复合材料学报 Acta Materiae Compositae Sinica
第28卷 第5期 10月 2011年
Vol. 28 No. 5 October 2011

文章编号：1000-3851(2011)05-0156-06

膨胀蛭石/石膏复合保温材料的制备与表征

习永广[1,2]，彭同江*[2]
（1. 西南科技大学 材料科学与工程学院，绵阳 621010；2. 西南科技大学 矿物材料与应用研究所，绵阳 621010）

摘 要： 分别以微波法和微波化学法制备的膨胀蛭石为骨料，采用模压成型工艺制备了膨胀蛭石/石膏复合保温材料，研究了膨胀蛭石的片径、膨胀方法和熟石膏/膨胀蛭石的质量比(膏石比)与膨胀蛭石/石膏复合保温材料的含水率、导热系数和抗压强度的关系。结果表明：膨胀蛭石/石膏保温材料的导热系数和抗压强度随膨胀蛭石的片径的增大而减小，与膏石比呈二次函数关系，并随膏石比的增大而增大；在相同的实验条件下，采用微波化学法制备的膨胀蛭石制作的保温材料(导热系数为 0.082 W(m·K)$^{-1}$)与以微波法制备的膨胀蛭石制作的保温材料(导热系数为 0.097 W(m·K)$^{-1}$)相比，具有更好的保温性能。制备的复合保温材料可以用作隔热、吸声和湿度调节材料。

关键词： 膨胀蛭石；石膏；复合材料；节能材料；热性能；模压成型
中图分类号： TU55 **文献标志码：** A

Preparation and characterization of expanded vermiculite/gypsum thermal insulation composites

XI Yongguang[1,2], PENG Tongjiang*[2]
(1. School of Materials Science and Engineering, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010, China; 2. Institution of Mineral Material and Application, Southwest University of Science and Technology, Mianyang 621010, China)

Abstract: The expanded vermiculite (EV) - gypsum thermal insulation composites were manufactured by compression moulding. The effects of flake diameter and preparation methods of expanded EV, mass ratio of EV to gypsum (R_m) on the thermal and mechanical properties of EV - gypsum composites were investigated. The results indicate that the thermal conductivity (λ) and compressive strength of the samples decrease with the increase of EV flake size, and increase as a quadratic function of rising R_m. The samples containing EV expanded by microwave chemical method present a better thermal insulation property (λ=0.082 W(m·K)$^{-1}$) than that of the ones filled with microwave exfoliated EV (λ=0.097 W(m·K)$^{-1}$). The EV - gypsum composites can play an important role in the fields of heat insulation, acoustic isolation and moisture adjustment.

Keywords: expanded vermiculite (EV); EV - gypsum; composites; energy - saving materials; thermal property; compression moulding

膨胀蛭石(Expanded vermiculite, EV)是通过物理法(高温煅烧和微波处理)、化学法(化学药剂浸泡)或者物理化学法[1-3]，使蛭石层间产生具有一定压强的气体，从而将蛭石层撑开而形成的。膨胀蛭石性能优异，具有质轻(密度 80～120 kg/m^3)、保温(导热率为 0.04～0.12 W(m·K)$^{-1}$)、耐高温(熔点为 1240～1430 ℃)、吸声、化学性质稳定、吸收辐射等特性，对环境友好[4-5]。因此，膨胀蛭石保温材料被广泛应用到建筑、冶金、化工、农业等领域。

国内外学者对于膨胀蛭石在保温隔热领域的应用研究主要集中在两个方面：(1) 直接将膨胀蛭石

收到初稿日期： 2010-09-12；**收到修改稿日期：** 2010-12-29；**网络出版时间：** 2011-05-17 09:09:00
网络出版地址： www.cnki.net/kcms/detail/11.1801.TB.20110517.0909.015.html
DOI： CNKI:11-1801/TB.20110517.0909.015
基金项目： "十一五"国家科技支撑计划项目(2008BAE60B07B)；西南科技大学研究生创新基金(10ycjj12)
通讯作者： 彭同江，教授，博士生导师，主要从事矿物材料的应用研究 E-mail：tjpeng@swust.edu.cn

