



(21) 申请号 202310860183.3

(22) 申请日 2023.07.13

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 116891237 A

(43) 申请公布日 2023.10.17

(73) 专利权人 福建同晟新材料科技股份有限公司

地址 365500 福建省三明市沙县区高砂镇
大龙工业区

(72) 发明人 陈欣鑫 陈家茂 刘守凤

(51) Int.Cl.

C01B 33/193 (2006.01)

C01B 33/32 (2006.01)

A61K 8/25 (2006.01)

A61Q 11/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 103435048 A, 2013.12.11

审查员 刘璐

权利要求书1页 说明书9页

(54) 发明名称

一种作为牙膏添加剂的二氧化硅及其生产工艺

(57) 摘要

本申请涉及牙膏添加剂技术领域,具体公开一种作为牙膏添加剂的二氧化硅及其生产工艺。该生产工艺首先将石英砂和纯碱混合,在1400~1600℃中反应4-6h,得到熔融态物料,冷却得到固态物,使用100~150℃的水蒸汽,加压至0.4~1MPa,对所述固态物进行喷淋溶解,得到硅酸钠水溶液;加热所述硅酸钠水溶液保持在70~100℃,再加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠,混合均匀后在搅拌条件下加入酸和水,使得溶液最终pH达到2~4,过程中产生白色沉淀并不再析出后,过滤取得沉淀物,洗涤所述沉淀物,接着将所述沉淀物喷雾干燥得到白色粉末,最后将所述白色粉末在150~200℃温度中烘烤,使得白色粉末中少量的未分解的硅酸完全分解为二氧化硅,得到纯度高、均一度好、高分散性不易结块的二氧化硅粉末。

1. 一种作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,其特征在于,所述生产工艺包括:

将石英砂和纯碱混合,在1400~1600℃中反应4-6h,得到熔融态物料,冷却得到固态物,使用100~150℃的水蒸汽,加压至0.4~1MPa,对所述固态物进行喷淋溶解,得到硅酸钠水溶液;加热所述硅酸钠水溶液保持在70~100℃,再加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠,混合均匀后在搅拌条件下加入酸和水,使得溶液最终pH达到2~4,过程中产生白色沉淀并不再析出后,过滤取得沉淀物,洗涤所述沉淀物,接着将所述沉淀物喷雾干燥得到白色粉末,最后将所述白色粉末在150~200℃温度中烘烤得到所述二氧化硅;

所述石英砂和所述氨基三(亚甲基膦酸)五钠的质量比为1:(0.01~0.03);

所述硅酸钠水溶液的体积为V,加酸的流量为V/(20-40)每分钟。

2. 根据权利要求1所述的作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,其特征在于,所述纯碱和所述石英砂的质量比为1:(1.5~3.5)。

3. 根据权利要求2所述的作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,其特征在于,所述纯碱和所述石英砂的质量比为1:3。

4. 根据权利要求1所述的作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,其特征在于,所述石英砂和所述氨基三(亚甲基膦酸)五钠的质量比为1:0.02。

5. 根据权利要求1所述的作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,其特征在于,所述搅拌条件下加入酸和水,调节水溶液最终pH为2.8~3.2。

6. 根据权利要求1所述的作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,其特征在于,将所述石英砂和所述纯碱混合后,在1550-1560℃中反应4.8-5.2h,得到所述熔融态物料。

7. 根据权利要求1所述的作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,其特征在于,在加酸过程,保持搅拌速度为200-300转/min。

8. 根据权利要求1所述的作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,其特征在于,加热所述硅酸钠水溶液至84-86℃,再加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠,混合均匀后在搅拌条件下加入酸和水。

一种作为牙膏添加剂的二氧化硅及其生产工艺

技术领域

[0001] 本申请涉及牙膏添加剂技术领域,更具体地说,涉及一种作为牙膏添加剂的二氧化硅及其生产工艺。

背景技术

[0002] 一般牙膏的主要成分包括摩擦剂、保湿剂、增稠剂、表面活性剂、香味剂和有效治疗药物。其中,摩擦剂的作用在于摩擦牙齿表面,去除脏污,代表性成分有二氧化硅、磷酸氢钙、碳酸钙等。增稠剂的作用在于粘结其他成分,形成形态稳定的牙膏,代表成分有二氧化硅、羧甲基纤维钠、卡波姆等。

