

用金属硅粉制备硅溶胶的新工艺

李永伦,王 力

(山东科技大学,青岛 266510)

摘 要: 本文根据硅粉在碱做催化剂的条件下能反应生成硅溶胶的原理,采用水玻璃和氨水做催化剂,对工艺中的反应温度,反应时间和硅粉用量进行了研究和讨论,得出了制备硅溶胶较好的工艺条件。

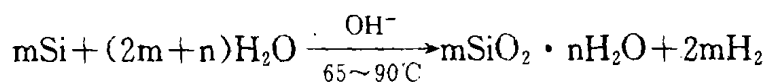
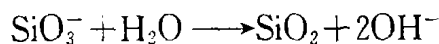
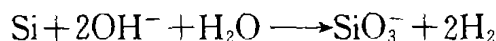
关键词: 硅溶胶;水玻璃;氨水;硅粉

硅溶胶为胶体大小的无定形二氧化硅粒子在水中的稳定体系,由于硅溶胶具有较大的比表面积,较好的渗透性、吸附性和粘结性,较高的耐火绝缘性等优良性能,在纺织、造纸、钢铁铸造、金属表面处理、陶瓷、涂料、颜料、胶粘剂等行业上得到了相当广泛的应用,在改善工业产品质量、简化生产工艺和节约原材料等方面都可发挥不同程度的作用^[1]。目前国内制备硅溶胶的方法有三种:离子交换法、酸中和法、电渗析法、硅粉溶解法和胶溶法。离子交换法为国内大多采用的方法,但此法工艺程序较多,能源消耗大;电解电渗析法在操作过程中会发生二氧化硅在阳极上的吸附沉积,电压和功耗都比较高,且硅溶胶易发生聚合;酸中和法稳定性差而胶溶法要求条件较高。用硅粉制备溶胶工艺简单,成本较低,产品质量较好,更适合中小型企业进行生产^[2,3]。但目前硅粉制备硅溶胶存在的问题是产品浓度不高(<30%),得率较低,一般在60%~75%之间。笔者采用硅粉溶解法制备硅溶胶,探索了制备的新工艺,产品的浓度高,粒径大,稳定性好,粘度低。

1 实验部分

1.1 制备原理

硅粉在碱做催化剂的条件下,能与水反应生成水合硅酸单体,单体聚合后便是硅溶胶。反应方程式是:



1.2 实验试剂和仪器

硅粉(市售工业级 95%、200 目左右);水玻璃(市售工业级,模数 2.4~3.3);氨水(分析纯 25%);去离子水。

三口烧瓶;恒温水浴;电动搅拌器;温度计;冷凝管;NDJ-1A 旋转粘度计;波美度/比重计;循环水真空抽滤机;雷磁 PHS-2C 酸度计。

1.3 具体实验过程

先将一定量水玻璃、氨水和去离子水在搅拌的条件下在三口瓶中加热到一定

温度,然后分批加入硅粉,控制温度恒温,反应一定时间后冷却,然后用真空抽滤机抽滤,便得

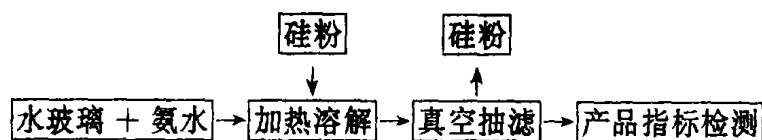


图1 实验流程图

到产品,未反应的硅粉回收利用。图1为实验的流程。

1.4 产品指标检测

粘度:粘度的检测采用 NDJ-1A 旋转粘度计。

比重:用波美度比重计来检测产品的比重并求出 SiO_2 的含量和硅溶胶得率。

pH:雷磁 PHS-2C 酸度计

2 实验结果与讨论

由于影响硅溶胶合成的因素很复杂,本实验重点考虑了以下几个比较典型的影响因素:

2.1 反应温度的影响

取 1000 份(质量)去离子水和 60 份水玻璃以及 3 份氨水混入三口瓶中加热,采用反应温度为 $65\sim 90^\circ\text{C}$,然后采取分批加料的方式将 160 份硅粉加入三口瓶,强烈搅拌,恒温后反应 5h,而后在搅拌的条件下冷却到 50°C ,进行真空抽滤,对产品进行指标检测。取 $65, 70, 80, 90^\circ\text{C}$ 四个水平实验结果如表 1 所示。

表1 反应温度对产品性能的影响

试样编号	反应温度($^\circ\text{C}$)	粘度($\text{mpa}\cdot\text{s}$)	密度(波美度)	pH
1	65	4.6	9	10.0
2	70	4.8	11	9.7
3	80	5.0	15	9.5
4	90	4.8	14	9.4

实验中发现,温度低于 80°C 时,反应比较平稳,但到 5h 时,反应不够完全 pH 较高,而高于 90°C 时,反应较快,而过程也易于控制,产品较为理想,因此制备硅溶胶的合适温度 80°C 为宜。

2.2 反应时间的影响

操作过程同 2.1,反应温度取 80°C ,反应时间取 4h,5h,6h,8h 四个水平,实验结果见表 2。

表2 反应时间对产品性能的影响

试样编号	反应时间(h)	粘度($\text{mpa}\cdot\text{s}$)	密度(波美度)	pH
1	4	4.9	11	10.2
2	5	5.0	15	9.5
3	6	5.0	15	9.4
4	8	5.2	16	9.4

由表 2 可以看出,反应时间为 4h 时波美度较低,也说明 SiO_2 的含量较低,而 pH 较高;而反应时间较长固然能够提高 SiO_2 的含量,但提高的程度并不大,而生产成本却随之增加,考虑经济因素,反应时间取 5h 为宜。

2.3 硅粉用量的影响

操作过程同 2.1,反应温度为 80°C ,反应时间取 5h,考察硅粉用量对硅溶胶质量的影响,取 100 份,120 份,160 份,200 份四个水平,实验结果见表 3。

表 3 硅粉用量对产品性能的影响

试样编号	硅粉用量(份)	粘度($\text{mpa}\cdot\text{s}$)	密度(波美度)	pH
1	100	4.7	11	10.3
2	120	4.9	12	9.8
3	160	5.0	15	9.4
4	200	5.2	16	9.3

实验表明,硅粉的用量越多,硅溶胶中的 SiO_2 的含量就越高,硅溶胶的质量越好,但是加入过多的硅粉会给真空抽滤和硅粉的回收重新利用带来一定的困难,同样考虑到经济原因,硅粉用量应以 160 份为宜。

2.4 催化剂的选择

以前的文献中多采用稀 NaOH 或 KOH 溶液作为制备硅溶胶的催化剂,本实验首次尝试采用水玻璃和氨水为催化剂,实验证明水玻璃的加入能够提高硅溶胶的 SiO_2 的含量,而氨水的加入则能够加快反应的进行(见表 4)。

表 4 催化剂的催化效果比较

催化剂名称	稀碱 (NaOH 或 KOH)	水玻璃	
		不加氨水	加氨水
SiO_2 的含量(%)	一般低于 30	>30	>30
SiO_2 含量为 30% 所需反应时间(h)	>8	>8	5

3 结论

用单质硅粉制备硅溶胶,成本较低, SiO_2 的含量较高(>30%),粘度较低(< $5\text{mpa}\cdot\text{s}$),稳定性好。

本实验得出制备硅溶胶的最佳条件是:在 60 份水玻璃和 3 份氨水做催化剂的条件下,160 份硅粉和 1000 份去离子水于 80°C 反应 5h,能得到 SiO_2 的含量 > 30% 的硅溶胶,得率 > 80%。

参考文献:

- [1] 乌兰. 硅溶胶的应用研究[J]. 西北民族学院学报(自然科学版),2002,23(4):19-20
- [2] 庞金兴,张超灿等. 硅单质法制备纳米 SiO_2 及其分散稳定性研究[J]. 华中科技大学学报(自然科学版),2002,30(8):104-106,109
- [3] 姜德源,刘继红等. 硅粉溶解法制备硅溶胶的新工艺[J]. 哈尔滨师范大学自然科学学报,1998,14(1):56-59