粉体或颗粒作为填料，制作用于建筑墙体的保温砂浆[6]、绝热涂层等[7-9]，发挥其轻质、隔音、隔热的功能；(2) 以膨胀蛭石作为骨料，利用胶结材料(包括水玻璃、石膏、水泥和磷酸盐胶黏剂等)将其粘结，制成具有一定强度和形状的保温型材，如保温砖、保温板[10]、耐火板[11]、防火门芯[12-13]、建筑墙板[14]、绝热管材和壳材等。

目前保温材料中所添加的膨胀蛭石骨料通常采用传统的电加热方法制备，不仅消耗了大量的能源，而且制备的膨胀蛭石质脆、易粉化，使保温材料的密度和导热系数增加，最终导致保温效果降低。本文中选用具有不同片径的工业蛭石(金云母-蛭石的间层矿物)，采用微波法和微波化学法对其进行膨胀处理，所制备的柔性膨胀蛭石作为复合保温材料的骨料，以熟石膏作为胶结材料，通过模压成型工艺制备了膨胀蛭石保温板材，并对其热学和力学性能进行了测试和研究。

1 实 验

1.1 原材料

工业蛭石：采自新疆尉犁蛭石矿山，呈片状、鳞片状，棕黑色，油脂光泽，片径见表 1。熟石膏：市售，细度 53 μm，四川省眉山市东坡区复兴特种石膏制品厂生产。试剂：工业用双氧水，H_2O_2 的质量分数为 30%。

1.2 膨胀蛭石/石膏复合保温材料样品的制备

1.2.1 膨胀蛭石的制备

使用 G80F20CN1L-DG(S0)型 Galanz 微波炉对工业蛭石样品进行膨胀，加热功率为 800 W，加热时间为 2 min，得到不同片径的微波膨胀蛭石样品(S_w、M_w、B_w)。

用双氧水对工业蛭石样品浸泡 12 h，然后置于微波炉中加热，功率为 800 W，时间为 2 min，得到微波化学膨胀蛭石样品(S_{wh}、M_{wh}、B_{wh})。

所制备的膨胀蛭石样品为多层结构，状如水蛭。微波化学膨胀蛭石呈银白色，微波膨胀蛭石为银灰色。

1.2.2 膨胀蛭石/石膏复合保温板的制备

按照国家建材行业标准 JC/T 442－2009 的相关规定，制备膨胀蛭石/石膏复合保温板，制备过程如下：(1) 将膨胀蛭石和烧石膏按照预定配比混合均匀，加入适量水，搅拌均匀，得到半干混合料；(2) 将所得半干混合料加入到长方体模具中，采用模压成型工艺(成型压力 0.04 MPa，成型时间 30 s，体积压缩比为 2)制备石膏膨胀蛭石板状(尺寸 200 mm×200 mm×40 mm)样品；(3) 将板状样品置于 202-1 型电热恒温干燥箱中，湿热养护(相对湿度 90%，温度 20 ℃)24 h，最后在干燥箱中(40 ℃)烘干至恒重，得到不同的熟石膏/膨胀蛭石(膏石比)的膨胀蛭石/石膏复合保温板。

1.3 样品分析与表征

1.3.1 膨胀蛭石颗粒材料的堆积密度与含水率和导热系数的测定

按照国家建材行业标准 JC/T 441－2009 中对膨胀蛭石的性能测试的规定，测定膨胀蛭石颗粒材料的堆积密度和含水率(材料在环境大气中吸收的水蒸汽质量占干材料质量的百分数)；以 JW-Ⅲ型热流计式导热仪测定其在室温干燥状态下的导热系数，测试结果列于表 1 中。

表 1 膨胀蛭石(EV)样品的性能

Table 1 Properties of expanded vermiculite (EV)

EV samples	Flake size/mm	Bulk density/ ($kg \cdot m^{-3}$)	Water mass fraction/%	Thermal conductivity/ ($(W(m \cdot K)^{-1}$)
S_w	0.3～1	472.30	2.30	0.112
M_w	2～4	241.82	2.45	0.092
B_w	4～8	141.55	3.05	0.089
S_{wh}	0.3～1	146.66	3.06	0.060
M_{wh}	2～4	96.08	3.56	0.062
B_{wh}	4～8	73.71	4.68	0.065

Note: The subscript "w" of samples ID means that the EV samples were exfoliated by microwave method; while "wh" denotes EV samples prepared by microwave chemical method.

