



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104860319 B

(45)授权公告日 2017.08.25

(21)申请号 201510191512.5

审查员 刘佳

(22)申请日 2015.04.22

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104860319 A

(43)申请公布日 2015.08.26

(73)专利权人 南昌航空大学

地址 330063 江西省南昌市丰和南大道696号

(72)发明人 谢宇 许江伟 郭若彬 凌云

段世领 潘黎平

(74)专利代理机构 南昌佳诚专利事务所 36117

代理人 闵蓉

(51)Int.Cl.

C01B 33/12(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

一种可控性硅微粉的制备方法

(57)摘要

一种可控性硅微粉的制备方法,其特征是通过二氧化碳酸化、沉淀静置过滤、煅烧等步骤,获得可控性硅微粉,本发明的技术效果是:1.利用平直叶桨式搅拌器径向搅拌,使硅酸颗粒尽快到静置,形成纳米级别的颗粒防止硅酸团聚化,以制备可控性的硅微粉;2、通入二氧化碳气体,利于防止反应液酸度太高,同时缓解了沉淀法制备硅微粉反应液浓度低的问题;3、所需设备少,反应条件温和,成本低,生产安全可靠,产品纯度高,产率高。

1. 一种可控性硅微粉的制备方法,其特征是工艺方法步骤为:首先准备250ml的去离子水于500ml烧杯中,称取10-25克的硅酸钠溶于250ml的去离子水中配制成硅酸钠溶液,然后以250ml去离子水的总质量为基准,按5-15%的质量百分比称取表面活性剂聚乙二醇和质量百分比为5-15%的分散剂无水乙醇,溶入到100 ml去离子水,并以600 rpm的转速恒速搅拌,搅拌均匀后,迅速将配好的硅酸钠溶液倒入500ml烧杯中,继续通过平直叶桨式搅拌器恒速搅拌,直到得到透明的混合溶液时加入一个100ml塑料烧杯固定在500ml烧杯中间,在两烧杯间隙加入挡板,搅拌器在小烧杯里搅拌,然后缓慢通入二氧化碳气体至小烧杯底部,用酸度计记录体系pH值的变化,继续反应1-5小时后,在两烧杯间隙得到稳定的乳白色固体,停止反应,将得到的乳白色固体抽滤、洗涤多次,得到的滤饼在室温条件下真空干燥5小时,然后在马弗炉中600℃恒温煅烧2小时得到白色粉体,所述塑料烧杯的壁侧下方有密集细孔中间壁侧无孔上侧方有细孔,塑料烧杯与在500ml烧杯的两壁底相间2 cm。

一种可控性硅微粉的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种可控性硅微粉的制备方法。

背景技术

[0002] 现代科学研究表明,硅微粉是一类用途极为广泛的无机非金属材料,具有介电性能优异、热膨胀系数低、导热系数高,硅微粉系列产品是由纯净石英粉经先进的超细磨工艺流程加工而成。它具有白度高、颗粒细、粒度分布合理、比表面积大、悬浮性能优、纯度高优点,广泛用于涂料、油漆、胶粘剂、硅橡胶、精密铸造、高档陶瓷、环氧树脂灌封料及普通电器、高压元器件的绝缘浇注、集成电路的塑封料和灌封料、粉末涂料、电焊条保护层及其它树脂填料等。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种可控性硅微粉的制备方法,该方法所需设备少,反应条件温和,成本低,生产安全可靠,产品纯度高,产率高。

[0004] 本发明是这样来实现的,其特征是工艺方法步骤为:首先准备250ml的去离子水于500ml烧杯中,称取10-25克的硅酸钠溶于250ml的去离子水中配制成硅酸钠溶液,然后以250ml去离子水的总质量为基准,按5-15%的质量百分比称取表面活性剂聚乙二醇和质量百分比为5-15%的分散剂无水乙醇,溶入到100 ml去离子水,并以600 rpm的转速恒速搅拌,搅拌均匀后,迅速将配好的硅酸钠溶液倒入500ml烧杯中,继续恒速搅拌(平直叶桨式搅拌器)直到得到透明的混合溶液时加入一个100ml塑料烧杯(壁侧下方有密集的细孔中间壁侧无孔上侧方有细孔)固定在500ml烧杯中间(两壁底相间2 cm),在两烧杯间隙加入挡板,搅拌器在小烧杯里搅拌,然后缓慢通入二氧化碳气体至小烧杯底部,用酸度计记录体系pH值的变化,继续反应1-5小时后,在两烧杯间隙得到稳定的乳白色固体,停止反应,将得到的乳白色固体抽滤、洗涤多次(去离子水、无水乙醇各洗三次,滤液蒸馏回收),得到的滤饼在室温条件下真空干燥5小时,然后在马弗炉中600 °C恒温煅烧2小时得到白色粉体。