[0003] 牙膏用二氧化硅粒子直径应在 $5 \sim 45\mu\text{m}$,粒径过大,刷牙时有明显的沙粒感。粒度适宜的摩擦剂制成的牙膏膏体,有光滑细腻的外观和刷牙时对口腔、牙龈的摩擦舒适感。粒度过细(如小于 $1\mu\text{m}$),牙膏存放时会出现返粗现象,这是因为牙膏在长期存放过程中,过细摩擦剂由于布朗运动的关系发生絮凝作用所致。

[0004] 市面上的一些牙膏用二氧化硅,存在粒径过大或过小、均一度差、易结块等问题。

发明内容

[0005] 为了改善市面上的一些牙膏用二氧化硅存在粒径过大或过小、均一度差、易结块的问题,本申请提出了一种作为牙膏添加剂的二氧化硅及其生产工艺。

[0006] 第一方面,本申请提出一种作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,并采用如下技术方案。

[0007] 一种作为牙膏添加剂的二氧化硅的生产工艺,所述生产工艺包括:

[0008] 将石英砂和纯碱混合,在 $1400 \sim 1600^{\circ}\text{C}$ 中反应4-6h,得到熔融态物料,冷却得到固态物,使用 $100 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 的水蒸汽,加压至 $0.4 \sim 1\text{MPa}$,对所述固态物进行喷淋溶解,得到硅酸钠水溶液;加热所述硅酸钠水溶液保持在 $70 \sim 100^{\circ}\text{C}$,再加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠,混合均匀后在搅拌条件下加入酸和水,使得溶液最终pH达到 $2 \sim 4$,过程中产生白色沉淀并不再析出后,过滤取得沉淀物,洗涤所述沉淀物,接着将所述沉淀物喷雾干燥得到白色粉末,最后将所述白色粉末在 $150 \sim 200^{\circ}\text{C}$ 温度中烘烤得到所述二氧化硅。

[0009] 通过采用如上技术方案,可以在烧窑中,将石英砂(SiO_2)和纯碱(Na_2CO_3)混合,在 $1400 \sim 1600^{\circ}\text{C}$ 中反应4-6h,得到熔融态的硅酸钠,采用此种温度反应得到的硅酸钠杂质含量少。硅酸钠冷却后成为固态,可以将其装载在蒸球中,用 $100 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 的高温水蒸汽,加压至 $0.4 \sim 1\text{MPa}$,将其溶解,形成无色透明黏稠液体,即硅酸钠水溶液。将该硅酸钠水溶液加热保持在 $70 \sim 100^{\circ}\text{C}$,再加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠,混合均匀后在搅拌条件下加入酸和水,使得溶液最终pH达到 $2 \sim 4$,该酸可以是硫酸、盐酸、磷酸、硝酸等,其中,硅酸钠和酸反应生成硅酸,水溶液加热保持在 $70 \sim 100^{\circ}\text{C}$,保持反应速率的稳定性。氨基三(亚甲基膦酸)五钠易溶于水,第一方面能和硅酸之间形成氢键,阻碍硅酸的过度聚集,第二方面又由于氨基三(亚甲基膦酸)五钠分子链较短且立体,对硅酸的包裹性适中,硅酸聚集成的微粒子直径

适当,不至于过大或过小,第三方面,氨基三(亚甲基膦酸)五钠还可以增加水溶液密度,降低硅酸微粒和水的界面张力,有利于微粒的分散,使硅酸微粒悬浮在水溶液中,阻止硅酸粒过快沉降聚集,使得硅酸微粒分散均匀。加酸后,析出白色沉淀为硅酸,此时氨基三(亚甲基膦酸)五钠和硅酸完全脱附,脱附效率高。硅酸受热分解成为二氧化硅,析出的二氧化硅微粒大小均匀,纯度高,白度好。溶液最终pH达到2~4,既能反应掉过量的纯碱,又能阻碍硅酸电离,电离平衡向分子态转变,硅酸分子易于受热解析出二氧化硅,若pH过低则硅酸溶解度高,不易析出二氧化硅,若pH过高则电离平衡向离子态转化,也不易析出二氧化硅。白色沉淀不再析出后,表明硅酸/二氧化硅不再析出,经过滤、洗涤、喷雾干燥得到白色粉末,白色粉末在150~200℃温度中烘烤,使得白色粉末中少量的未分解的硅酸完全分解为二氧化硅,得到纯度高、均一度好、高分散性不易结块的二氧化硅粉末。