1.3.2 膨胀蛭石/石膏保温板的抗压强度、导热系数、密度和含水率的测定

依照国家建材行业标准 JC/T 442－2009 中对膨胀蛭石制品的性能测试的规定，测定膨胀蛭石/石膏保温板的密度和含水率；使用 CMT5105 型微机控制电子万能试验机测定保温板的抗压强度；使用 JW-Ⅲ型热流计式导热仪测定其在室温干燥状态下的导热系数。

2 结果与讨论

2.1 骨料片径及膨胀方式对复合保温板性能的影响

2.1.1 小片膨胀蛭石/石膏复合保温板

表 2 中列出了使用小片膨胀蛭石制备的膨胀蛭石/石膏保温板的密度和含水率与膏石比(烧石膏与

表 2　小片膨胀蛭石/石膏板的密度和含水率

Table 2　Density and water content of the samples containing small size EV

Mass ratio of (calcined gypsum)/EV	Density/(kg·m^{-3})		Water mass fraction/%	
	C－S_{wh}	C－S_w	C－S_{wh}	C－S_w
0.4	517.47	688.26	1.65	0.75
0.5	550.04	720.82	1.48	0.61
0.6	564.10	754.93	1.15	0.48
0.8	583.59	894.74	0.86	0.34
1.1	617.09	1011.70	0.61	0.28
1.3	813.52	1298.95	0.57	0.26
1.5	857.48	1450.29	0.43	0.23

Note: Samples ID C－S_w denotes the EV－gypsum composites using EV S_w as aggregate; C－S_{wh} means the ones containing EV S_{wh} aggregate, similarly hereinafter.

膨胀蛭石的质量比，R_m)的关系。

从表 2 可以发现：随着膏石比的增加，膨胀蛭石/石膏保温板的密度呈现上升的趋势；而含水率的变化趋势则相反，是逐渐下降的。

对于使用小片的膨胀蛭石制备的膨胀蛭石/石膏复合保温板，当膏石比相同时，与微波膨胀蛭石/石膏板相比，微波化学膨胀蛭石/石膏板的密度较小，而含水率较大。

图 1(a)比较直观地反映了膨胀蛭石(S_w)/石膏保温板的抗压强度和导热系数与膏石比的关系，其中的两条曲线 $y1=f(x)$和 $y2=f(x)$分别为抗压强度和导热系数对膏石比所作的二次拟合曲线，R 为拟合的相关系数(Correlation coefficient)。从 R^2 值可以看出，拟合曲线的二次相关性非常显著，即抗压强度和导热系数与膏石比呈显著的二次函数关系，并且二者的值是随膏石比的增加而增大的，这与 Topcu 等[15]在相关领域的研究结论相近；二者的不同之处在于抗压强度的变化率随膏石比的增加而减小，而导热系数的变化率则是逐渐增大的。当膏石比为 0.4 时，导热系数为 0.135 W(m·K)$^{-1}$，达到最小值，此时，抗压强度为 0.69 MPa。

图 1(b)反映了膨胀蛭石(S_{wh})/石膏保温板的抗压强度和导热系数与膏石比的关系。从图中可以发现，抗压强度和导热系数与膏石比呈显著的二次函数式的正相关关系，而且二者的变化率均随膏石比的增加而增大。当膏石比为 0.4 时，导热系数达到最小值，为 0.122 W(m·K)$^{-1}$，相应的抗压强度为 0.32 MPa。

