $Mg(OH)_2$ 样品。

1.3 $Mg(OH)_2$ 的改性与沉降实验

将一定量的 $Mg(OH)_2$ 加入到蒸馏水中,并用磁力搅拌器进行充分搅拌后得到 $Mg(OH)_2$ 料浆;称(或量)取一定量的改性剂放在烧杯中,并用无水乙醇为介质进行超声分散,将上述配制好的氢氧化镁料浆放入容积为 250mL 的水热晶化反应釜中,加入已经分散好的改性剂,并不断地进行搅拌,反应一定时间后抽滤、洗涤,并在 110℃ 下干燥 10h,磨碎后得到改性的 $Mg(OH)_2$ 样品。

本实验采用沉降实验对 $Mg(OH)_2$ 表面改性效

果进行评价。称取一定量未改性及改性后样品,分别加入到盛有 10mL 液体石蜡的量筒中,超声分散 60min,观察并记录沉降时间。将上述样品分别加入到盛有 10mL 蒸馏水的量筒中,超声分散 60min,进行对比实验。改性效果越好,则其在石蜡中的分散性越好,沉降时间就越长。

2 结果与讨论

2.1 X 射线粉末衍射分析

实验中对固相反应所得样品进行了 X 射线粉末衍射(XRD)分析,结果见图 1。

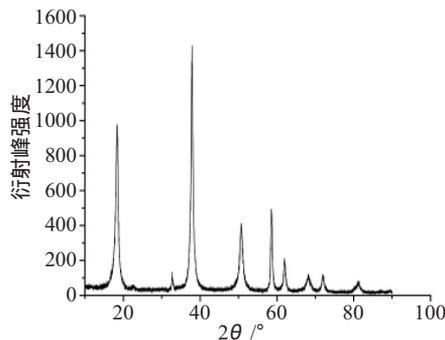


图 1 样品的 XRD 图

Fig.1 XRD pattern of sample powder

将样品的 XRD 图谱与标准图谱(JCPDS 07-0239)对比后发现样品特征衍射峰的位置与标准图谱基本一致,且无明显杂质衍射峰出现,说明该样品为氢氧化镁,且有较高的纯度。根据谢乐公式 $D = k\lambda / B\cos\theta$ 得到样品的一次粒径为 18nm。