[0010] 可选的,所述纯碱和所述石英砂的质量比为1:(1.5~3.5)。

[0011] 通过采用如上技术方案,纯碱和石英砂在1400~1600℃中反应4~6h,得到熔融态的硅酸钠,分子式为 $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$,根据投入的纯碱和石英砂的配比,可知模数n为1.5~3.5,n过大则生成的硅酸钠不易溶于水,不利于被水蒸汽溶解,也影响后续和酸的反应和生成的二氧化硅的粒径集中度,n过小则纯碱消耗量增大。

[0012] 可选的,所述纯碱和所述石英砂的质量比为1:3。

[0013] 通过采用如上技术方案,生成的硅酸钠纯度高,被高温水蒸汽溶解的效率,同时纯碱消耗量也较小。

[0014] 可选的,所述石英砂和所述氨基三(亚甲基膦酸)五钠的质量比为1:(0.01~0.03)。

[0015] 通过采用如上技术方案,石英砂先和纯碱生成了硅酸钠,硅酸钠和酸反应生成硅酸的过程中,氨基三(亚甲基膦酸)五钠和硅酸之间形成氢键,阻碍硅酸的过度聚集,使硅酸聚集微粒的大小控制在23~45μm的范围内,使得二氧化硅应用在牙膏中,具有较好的研磨效应和增稠效应。

[0016] 可选的,所述石英砂和所述氨基三(亚甲基膦酸)五钠的质量比为1:0.02。

[0017] 通过采用如上技术方案,石英砂先和纯碱生成了硅酸钠,硅酸钠和酸反应生成硅酸的过程中,氨基三(亚甲基膦酸)五钠和硅酸之间形成氢键,阻碍硅酸的过度聚集,使硅酸聚集微粒的在33~38μm的范围内比例显著增加,粒径均一度高,不易结块,使得二氧化硅应用在牙膏中,具有更好的研磨效应和增稠效应。

[0018] 可选的,所述搅拌条件下加入酸和水,调节水溶液最终pH为2.8~3.2。

[0019] 通过采用如上技术方案,硅酸基本以分子态存在溶液中,并且极容易受热分解为二氧化硅,得到高度分散的二氧化硅微粒,粒径大部分在23~45μm的均一范围内,并且在33~38μm的范围内比例可达到30%以上。

[0020] 可选的,将所述石英砂和所述纯碱混合后,在1550-1560℃中反应4.8-5.2h,得到所述熔融态物料。

[0021] 通过采用如上技术方案,在该温度范围内,石英砂和纯碱的反应生成的硅酸钠纯度高,相应提高了后续生产的二氧化硅的纯度,可达98%以上。

[0022] 可选的,所述硅酸钠水溶液的体积为V,加酸的流量为V/(20-40)每分钟,在加酸过程,保持搅拌速度为200-300转/min。

[0023] 通过采用如上技术方案,控制加酸的速度和搅拌速度,提高了生成的硅酸的分散性和粒度均一性。

[0024] 可选的,加热所述硅酸钠水溶液至84-86℃,再加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠,混合均匀后在搅拌条件下加入酸和水。

[0025] 通过采用如上技术方案,在该温度下,氨基三(亚甲基膦酸)五钠的活性强,和硅酸产生的氢键效应大,使硅酸粒径适宜,分散均匀。

[0026] 第二方面,本申请还提出一种作为牙膏添加剂的二氧化硅,并采用如下技术方案。

[0027] 一种作为牙膏添加剂的二氧化硅,根据上述的生产工艺所制备得到。

[0028] 通过采用如上技术方案,制备得到了一种在粒径适宜、均一度好、不易结块,适用于同时作为牙膏摩擦剂和增稠剂使用的二氧化硅。

[0029] 综上所述,本申请的一种作为牙膏添加剂的二氧化硅及其生产工艺具有如下有益效果:

[0030] 通过控制1400~1600℃的反应温度,石英砂(SiO_2)和纯碱(Na_2CO_3)反应得到熔融态的硅酸钠,采用此种温度反应得到的硅酸钠杂质含量少。