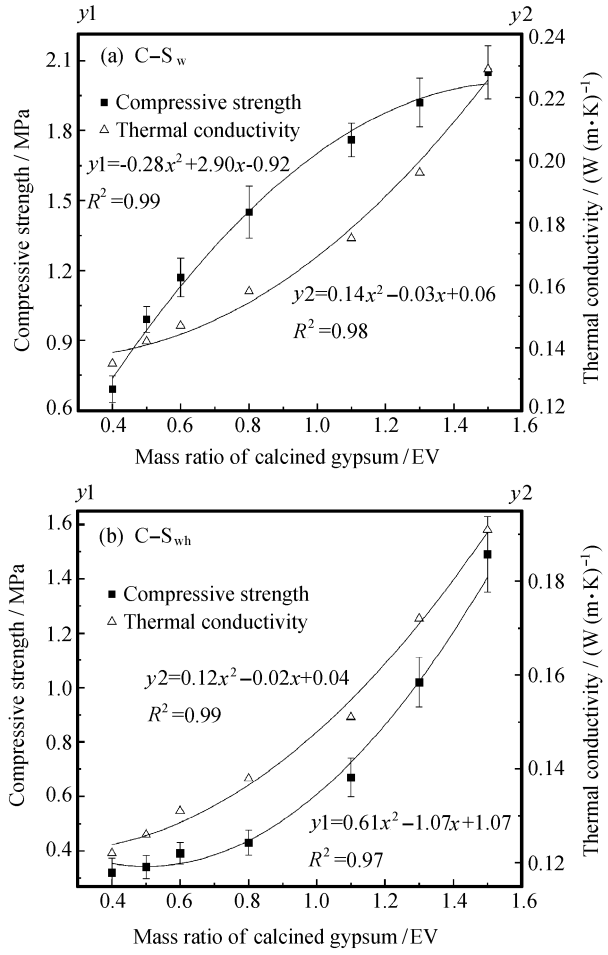

图 1　小片膨胀蛭石/石膏复合保温板的抗压强度和导热系数与膏石比的关系

Fig. 1　Compressive strength and thermal conductivity of EV (small size)－gypsum composites for various mass ratio of calcined gypsum/EV

2.1.2　中片膨胀蛭石/石膏复合保温板

表 3 中列出了使用中片的微波膨胀蛭石制备的膨胀蛭石/石膏保温板的密度和含水率与膏石比的

表 3　中片膨胀蛭石/石膏板的密度和含水率

Table 3　Density and water content of the samples containing middle size EV

Mass ratio of calcined gypsum/EV	Density/(kg·m^{-3})		Water mass fraction/%	
	C－M_{wh}	C－M_w	C－M_{wh}	C－M_w
0.4	338.00	584.26	1.91	1.86
0.5	348.54	614.22	1.84	1.77
0.6	388.83	656.37	1.77	1.65
0.8	414.02	711.02	1.66	1.58
1.0	464.16	739.98	1.54	1.45
1.3	502.63	828.61	1.38	1.27
1.5	521.11	924.88	0.80	0.78

关系。随着膏石比的增加，膨胀蛭石/石膏保温板的密度呈现上升的趋势，而含水率逐渐下降。

对比发现，对于在相同实验条件下制备的中片微波膨胀蛭石/石膏板和微波化学膨胀蛭石/石膏板，微波化学膨胀蛭石/石膏板的密度较小，含水率较大。

图 2(a)中的曲线分别反映了膨胀蛭石(M_w)/石膏保温板的抗压强度和导热系数与膏石比的关系，二者与膏石比均呈显著的二次函数式的正相关关系，但变化率随膏石比的变化趋势则相反。当膏石比为 0.5 时，保温板的导热系数达到最小值，为 0.107 W(m·K)$^{-1}$，相应的抗压强度为0.27 MPa。