[0005] 所述利用平直叶桨式搅拌器径向切力的作用离心硅酸微粒到静置室,从而阻止固体硅酸的进一步长大。

[0006] 所述蒸发溶剂使用的是旋转蒸发,在低压甚至真空的状态下,在较低的温度下去除大部分溶剂,得到浓缩液,便于后续处理,溶剂也能够得到重复使用。

[0007] 所述通入二氧化碳气体,利于防止反应液酸度太高,同时缓解了沉淀法制备硅微粉反应液浓度低的问题。

[0008] 本发明的技术效果是:1、利用硅酸钠在酸性条件下生成硅酸沉淀的特点,二氧化碳作为酸试剂在做硅微粉上有重要作用,同时可以相对其他沉淀法做硅微粉硅酸钠浓度更高;2、利用平直叶桨式搅拌器径向切力的特点,将刚生成的小颗粒硅酸通过离心力带人静置室,从而有效的控制硅酸颗粒大小;3、通过改变二氧化碳通入速率,硅酸钠浓度,挡板角度,孔径大小等条件制造理想的硅微粉;4、操作方法简便,使用旋转蒸发和真空干燥固体产

物的制备,所需设备少,反应条件温和,成本低,生产安全可靠,产品纯度高,产率高。

具体实施方式

[0009] 实施例一:

[0010] 首先准备250ml的去离子水于500ml烧杯中,称取10克的硅酸钠溶于250ml的去离子水中配制成硅酸钠溶液,然后以250ml去离子水的总质量为基准,按5%的质量百分比称取表面活性剂聚乙二醇和质量百分比为5%的分散剂无水乙醇,溶入到100 ml去离子水,并以600 rpm的转速恒速搅拌,搅拌均匀后,迅速将配好的硅酸钠溶液倒入500ml烧杯中,继续恒速搅拌(平直叶桨式搅拌器)直到得到透明的混合溶液时加入一个100ml塑料烧杯(壁侧下方有密集细孔中间壁侧无孔上侧方有细孔)固定在500ml烧杯中间(两壁底相间2 cm),在两烧杯间隙加入挡板,搅拌器在小烧杯里搅拌,然后缓慢通入二氧化碳气体至小烧杯底部,用酸度计记录体系pH值的变化,继续反应1小时后,在两烧杯间隙得到稳定的乳白色固体,停止反应,将得到的乳白色固体抽滤、洗涤多次(去离子水、无水乙醇各洗三次,滤液蒸馏回收),得到的滤饼在室温条件下真空干燥5小时,然后在马弗炉中600 °C恒温煅烧2小时得到白色粉体。

[0011] 实施例二

[0012] 首先准备250ml的去离子水于500ml烧杯中,称取25克的硅酸钠溶于250ml的去离子水中配制成硅酸钠溶液,然后以250ml去离子水的总质量为基准,按15%的质量百分比称取表面活性剂聚乙二醇和质量百分比为15%的分散剂无水乙醇,溶入到100 ml去离子水,并以600 rpm的转速恒速搅拌,搅拌均匀后,迅速将配好的硅酸钠溶液倒入500ml烧杯中,继续恒速搅拌(平直叶桨式搅拌器)直到得到透明的混合溶液时加入一个100ml塑料烧杯(壁侧下方有密集细孔中间壁侧无孔上侧方有细孔)固定在500ml烧杯中间(两壁底相间2 cm),在两烧杯间隙加入挡板,搅拌器在小烧杯里搅拌,然后缓慢通入二氧化碳气体至小烧杯底部,用酸度计记录体系pH值的变化,继续反应5小时后,在两烧杯间隙得到稳定的乳白色固体,停止反应,将得到的乳白色固体抽滤、洗涤多次(去离子水、无水乙醇各洗三次,滤液蒸馏回收),得到的滤饼在室温条件下真空干燥5小时,然后在马弗炉中600 °C恒温煅烧2小时得到白色粉体。

[0013] 实施例三

[0014] 首先准备250ml的去离子水于500ml烧杯中,称取20克的硅酸钠溶于250ml的去离子水中配制成硅酸钠溶液,然后以250ml去离子水的总质量为基准,按8%的质量百分比称取表面活性剂聚乙二醇和质量百分比为8%的分散剂无水乙醇,溶入到100 ml去离子水,并以600 rpm的转速恒速搅拌,搅拌均匀后,迅速将配好的硅酸钠溶液倒入500ml烧杯中,继续恒速搅拌(平直叶桨式搅拌器)直到得到透明的混合溶液时加入一个100ml塑料烧杯(壁侧下方有密集细孔中间壁侧无孔上侧方有细孔)固定在500ml烧杯中间(两壁底相间2 cm),在两烧杯间隙加入挡板,搅拌器在小烧杯里搅拌,然后缓慢通入二氧化碳气体至小烧杯底部,用酸度计记录体系pH值的变化,继续反应1-5小时后,在两烧杯间隙得到稳定的乳白色固体,停止反应,将得到的乳白色固体抽滤、洗涤多次(去离子水、无水乙醇各洗三次,滤液蒸馏回收),得到的滤饼在室温条件下真空干燥5小时,然后在马弗炉中600 °C恒温煅烧2小时得到白色粉体。