

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 19641

(13) С1

(46) 2015.12.30

(51) МПК

C 01B 33/18 (2006.01)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГИДРОФОБНОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

(21) Номер заявки: а 20121663

(22) 2012.11.30

(43) 2014.06.30

(71) Заявитель: Учреждение образования "Гомельский государственный технический университет имени П.О.Сухого" (ВУ)

(72) Авторы: Злотников Игорь Иванович; Хило Петр Анатольевич (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение образования "Гомельский государственный технический университет имени П.О.Сухого" (ВУ)

(56) SU 1114612 А, 1984.

SU 1013402 А, 1983.

RU 2107658 С1, 1998.

SU 835954, 1981.

RU 2293057 С2, 2007.

ВУ 9910 С1, 2007.

KR 20090103524 А, 2009.

(57)

1. Способ получения гидрофобного диоксида кремния, включающий суспендирование диоксида кремния в неполярном растворителе при повышенной температуре, смешение полученной суспензии с гидрофобизатором при повышенной температуре и удаление растворителя, **отличающийся** тем, что в качестве неполярного растворителя используют толуол, в качестве гидрофобизатора - полиэтиленовый воск в количестве 2-7 % от массы диоксида кремния, стадии суспендирования и смешения проводят при температуре 70-80 °С, а удаление растворителя осуществляют сушкой.

2. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что в толуол перед диспергированием диоксида кремния дополнительно вводят изопропиловый спирт в количестве 5-12 % от массы толуола.

Изобретение относится к способам получения модифицированного диоксида кремния (кремнезема) и может найти применение в производстве матирующих средств для лаков и красок, антислеживающих веществ для огнетушащих порошков и минеральных удобрений, наполнителей для полимерных и резинотехнических изделий и др.

Известен способ получения модифицированного диоксида кремния путем его обработки модификатором с последующим термостатированием при 20-150 °С в течение 0,5-24 ч. В качестве модификатора используют смесь метилгидридсилоксана, как основы, с катализатором отверждения - аминоэтиламинопропил-триметоксисиланом или аминофункциональным силоксаном в соотношении основа:катализатор = (5-70):1. Модификатор берут в количестве 2-10 мас. % от содержания диоксида кремния [1]. Недостатком известного способа является дефицитность применяемых модификаторов, а также недостаточно высокая дисперсность получаемого продукта, так как путем механического смешения компонентов в лопастном смесителе нельзя добиться получения ультрадисперсных порошков даже при длительном процессе смешения.

Известен способ получения термостойкого гидрофобного диоксида кремния, включающий обработку аэросила, предварительно суспендированного в неполярном органическом растворителе, сначала раствором фенилсиландиола, а затем раствором полиметилсилокс-

сана в том же растворителе при температуре кипения последнего с последующей отгонкой растворителя и термообработкой при температуре 200-300 °С в течение 20-120 мин [2]. Недостатками способа являются его длительность и сложность.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к заявляемому способу является способ получения гидрофобного диоксида кремния, включающий суспендирование диоксида кремния в неполярном растворителе при температуре его кипения в течение 25-30 мин, смешение полученной суспензии с раствором гидрофобизаторов в том же растворителе при температуре его кипения и кипячении в течение 25-30 мин, отгонку растворителя и термообработку готового продукта при 230 °С в течение 100-120 мин [3].

Недостатком известного способа является его сложность, так как основные операции (суспендирование диоксида кремния, его последовательная обработка гидрофобизаторами) проводят при постоянно кипящем растворителе в обратном холодильнике, а удаление растворителя осуществляют не сушкой, а отгонкой. Это затрудняет широкое промышленное использование известного способа и значительно повышает стоимость готового продукта. Кроме того, по известному способу можно получить высокодисперсный модифицированный диоксид кремния только при использовании в качестве исходного продукта высокодисперсного аэросила, а не более дешевых кремнеземов, например белой сажи.

Задача изобретения - упрощение и повышение экономичности способа при сохранении физико-химических свойств готового продукта.

Поставленная задача решается за счет того, что в способе получения гидрофобного диоксида кремния, включающем суспендирование диоксида кремния в неполярном растворителе при повышенной температуре, смешение полученной суспензии с гидрофобизатором при повышенной температуре и удаление растворителя, согласно изобретению в качестве неполярного растворителя используют толуол, в качестве гидрофобизатора - полиэтиленовый воск в количестве 2-7 % от массы диоксида кремния, стадии суспендирования и смешения проводят при температуре растворителя 70-80 °С, а удаление растворителя осуществляют сушкой, а также за счет того, что в толуол перед диспергированием диоксида кремния дополнительно вводят изопропиловый спирт в количестве 5-12 % от массы толуола.