[0031] 用100~150℃的高温水蒸汽,加压至0.4~1MPa,可以将固态硅酸钠高效溶解,形成无色透明黏稠液体,即硅酸钠水溶液。

[0032] 将该硅酸钠水溶液加热保持在70~100℃,再加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠,混合均匀后在搅拌条件下加入酸和水,硅酸钠和酸反应生成硅酸。其中,水溶液加热保持在70~100℃,保持反应速率的稳定性。氨基三(亚甲基膦酸)五钠第一方面能和硅酸之间形成氢键,阻碍硅酸的过度聚集,第二方面又由于氨基三(亚甲基膦酸)五钠分子链较短且立体,对硅酸的包裹性适中,硅酸聚集成的微粒子直径适当,不至于过大或过小,第三方面,氨基三(亚甲基膦酸)五钠密度大于 $1.4\text{g}/\text{cm}^3$,还可以适度增加水溶液密度,降低硅酸微粒和水的界面张力,有利于微粒的分散,使硅酸微粒悬浮在水溶液中,阻止硅酸粒过快沉降聚集,使得硅酸微粒分散均匀。硅酸受热分解成为二氧化硅,析出的二氧化硅微粒大小均匀,纯度高,白度好。

[0033] 加酸,硅酸钠和酸反应生成硅酸,控制溶液最终pH达到2~4,既能反应掉过量的纯碱,又能阻碍硅酸电离,电离平衡向分子态转变,硅酸分子易于受热分解析出二氧化硅,若pH过低则硅酸溶解度高,不易析出二氧化硅,若pH过高则电离平衡向离子态转化,也不易析出二氧化硅。

[0034] 喷雾干燥得到的白色粉末最后在150~200℃温度中烘烤,使得白色粉末中少量的未分解的硅酸完全分解为二氧化硅,得到纯度高、均一度好、高分散性不易结块的二氧化硅粉末。

具体实施方式

[0035] 以下对本申请的作为牙膏添加剂的二氧化硅及其生产工艺的一些实施例进行具体说明。以下材料的质量已转化为相对质量份数进行说明。

[0036] 实施例1

[0037] 将3份石英砂和1份纯碱混合,在1555℃中反应5h,得到熔融态硅酸钠,冷却得到固态硅酸钠,使用125℃的水蒸汽,加压至0.4MPa,对所述硅酸钠进行喷淋溶解,得到硅酸钠水

溶液, 体积为V; 加热所述硅酸钠水溶液保持在85℃, 再加入0.02份氨基三(亚甲基膦酸)五钠, 混合均匀后在搅拌条件下加入硫酸和水, 加入硫酸的流量为V/30每分钟, 在加硫酸过程, 保持搅拌速度为250转/min, 控制加入硫酸的量使得溶液最终pH达到3, 过程中产生白色沉淀并不再析出后, 过滤取得沉淀物, 洗涤所述沉淀物, 接着将所述沉淀物喷雾干燥得到白色粉末, 最后将所述白色粉末在150℃温度中烘烤得到所述二氧化硅。

[0038] 实施例2

[0039] 本实施例和实施例1的唯一区别在于加入了3.5份的石英砂, 同样使用125℃的水蒸汽, 加压至1MPa, 对所述固态物进行喷淋溶解, 同样条件下溶解时间比实施例1高16%, 溶解后得到硅酸钠水溶液, 最后制备得到了二氧化硅。

[0040] 实施例3

[0041] 本实施例和实施例1的唯一区别在于加入了0.01份氨基三(亚甲基膦酸)五钠, 最后制备得到了二氧化硅。

[0042] 实施例4

[0043] 本实施例和实施例1的唯一区别在于加入了0.03份氨基三(亚甲基膦酸)五钠, 最后制备得到了二氧化硅。

[0044] 实施例5

[0045] 本实施例和实施例1的唯一区别在于, 控制加入硫酸的量使得溶液最终pH达到2, 最后制备得到了二氧化硅。

[0046] 实施例6

[0047] 本实施例和实施例1的唯一区别在于, 控制加入硫酸的量使得溶液最终pH达到4, 最后制备得到了二氧化硅。

[0048] 实施例7

[0049] 本实施例和实施例1的唯一区别在于, 将石英砂和纯碱混合后在1400℃中反应5h, 得到熔融态硅酸钠, 最终制备得到了二氧化硅。

[0050] 实施例8

[0051] 本实施例和实施例1的唯一区别在于, 将石英砂和纯碱混合后在1600℃中反应5h, 得到熔融态硅酸钠, 最终制备得到了二氧化硅。

[0052] 实施例9

[0053] 本实施例和实施例1的唯一区别在于, 加热所述硅酸钠水溶液保持在70℃, 再加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠, 最终制备得到了二氧化硅。