图 2(b)中的曲线反映了膨胀蛭石(M_{wh})/石膏保温板的抗压强度和导热系数与膏石比的关系，二者与膏石比均呈显著的二次函数式的正相关关系，

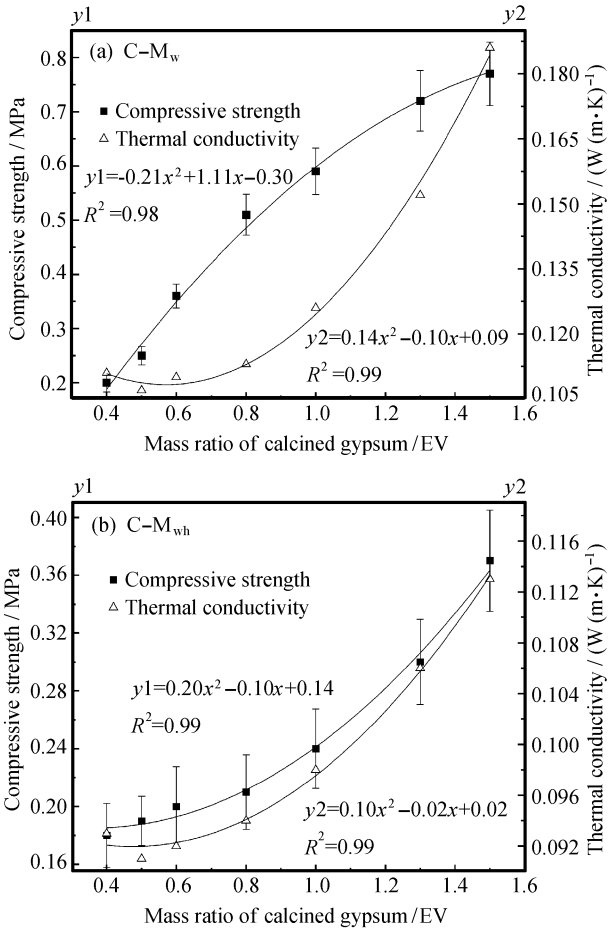

图 2　中片膨胀蛭石/石膏复合保温板的抗压强度和导热系数与膏石比的关系

Fig. 2　Compressive strength and thermal conductivity of EV (middle size)-gypsum composites for various mass ratio of calcined gypsum/EV

且变化率均随膏石比的增加而增大。当膏石比为 0.5时，保温板的导热系数达到最小值，为 0.091 W(m·K)$^{-1}$，相应的抗压强度为 0.19 MPa。

2.1.3　大片膨胀蛭石/石膏复合保温板

表 4 中列出了使用大片的膨胀蛭石制备的膨胀蛭石/石膏保温板的密度和含水率与膏石比的关系。当膏石比逐渐增加时，膨胀蛭石/石膏保温板的密度呈现上升的趋势，而含水率则表现为逐渐下降。

表 4　大片膨胀蛭石/石膏板的密度和含水率

Table 4　Density and water content of the samples containing big size EV

Mass ratio of calcined gypsum/EV	Density/(kg·m^{-3})		Water mass fraction/%	
	C-B_{wh}	C-B_w	C-B_{wh}	C-B_w
0.4	300.62	505.76	0.77	0.62
0.5	301.89	526.32	0.67	0.56
0.6	307.44	578.95	0.62	0.49
0.8	345.86	598.75	0.54	0.42
1.0	359.75	680.03	0.50	0.38
1.3	380.95	724.80	0.44	0.32
1.5	391.64	730.65	0.40	0.27

对于微波膨胀蛭石/石膏板和微波化学膨胀蛭石/石膏板，在相同制备条件下，微波膨胀蛭石/石膏板的密度较大，含水率较小。

图 3(a)中的曲线反映了膨胀蛭石(B_w)/石膏保温板的抗压强度和导热系数与膏石比的关系，二者与膏石比均呈显著的二次函数式的正相关关系，前者的变化率随膏石比的增加而减小，后者的变化率则恰好相反。当膏石比为 0.5 时，保温板的导热系数达到最小值，为 0.097 W(m·K)$^{-1}$，相应的抗压强度为 0.26 MPa。

图 3(b)中的曲线反映了膨胀蛭石(B_{wh})/石膏保温板的抗压强度和导热系数随膏石比的变化趋势。由图中拟合曲线可以看出，二者与膏石比均呈显著的二次函数式的正相关关系，且变化率均随膏石比的增加而增大。当膏石比为 0.5 时，保温板的导热系数达到最小值，为 0.082 W(m·K)$^{-1}$，相应的抗压强度为 0.20 MPa。

综合以上实验数据及分析可以发现：膨胀蛭石/石膏复合保温板的密度随膏石比的增加而升高，而含水率则是逐渐降低的；膨胀蛭石骨料的片径越大，制备的复合保温板的导热系数越小；相同制备条件下，微波化学膨胀蛭石/石膏保温板较之微波膨胀蛭石/石膏保温板，其密度和导热系数较小，

