



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102199378 A

(43) 申请公布日 2011. 09. 28

(21) 申请号 201110067669. 9

(22) 申请日 2011. 03. 21

(71) 申请人 冷水江三 A 化工有限责任公司

地址 417505 湖南省娄底市冷水江市经济开发
区

(72) 发明人 胡湘仲 胡伟民 赵正云

(74) 专利代理机构 长沙星耀专利事务所 43205

代理人 赵静华

(51) Int. Cl.

C09D 7/12 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法

(57) 摘要

一种二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法。包括是在原料碱性硅酸盐中加入 1-5% 的缓凝剂 ; 按照二氧化硅 : 无机酸重量比 = 1 : 0. 6 加入无机酸 , 在 50-90℃ 反应 1-5 小时 ; 调节 pH 值 2-3 ; 经过滤、水洗至钠离子含量为 0. 1% 以下 ; 用高速分散机将滤饼打浆 ; 再加热到 50-80℃ , 加入碱性硅酸盐重量 1-2% 的多羟基化合物进行接枝反应 ; 再经快速脱水干燥、粉碎为 3-9 微米即为成品。本发明制成的产品孔容为 1. 7-2. 5ml/g, BET 比表面积为 300-400m²/g, 二氧化硅含量在 99. 3% 以上, 平均粒度 : 3-9μm ; 消光性能好, 增加了与有机溶剂的相容性, 使涂料透明度更高 ; 重涂性能好 ; 且原料易的, 价格低廉, 流程短, 易于实现工业化。

1. 一种二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 在原料碱性硅酸盐中加入 1-5% 的缓凝剂氯化钙、氯化镁中的一种或两种的混合物;按照二氧化硅:无机酸重量比=1:0.6 加入无机酸,在温度 50-90℃下,反应 1-5 小时;

(2) 用无机酸调整 pH 值 2-3;

(3) 将反应物料过滤、水洗至钠离子含量为 0.1% 以下;并利用高速分散机在 2000 转/分下,将滤饼进行打浆;

(4) 将上述浆料加热,在温度 50-80℃下,加入碱性硅酸盐重量 1-2% 的多羟基化合物进行接枝反应 1-2 小时,使亲水性转换为亲油性;

(6) 在 100-400℃下进行快速脱水干燥;将干燥后的产品粉碎至平均粒度为 3-9 微米。

2. 根据权利要求 1 所述的二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法,其特征在于,所述的碱性硅酸盐包括硅酸钠、硅酸钾的一种或两种的混合物。

3. 根据权利要求 1 所述的二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法,其特征在于,所述多羟基化合物包括多羟基脂肪酸酰胺、羟基羧酸盐及其衍生物的一种或多种。

4. 根据权利要求 1 所述的二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法,其特征在于,所述快速脱水方式采用的是闪蒸干燥或喷雾干燥。

一种二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法。

背景技术

[0002] 大孔隙二氧化硅气凝胶作为消光剂使用时,其孔容、比表面积、平均粒度对消光性能有着很大的影响,但由于二氧化硅本身特有的亲水性能,影响了其在涂料有机溶剂中的分散性、进而造成涂料的透明性能下降,重涂性变差。目前大孔隙二氧化硅的制备主要是溶胶凝胶法,由于其本身具有空间三维网状结构,内部充满了小孔,羟基的分布主要分布在孔的内部,使其和有机物的相容性变差,涂料的透明度变差。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供另一种二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法。以提高二氧化硅在涂料中的相容性和分散性。使涂料的透明度更高,重涂性能好;且原料易得,价格低廉,流程短,易于实现工业化。

[0004] 本发明的二氧化硅气凝胶消光剂的制备方法,包括以下步骤:

(1) 在原料碱性硅酸盐中加入 1-5% 的缓凝剂氯化钙、氯化镁中的一种或两种的混合物;按照二氧化硅:无机酸重量比 = 1 : 0.6 加入无机酸,在温度 50-90℃ 下,反应 1-5 小时;

(2) 用无机酸调整 pH 值 2-3;

(3) 将反应物料过滤、水洗至钠离子含量为 0.1% 以下;并利用高速分散机在 2000 转/分下,将滤饼进行打浆;

(4) 将上述浆料加热,在温度 50-80℃ 下,加入碱性硅酸盐重量 1-2% 的多羟基化合物进行接枝反应 1-2 小时,使亲水性转换为亲油性;