Использование толуола позволяет более быстро и при более низких температурах (по сравнению с другими неполярными растворителями, например четыреххлористым углеродом, гексаном) диспергировать диоксид кремния до состояния органозоля. При этом можно получить органозоли с большей концентрацией кремнезема, чем при использовании других неполярных растворителей. Дополнительное введение в толуол изопропилового спирта в количестве 5-12 мас. % ускоряет процесс диспергирования и позволяет получать органозоли с меньшим размером частиц кремнезема и большей концентрацией. При добавлении изопропилового спирта в количестве, меньшем 5 мас. %, эффект от его введения выражен слабо, а введение более 12 мас. % не приводит к дополнительному положительному результату. Использование в качестве гидрофобизатора недорогого полиэтиленового воска в количестве 2-7 % от массы диоксида кремния позволяет получать модифицированный диоксид кремния с гидрофобностью не ниже, чем при использовании более дорогих силанов. Применение полиэтиленового воска в количестве, меньшем 2 мас. % снижает гидрофобность получаемого диоксида кремния, а при введении полиэтиленового воска более 7 мас. % появляется склонность к слеживанию порошка модифицированного кремнезема.

Способ осуществляют следующим образом.

Высушенный диоксид кремния диспергируют в толуоле при температуре 70-80 °С путем перемешивания с помощью лопастной мешалки в течение 5-15 мин до образования стабильного органозоля диоксида кремния в толуоле. Стабильные золи представляют собой прозрачные опалесцирующие жидкости, нерастворенный диоксид кремния (при наличии такового) осаждается на дне. Если в толуол предварительно добавить изопропиловый спирт в количестве 5-12 % от массы толуола, то диспергирование проходит быстрее и количество растворенного диоксида кремния достигает 35 мас. %, а размер частиц составляет

ВУ 19641 С1 2015.12.30

10-20 нм. Затем в полученный органозоль добавляют полиэтиленовый воск и тщательно перемешивают до полного растворения. Полученную смесь сушат при температуре 50-60 °С до полного удаления растворителя. Готовый продукт представляет собой высокодисперсный гидрофобный порошок, который не агломерируется и не слеживается при хранении.

Предлагаемый способ был реализован следующим образом.

Пример 1.

40 г аэросила марки А-380 суспендировали в 160 г толуола при температуре 70 °С путем перемешивания лопастной мешалкой в течение 5 мин. Полученный органозоль представлял собой прозрачную вязкую жидкость без признаков осадка. В него добавляли 0,8 г полиэтиленового воска марки ПВ-200 (ТУ РБ 300041455.024-2002) и перемешивали еще в 5 мин до полного растворения воска. Готовый гелеобразный продукт выкладывали на поддон и сушили при температуре 60 °С в течение 20 мин.

Пример 2.

40 г белой сажи марки БС-100 суспендировали в 180 г толуола, содержащего 10 г изопропилового спирта, при температуре 80 °С путем перемешивания в течение 15 мин. В полученный органозоль добавляли 2,8 г полиэтиленового воска марки ПВ-200 и перемешивали 5 мин до полного растворения воска. Полученный продукт сушили при температуре 50 °С в течение 30 мин. Свойства гидрофобного диоксида кремния приведены в таблице.

Свойства	Пример 1	Пример 2	Прототип, SU 1114612 А
Насыпная плотность, г/л	54	62	70-170
рН водно-спиртовой (1:1) вытяжки	6,0	6,0	6,2-6,8
Содержание летучих, %	0,6	0,8	0,79-1,2
Потери массы при прокаливании, %	2,9	8,1	12,9-15,1
Гидрофобность	выдерживает		

Гидрофобный кремнезем, полученный по предлагаемому способу, обладает необходимыми гидрофобными свойствами при меньшем содержании гидрофобизатора, а применяемый гидрофобизатор (полиэтиленовый воск) является недефицитным, недорогим, выпускаемым в Республике Беларусь промышленным продуктом. Кроме того, по предлагаемому способу можно получать высокодисперсный гидрофобный кремнезем не только из аэросила, который характеризуется изначально высокой дисперсностью, но и из обычных промышленных кремнезёмов, например белой сажи.

При определении насыпной плотности измеряли объем, занимаемый навеской модифицированного диоксида кремния при свободной засыпке через воронку в мерный цилиндр. Содержание летучих определяли по уменьшению навески модифицированного кремнезема после выдержки в течение 60 мин в сушильном шкафу при температуре 150 °С. Потери массы при прокаливании определяли по уменьшению навески модифицированного кремнезема после выдержки в течение 60 мин в муфельной печи при температуре 550 °С. Гидрофобность определяли по ГОСТ Р 52129-2003.

Источники информации:

1. Патент РФ 2216512, МПК С 01В 33/12, С 01В 33/18, 2003.
2. А.с. СССР 1288191, МПК С 09С 3/12, 1987.
3. А.с. СССР 1114612, МПК С 01В 33/12, С 08К 9/06, 1984 (прототип).