



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109456178 A

(43)申请公布日 2019.03.12

(21)申请号 201811392265.5 *C01B 33/18*(2006.01)

(22)申请日 2018.11.21 *B82Y 30/00*(2011.01)

(71)申请人 常州大学 *B82Y 40/00*(2011.01)

地址 213164 江苏省常州市武进区滆湖路1号

申请人 常州善业新材料科技有限公司

(72)发明人 单玉华 孙婷婷 高远 郑梦阳
黄冲 蔡志祥 单炜韬 刘入强

(74)专利代理机构 常州市英诺创信专利代理事务所(普通合伙) 32258

代理人 谢新萍

(51)Int.Cl.

C07C 67/00(2006.01)

C07C 69/30(2006.01)

C07F 7/07(2006.01)

权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法

(57)摘要

本发明属于脂肪酸甘油酯合成和纳米粉体制备领域,涉及一种合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法,具体地说是涉及长链脂肪酸与甘油合成脂肪酸单甘酯,并联产纳米SiO₂的方法。发明的方法是:用四氯化硅与甘油进行反应,使甘油部分酯化,生成硅酸甘油酯。接着与脂肪酸发生酯化反应,生成脂肪酸硅酸甘油酯。最后利用硅酸酯的高活性(不稳定性),在温和条件下水解,合成高含量脂肪酸单甘酯,副产纳米态的SiO₂粉体。从而用简单的工艺,在温和的条件下,高选择性地得到脂肪酸单甘酯产品,并联产纳米SiO₂粉体。

1. 一种合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法,其特征在于:所述方法为:采用四氯化硅与甘油进行反应,生成硅酸甘油酯,接着与脂肪酸发生酯化反应,生成脂肪酸硅酸甘油酯,最后利用硅酸酯的高活性,在温和条件下水解,得到水解混合物,水解混合物用碱中和后,再经升温干燥后,趁热压滤,滤液为高含量的脂肪酸单甘酯产品,滤饼为纳米态的SiO₂凝胶,将滤饼用热水分散后,用压缩空气送入焚烧炉,经喷雾燃烧,从燃烧炉尾气收集SiO₂纳米粉体。

2. 如权利要求1所述的合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法,其特征在于:所述方法具体制备过程如下:

第一步、甘油的硅酯化:将甘油与四氯化硅按比例混合,并控制温度进行反应,至无副产物氯化氢放出结束反应,得到硅酸甘油酯;

第二步、脂肪酸酯化:向生成的硅酸甘油酯中,按比例加入脂肪酸,控制温度进行反应,反应过程中对反应物抽真空,及时除去反应生成的水,以促进酯化反应得到脂肪酸硅酸甘油酯;

第三步、硅酸酯水解:待脂肪酸酯化完成后,将反应物降温,向反应体系中加入水,利用硅酸酯的高活性,使硅酸酯优先水解,从而高选择性生成目的产物脂肪酸单甘酯,副产物为纳米SiO₂凝胶;

第四步、产物后处理:硅酸酯水解后,用碱将物料中和至pH=7,再用热水洗涤,以除去中和后生成的盐,水洗后的物料控温真空干燥,得到含SiO₂凝胶的脂肪酸单甘酯,接着将物料加热熔化后压滤,漏出高纯度的脂肪酸单甘酯产品;滤饼为纳米SiO₂凝胶,将滤饼置于热水中,其中夹带的脂肪酸单甘酯使纳米SiO₂凝胶很好地分散在热水中,形成纳米SiO₂凝胶浆料,最后用压缩空气将米SiO₂凝胶浆料送入焚烧炉,经喷雾燃烧,从燃烧炉尾气收集SiO₂纳米粉体。

3. 如权利要求2所述的合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法,其特征在于:所述的第一步硅酯化中,四氯化硅与甘油的摩尔比为:1:1.8~2.0;反应的温度范围是40~55℃。