2.2 扫描电镜分析

图 2 为 $Mg(OH)_2$ 的 SEM 图。

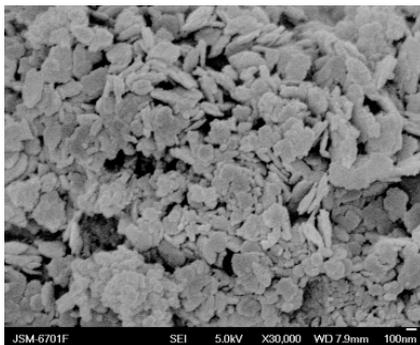


图 2 样品的 SEM 照片

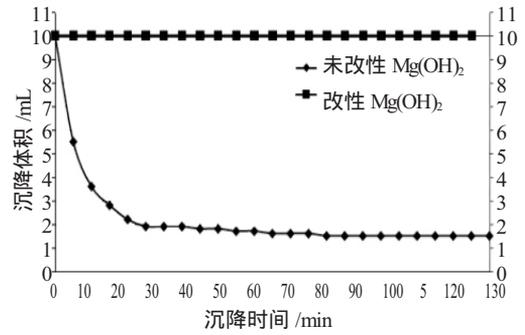
Fig.2 SEM image of sample powder

从图 2 可以看出, $Mg(OH)_2$ 微晶分散性较好,颗粒大小较为均匀,粒子呈六方薄片状,但出现一定程度的团聚现象。

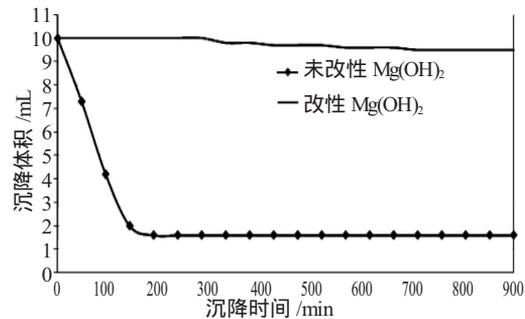
2.3 $Mg(OH)_2$ 的沉降情况

为了考察不同改性剂对改性效果的影响,分别用硬脂酸钠和油酸在一定条件下对 $Mg(OH)_2$ 进行表面改性,比较不同表面改性剂在同等条件下的沉降情况以确定较好的改性剂种类。

图 3 为硬脂酸钠改性 $Mg(OH)_2$ 在蒸馏水和液体石蜡中的沉降情况。



(a) 蒸馏水



(b) 液体石蜡

图 3 硬脂酸钠改性 $Mg(OH)_2$ 的沉降速度

Fig.3 Sedimentation rate of modified $Mg(OH)_2$ by sodium stearic acid

由图 3 可以看出,未改性的 $Mg(OH)_2$ 粉体由于表面呈极性,容易在蒸馏水自然沉降。而经表面改性的 $Mg(OH)_2$ 粉体表面由极性变为非极性,呈现出较强的疏水性,因而粒子漂浮在液面上。由图 3 还可看出,硬脂酸钠改性 $Mg(OH)_2$ 在液体石蜡中的沉降速度明显减慢,这是由于改性后粉体表面非极性程度大大增强,因而和液体石蜡有很好的相容性,能在其中较好的分散。

图 4 为油酸改性 $Mg(OH)_2$ 在蒸馏水和液体石蜡中的沉降情况。

由图 4 可以看出,未改性的 $Mg(OH)_2$ 粉体由于表面呈现亲水性,容易在蒸馏水自然沉降。而改性氢氧化镁粉体表现出较强的疏水性,因而粒子漂浮在液面上。由图 4 还可看出,油酸改性 $Mg(OH)_2$ 粉体表面非极性大大增强,能在液体石蜡中较好的分散,因而沉降速度明显变慢。

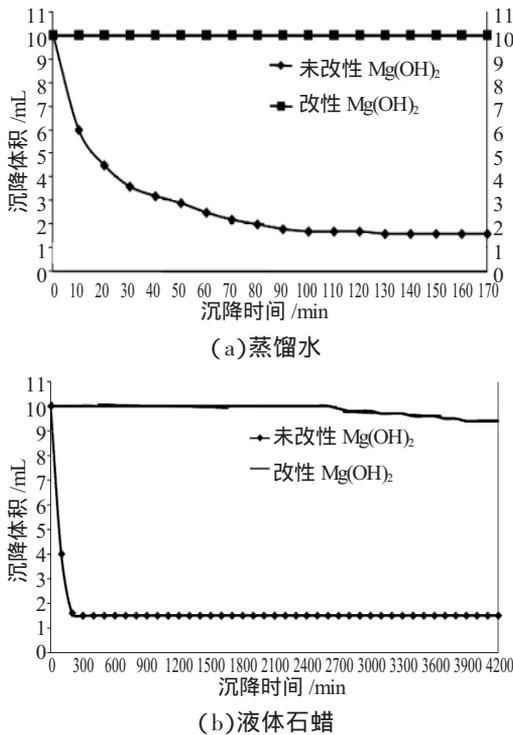


图4 油酸改性 Mg(OH)₂ 的沉降速度
Fig.4 Sedimentation rate of modified Mg(OH)₂ by oleic acid

3 结论

(上接第 27 页)