[0054] 对比例1

[0055] 本对比例和实施例1的唯一区别在于不加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠, 最后制备得到了二氧化硅。

[0056] 对比例2

[0057] 本对比例和实施例1的唯一区别在于加入0.02份十二烷基苯磺酸钠, 最后制备得到了二氧化硅。

[0058] 对比例3

[0059] 本对比例和实施例1的唯一区别在于加入0.02份十二烷基磺酸钠, 最后制备得到了二氧化硅。

[0060] 对比例4

[0061] 本对比例和实施例1的唯一区别在于控制加入硫酸的量使得溶液最终pH达到1,最后制备得到了二氧化硅。

[0062] 对比例5

[0063] 本对比例和实施例1的唯一区别在于控制加入硫酸的量使得溶液最终pH达到5,最后制备得到了二氧化硅。

[0064] 对比例6

[0065] 本对比例和实施例1的唯一区别在于,将石英砂和纯碱混合后在1300℃中反应5h,得到熔融态硅酸钠,最终制备得到了二氧化硅。

[0066] 对比例7

[0067] 本对比例和实施例1的唯一区别在于,加热所述硅酸钠水溶液保持在50℃,再加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠,最终制备得到了二氧化硅。

[0068] 对比例8

[0069] 本对比例和实施例1的唯一区别在于,加入硫酸的流量为V/10每分钟,最终制备得到了二氧化硅。

[0070] 试验例1

[0071] 对实施例1-9和对比例1-8制备得到的二氧化硅进行检测,检测按照《QB/T2346-2007牙膏用二氧化硅检验标准》进行。检验结果如表1。

[0072] 表1各实施例和对比例制备的二氧化硅性质检验结果

[0073]

	二氧化 硅含量 /%	筛下物(320 目) /%	干剂灼烧失 重 (900℃) /%	白度 (WG) /%
实施例 1	99.8	100	0.2	99
实施例 2	99.4	94	0.5	98
实施例 3	99.3	99	0.6	99
实施例 4	99.1	100	0.7	97
实施例 5	99.0	97	0.9	99
实施例 6	99.3	98	0.5	98
实施例 7	98.3	96	1.3	99
实施例 8	99.8	100	0.1	99

[0074]

实施例 9	98.7	93	1.1	99
对比例 1	99.5	88	0.4	99
对比例 2	96.0	94	3.2	96
对比例 3	96.3	95	3.0	96
对比例 4	99.1	86	0.6	98
对比例 5	98.9	97	0.7	98
对比例 6	96.5	94	2.8	97
对比例 7	98.3	99	1.4	97
对比例 8	98.7	94	0.9	98

[0075] 增加对各实施例和对比例制备的二氧化硅的粒径检测,使用600目网筛(通过粒径23 μm)、425目网筛(通过粒径33 μm)、400目网筛(通过粒径38 μm)和325目网筛(通过粒径45 μm)进行测试,结果如下表2。

[0076] 表2各实施例和对比例制备的二氧化硅粒径检测

[0077]

	筛下物(600 目) /%	筛下物(425 目) /%	筛下物(400 目) /%	筛下物(325 目) /%
实施例 1	5	23	88	100
实施例 2	16	37	70	93
实施例 3	10	31	74	99
实施例 4	8	29	77	100
实施例 5	13	34	82	96
实施例 6	15	30	79	97
实施例 7	7	26	83	94
实施例 8	4	28	85	100
实施例 9	20	32	76	91
对比例 1	36	52	71	85
对比例 2	33	61	79	91

[0078]

对比例 3	29	57	75	93
对比例 4	17	46	68	82
对比例 5	24	53	84	95
对比例 6	19	48	63	90
对比例 7	32	59	86	98
对比例 8	18	45	71	93