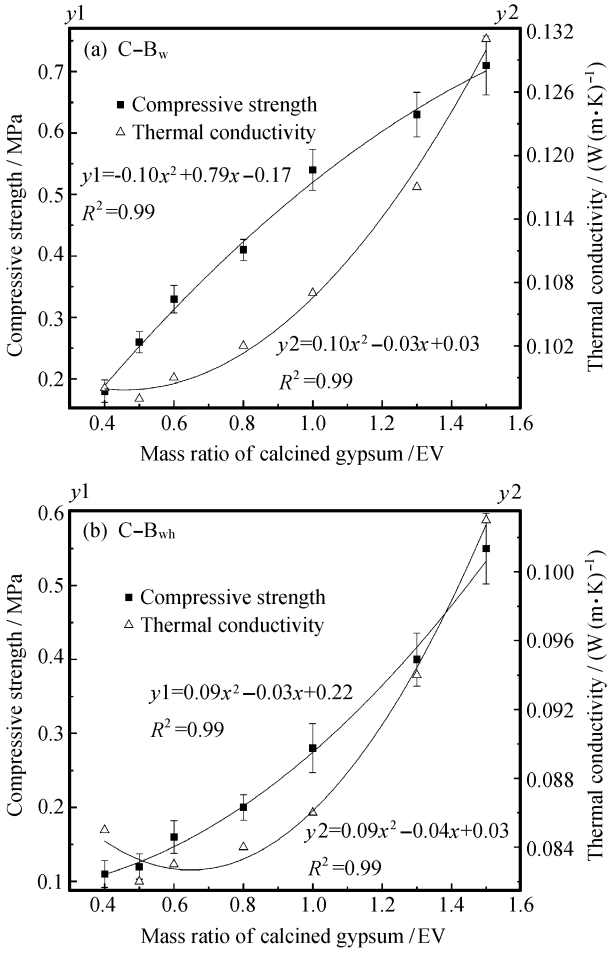

图 3　大片膨胀蛭石/石膏复合保温板的抗压强度和导热系数与膏石比的关系

Fig. 3　Compressive strength and thermal conductivity of EV (big size)-gypsum composites for various mass ratio of calcined gypsum/EV

但含水率较高。

2.2　影响保温板性能的机制分析

膨胀蛭石/石膏保温板的保温性能主要取决于所采用的膨胀蛭石的导热系数，膨胀蛭石保温板的含水率主要受表层膨胀蛭石和石膏对空气中的水分的吸附-脱附动态反应的影响，其中膨胀蛭石的影响较大，而其密度和力学强度则主要源于熟石膏（β-$CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$）水化后产生的二水石膏（$CaSO_4 \cdot 2H_2O$），二水石膏结晶并逐渐长大，形成的纤维状或针状晶体相互交织，将膨胀蛭石骨料固结，最终成为具有一定强度和形状的石膏膨胀蛭石制品。因此，随着膏石比的增大，膨胀蛭石/石膏保温板的密度、导热系数和抗压强度逐渐增加，而含水率则逐渐减小。

对于不同方法制备的相同片径的膨胀蛭石，微波化学法是在微波作用之前使用双氧水浸泡，制备的膨胀蛭石比较柔软，蛭石层膨胀得更加充分，膨胀蛭石内部含有的气孔及堆积时颗粒间的空隙更多。因为堆积疏松而具有较小的密度，保温性能更佳，同时具有较大的比表面积，吸水性更强。因此，与微波膨胀蛭石/石膏板相比，当膏石比相同时，采用微波化学膨胀蛭石制备的石膏保温板具有较高的含水率和较低的抗压强度、密度和导热系数。

对于使用相同方法制备的不同片径的膨胀蛭石，根据颗粒堆积原理，随着颗粒的粒径增大，颗粒间的接触点减少即热阻变大，导致保温性能提高，而颗粒堆积的紧密程度降低，则堆积密度变小，同时颗粒内部的气孔和堆积时颗粒间的空隙所占体积比例增大，填充相同体积的膨胀蛭石需要的石膏的量相应增多，因此，向相同体积的较大片径膨胀蛭石中添加等量石膏制得的保温板的强度相对较小。微波膨胀蛭石/石膏板的密度和导热系数随蛭石片径的变化规律与微波膨胀蛭石颗粒的相应性质变化一致，因此，随着膨胀蛭石的片径的增大，膨胀蛭石保温板的密度、抗压强度和导热系数均呈现下降趋势；微波化学膨胀蛭石/石膏板的密度随膨胀蛭石片径的变化趋势与微波化学膨胀蛭石基本相同，但是二者的导热系数随片径变化的趋势则相反。分析其原因可能是：在相同的膏石比和成型工艺条件（成型压力、时间和压缩比）下，石膏保温板中的膨胀蛭石由于受到压缩而使得颗粒堆积状态发生变化，保温板的导热机制随之发生改变，小片膨胀蛭石/石膏板中的膨胀蛭石颗粒过于紧密，接触点增多，导热系数增大；而大片膨胀蛭石/石膏板中的膨胀蛭石颗粒间距的减小（相对于自然堆积的颗粒）则在某种程度上优化了颗粒堆积状态，降低了导热系数。最后的结果是随着膨胀蛭石的片径的增大，保温板的密度、导热系数和抗压强度均逐渐减小。