(5) 在 100-400℃ 下进行快速脱水干燥;将干燥后的产品粉碎至平均粒度为 3-9 微米。

[0005] 所述的碱性硅酸盐包括硅酸钠、硅酸钾的一种或两种的混合物。

[0006] 所述多羟基化合物包括多羟基脂肪酸酰胺、羟基羧酸盐及其衍生物的一种或多种。

[0007] 所述快速脱水方式采用的是闪蒸干燥或喷雾干燥。

[0008] 本发明制成的产品孔容为 1.7-2.5ml/g, BET 比表面积为 300-400m²/g, 二氧化硅含量在 99.3% 以上,平均粒度:3-9μm;消光性能好,制备方法是采用碱性硅酸盐为原料加入缓凝剂,控制二氧化硅表面羟基的分布,在干燥前加入多羟基化合物与二氧化硅进行接枝反应使亲水性转换为亲油性,增加了与有机溶剂的相容性,使涂料透明度更高;重涂性能好;且原料易的,价格低廉,流程短,易于实现工业化。

具体实施方式

[0009] 以下结合实施例对本发明作进一步说明。

[0010]

实施例 1 :做四个平行样

取二氧化硅的重量百分比为 10% 的硅酸钠溶液 500g,加入 5g 氯化钙,

再加入 20% (重量) 的硫酸溶液 150g,在温度 50℃ 反应 3 个小时,用硫酸调整 PH 值为 2-3 ;再经水洗、将洗后的滤饼利用高速分散机在 2000 转 / 分下,将滤饼进行打浆 ;将上述浆料加热到 50℃,加入多羟基脂肪酸酰胺 0.5g,反应 2 小时。喷雾干燥及粒度分级平均粒度 3-5 微米,得到高分散性二氧化硅气凝胶。其物化性能如下

实施例 1 :高分散性二氧化硅气凝胶物化性能表

指标 编号	二氧化硅 含量%	孔容 ml/g	比表面积 m ² /g
实施例 1-1	99.3	1.84	340
实施例 1-2	99.5	1.74	335
实施例 1-3	99.3	1.78	350
实施例 1-4	99.4	1.85	327

实施例 2 :做四个平行样

取二氧化硅含量为 15% (重量) 的硅酸钠溶液 500g。加入 0.75 氯化镁,再加入 10% 的硫酸(重量)溶液 450g ; 在温度 50℃ 反应 5 个小时,调整 PH 值为 2-3 ;按现有技术经老化静置处理。再经过滤、水洗、并利用高速分散机在 2000 转 / 分下,将滤饼进行打浆,将上述浆料加热到 70℃,加入 0.75g 羟基羧酸盐及其衍生物,保温 2 小时。喷雾干燥及粉碎得到平均粒度 5-9 微米高分散性二氧化硅气凝胶。其实验数据如下。

[0011] 实施例 2 :高分散性二氧化硅气凝胶物化性能表

指标 编号	二氧化硅 含量%	孔容 ml/g	比表面积 m ² /g
实施例 2-1	99.5	2.26	290
实施例 2-2	99.3	2.30	320
实施例 2-3	99.3	2.26	350
实施例 2-4	99.4	2.22	300

实施例 3 :做四个平行样

取二氧化硅含量为 12% (重量) 的硅酸钠溶液 500g ;加入 0.6g 氯化镁,和 20% 的硫酸(重量)溶液 180g ; 在温度 70℃ 反应 5 个小时,加酸调整 PH 值为 2-3 ;按现有技术经老化静置处理。再经过滤、水洗、用高速分散机在 2000 转 / 分下将滤饼进行打浆,将上述浆料加热到 70℃,加入多羟基脂肪酸酰胺、羟基羧酸盐及其衍生物各 0.6g,保温 2 小时。喷雾干燥及粉碎得到平均粒度 6-8 微米,得到高分散性二氧化硅气凝胶。其实验数据如下

实施例 3 :高分散性二氧化硅气凝胶物化性能表

指标 编号	二氧化硅 含量%	孔容 ml/g	比表面积 m ² /g
实施例 3-1	99.5	2.2	335
实施例 3-2	99.71	2.1	338
实施例 3-3	99.72	2.13	345
实施例 3-4	99.81	2.15	346