[0079] 从以上表1和表2可以看出,实施例1-9相比于对比例1-8制备的二氧化硅,粒径集中度显著提升,在23-45 μm 范围的比例可达70%以上,并且在33-38 μm 范围的比例可达30%以上。当二氧化硅粒子直径在23~45 μm 时,甚至是33-38 μm 时,其不易粘结,应用于牙膏中,具有良好的摩擦性质,又不易损伤牙齿,并且对牙膏具有增稠作用,使牙膏具有弹性和低剪

切力下的形状保持性。

[0080] 实施例1相比于其他实施例,粒径集中度和纯度均最好。

[0081] 实施例2相比于实施例1,增加了石英砂的用量,其粒径集中度有一定下降。

[0082] 实施例3和4,相比于实施例1,调整了氨基三(亚甲基膦酸)五钠的添加比例,实施例5和6相比于实施例1,调整了溶液最终pH,其二氧化硅纯度和粒径集中度均略微下降。

[0083] 实施例7相比于实施例1,将石英砂和纯碱熔融反应温度降低至1400℃,最终制备得到的二氧化硅纯度降低了1.5%,粒径集中度下降不明显。

[0084] 实施例8相比于实施例1,将石英砂和纯碱熔融反应温度升高至1600℃,最终制备得到的二氧化硅纯度和粒径集中度和实施例1相当。

[0085] 实施例9相比于实施例1,加热所述硅酸钠水溶液温度由85℃降低至70℃,最终制备得到的二氧化硅纯度降低了1.1%,粒径集中度也有明显下降,可见反应温度对硅酸钠和硫酸的反应,以及氨基三(亚甲基膦酸)五钠的分散作用有明显影响。

[0086] 对比例1相比于实施例1,不加入氨基三(亚甲基膦酸)五钠,最后制备得到了二氧化硅的粒径范围分散,小于23 μm 和大于45 μm 的比例均较高。

[0087] 对比例2相比于实施例1,用十二烷基苯磺酸钠代替氨基三(亚甲基膦酸)五钠,最后制备得到了二氧化硅,其在900℃中的干剂灼烧失重比例显著增大,可能是十二烷基苯磺酸钠和硅酸结合后,不易被冲洗干净,造成残留的影响。

[0088] 对比例3相比于实施例1,用十二烷基磺酸钠代替氨基三(亚甲基膦酸)五钠,最后制备得到了二氧化硅,其在900℃中的干剂灼烧失重比例显著增大,可能是十二烷基苯磺酸钠和硅酸结合后,不易被冲洗干净,造成残留的影响。

[0089] 对比例4和对比例5相比于实施例1,调整了溶液最终pH,影响了硅酸的分散效果,其二氧化硅的粒径集中度有一定下降。

[0090] 对比例6相比于实施例1,将石英砂和纯碱熔融反应温度降低至1300℃,最终制备得到的二氧化硅纯度降低了3.3%,粒径集中度也有一定下降,过低的温度不利于去除杂质。

[0091] 对比例7相比于实施例1,加热所述硅酸钠水溶液温度由85℃降低至50℃,二氧化硅的粒径集中度显著降低,可见该反应温度对分散效果有一定影响。

[0092] 对比例8相比于实施例1,加入硫酸的流量由V/30提升至V/10每分钟,最终制备得到的二氧化硅粒径集中度有一定下降,表明过快的硫酸添加速度对于生成的硅酸的分散有一定破坏作用。

[0093] 综上所述,通过控制石英砂(SiO_2)和纯碱(Na_2CO_3)的熔融反应温度在1400-1600℃,反应得到的硅酸钠杂质含量少。

[0094] 硅酸钠和硫酸的反应温度保持在70~100℃,控制溶液最终pH达到2~4,以及在反应中加入的氨基三(亚甲基膦酸)五钠对于最终产物二氧化硅的均匀分散,形成适宜的粒径有显著作用。喷雾干燥得到的白色粉末最后在150~200℃温度中烘烤,使得白色粉末中少量的未分解的硅酸完全分解为二氧化硅,得到纯度高、均一度好、高分散性不易结块的二氧化硅粉末。

[0095] 以上仅是本申请的优选实施方式,本申请的保护范围并不局限于上述实施例,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本申请原理前提下的若干改进和

润饰,这些改进和润饰也应视为落入本申请的保护范围。