3　结　论

（1）膨胀蛭石/石膏复合保温板的密度、导热系数和抗压强度随膨胀蛭石的片径的增大而减小，随膏石比的增加而增大，其中导热系数和抗压强度随膏石比的增加而以二次函数的形式增大。

（2）以微波化学法制备的膨胀蛭石为骨料制作的保温板相对于微波膨胀蛭石/石膏保温板，其抗

压强度略低，具有更小的密度和导热系数(导热系数最小值分别为 0.082 和 0.097 W(m·K)$^{-1}$)，含水率稍高。

参考文献：

[1] 杜彦召，陈朝阳，范艳伟，等. 高膨胀率蛭石制备新工艺研究[J]. 矿产保护与利用，2008(3)：13-17.
Du Yanzhao，Chen Chaoyang，Fan Yanwei，et al. A new method study on preparation of vermiculite with high expansion rate [J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources，2008(3)：13-17.

[2] Miao Zhao，Peng Tongjiang，Xi Yongguang，et al. Preparation of expanding vermiculite by chemical and microwave methods [J]. Advanced Materials Research，2010，96：155-160.

[3] Obut A，Girgin İ，Yörükoğlu A. Microwave exfoliation of vermiculite and phlogopite [J]. Clays and Clay Minerals，2003，51(4)：452-456.

[4] 韩 炜，刘 炜，吴驰飞. 纳米有机蛭石/天然橡胶复合材料的制备及性能[J]. 复合材料学报，2006，23(2)：77-81.
Han Wei，Liu Wei，Wu Chifei. Preparation and properties of organic vermiculite/natural rubber nanocomposites [J]. Acta Materiae Compositae Sinica，2006，23(2)：77-81.

[5] 曹献坤，闻获江，姚安佑. 1-2-3 型摩擦制动复合材料的研究[J]. 复合材料学报，2000，17(2)：94-97.
Cao Xiankun，Wen Dijiang，Yao Anyou. Study on the 1-2-3 model friction brake composite material [J]. Acta Materiae Compositae Sinica，2000，17(2)：94-97.

[6] 王 坚. 膨胀蛭石保温干粉砂浆[J]. 建筑技术，2003，34(10)：758-759.
Wang Jian. Heat-insulated dry powder mortar with expanded vermiculite [J]. Architecture Technology，2003，34(10)：758-759.

[7] White E J. Copper vermiculite thermal coating：US Patent，105656 [P]. 2006-05-18.

[8] Burling P M. Heat resistant product and method：GB Patent，1077908 [P]. 2002-10-09.

[9] Anton O，Ann O. Coating material：BE Patent，51792 [P]. 2003-06-26.

[10] Windsor S M. Method of treating a lignocellulosic material or an expanded mineral to form a finished product：ZA Patent，961761 [P]. 2002-10-23.

[11] Kozlowski R，Mieleniak B，Fiedorow R，et al. Light rigid fire blockers [J]. Composites Part A：Applied Science and Manufacturing，2005，36(8)：1047-1054.

[12] Klus D F. Fire door core and method of their manufacture：US Patent，1215181 [P]. 2002-06-19.

[13] Moyes H，Windsor S M. Method of and system for forming a fire door core：US Patent，100996 [P]. 2002-08-01.

[14] Tomandl E. Process for producing a non-combustible moulded article especially a building panel：US Patent，6395113 [P]. 2002-05-28.

[15] Topcu İ B，Is1kdağ B. Manufacture of high heat conductivity resistant clay bricks containing perlite [J]. Building and Environment，2007，42(10)：3540-3546.