在表格“选取结果”中第一行双击,能够显示出换热器详细信息。颜色为红色的行表示最合适的换热器型号。结果显示见图 3。

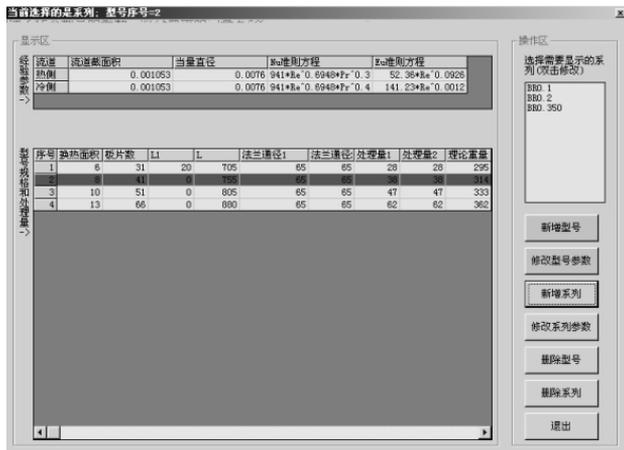


图3 显示换热器详细信息
Fig.3 Detail information of heat exchanger

另外,软件中还支持换热器产品参数的维护,及物性参数的维护等功能。

采用 MgCl₂·6H₂O、NaCl、NaOH 为原料,利用固相反应制得纯度较高的 Mg(OH)₂ 粉末。两种改性氢氧化镁均在蒸馏水中不发生沉降,并与液体石蜡有较好的相容性,体现出较好的分散性。两相比较,油酸改性 Mg(OH)₂ 效果更好。

参 考 文 献

[1] 逢莉,周小平,高善民.超细氢氧化镁在阻燃剂方面的应用与制备[J].过程工程学报,2004,(4):319-324.
 [2] 郑荣光,王芳.氢氧化镁处理含铅废水的研究[J].无机盐工业,2000,32(1):26-27.
 [3] 赵宜江,李嵇鸣,张艳,等.氢氧化镁吸附陶瓷膜微滤对印染废水脱色的研究[J].膜科学与技术,2000,20(1):41-45.
 [4] 张泽江,冯良荣,邱发礼.纳米无机阻燃剂的研究进展[J].化工进展,2004,16(4):508-515.
 [5] 刘立华,宋云华,陈建铭,等.硬脂酸改性纳米氢氧化镁效果研究[J].北京化工大学学报,2004,31(3):31-34.
 [6] Liu Q, Ni Y H, Yin G, et al. High yield synthesis of PbS nanocubes using one- step solid- state reaction in the presence of an anionic surfactant [J]. Mater.Chem.Phys., 2005, 89: 379- 382.
 [7] 王艳萍,朱俊武,张莉莉,等.纳米 NiO 的制备及其谱学特性研究 [J]. 光谱学与光谱分析, 2006, 26(4): 690- 693.
 [8] Zhou T Y, Xin X Q. Room temperature solid- state reaction- a convenient novel route to nanotubes of zinc sulfide [J]. Nanotechnology, 2004, 15: 534- 536.

4 结论

应用实际厂家的产品目录,设计并建立了板式换热器数据库,使用 VB 实现了换热器的计算过程及选型算法。软件能够根据用户所需要的换热量及压降要求,自动从数据库中选择出合适型号的换热器。

本软件界面友好,使用方便,提供了换热器产品和物料数据的维护。可以作为换热器产品选型软件供生产厂家及设计单位使用。本软件经适当修改后也可用于其它类型换热器的选型。

参 考 文 献

[1] 夏清,陈常青.化工原理(上)[M].天津:天津大学出版社,2007.
 [2] 周爱月.化工数学[M].北京:化学工业出版社,2001.
 [3] 刘炳文,等.Visual Basic 程序设计教程[M].北京:清华大学出版社,2002.
 [4] 周立柱,等.SQL Server 数据库原理—设计与实现[M].北京:清华大学出版社,2004.
 [5] Evangelos Petoutsos. Visual Basic 从入门到精通[M].北京:电子工业出版社,1997.