4. 如权利要求2所述的合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法,其特征在于:所述的第二步脂肪酸酯化中,脂肪酸是碳数为10~22的饱和或不饱和脂肪酸;按照甘油和脂肪酸的摩尔比为1.0:1.0~1.2加入脂肪酸;脂肪酸与硅酸甘油酯的反应温度范围是90~140℃,以减压条件下没有水蒸出作为酯化反应的终点,真空度控制在-0.70~-0.4atm。

5. 如权利要求4所述的合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法,其特征在于:所述饱和脂肪酸为癸酸、月桂酸、豆蔻酸、棕榈酸、硬脂酸、花生酸、山嵛酸;不饱和脂肪酸为油酸。

6. 如权利要求2所述的合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法,其特征在于:所述的第三步硅酯水解中,控制水解温度范围在30~60℃,加入水的量是使甘油和水的摩尔比为1.0:3.0~5.0;水解时间控制在2~6小时。

7. 如权利要求2所述的合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法,其特征在于:所述的第四步产物后处理是:当水解反应结束后,用碳酸氢钠饱和溶液对物料进行中和至pH=7,中和后的物料用60~85℃的水洗涤3~5次,以除去生成的盐;水洗后的物料在40~60℃,-0.95~-0.7atm条件下干燥。

8. 如权利要求2所述的合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法,其特征在于:所述的第四步加热压滤分离SiO₂凝胶过程的操作温度是90~150℃,配制纳米SiO₂凝胶浆料用的是60~85℃的热水,热水用量为:滤饼:热水=1:2.5~4;喷雾燃烧使用的燃料为天然气或水煤气。

一种合成高含量脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的方法

技术领域

[0001] 本发明属于脂肪酸甘油酯合成和纳米粉体制备领域。涉及一种合成高含量脂肪酸单甘酯并联产纳米SiO₂的方法,具体地说是涉及长链脂肪酸与甘油合成脂肪酸单甘酯,并联产纳米SiO₂的方法。

背景技术

[0002] 长链脂肪酸单甘酯是重要的酯类,具有广泛的使用价值。如:月桂酸单甘酯可用作食品乳化剂、高效广谱的抑菌剂;硬脂酸单甘酯大量用作塑料的内润滑剂、抗静电剂。

[0003] 文献报道的脂肪酸单甘酯合成方法主要有:脂肪酸与过量甘油催化酯化法、化学基团保护酯化法、脂肪酶生物催化法。游利琴等报道用月桂酸与过量的甘油在磷钨酸催化下合成月桂酸单甘酯(游利琴等,广东化工,2011,9:273)。这样的方法合成的产品中单甘酯含量低(≈50%),需采用复杂的方法分离甘油和多酯化副产物。罗根祥等报道用硼酸保护法是先将硼酸与甘油中的两个羟基酯化,留下一个羟基与硬脂酸在SnCl₄催化下,生成单硬脂酸硼酸甘油酯,最后在稀盐酸作用下使硼酸酯水解,从而得到96%高含量的硬脂酸单甘酯(罗根祥等,抚顺石油学院学报,2001,21(2):22)。这样工艺的优点是可以得到高达96%含量的单甘酯,但由于硼酸的反应活性差,使得硼酸与甘油的酯化需在高达200℃左右进行,长时间反应,能耗高,还会引发甘油的自身副反应,所以产品收率不高,而且颜色深。另外,硼酸对生物体及人类都有毒害,所以在产品后续处理过程中要用复杂的工艺,严格地除去硼酸。石祖芸等报道用缩酮(或缩醛)保护法合成高纯度脂肪酸单甘酯(石祖芸等,化学反应工程与工艺,1995,11(2):208),但形成缩酮或缩醛的效率较低,后处理除酮(除醛)也较难,易引起脂肪酸酯基同时水解,而酮或醛对生物体有害,须严格除去。朱启思等报道用固定化脂肪酶催化合成红花籽油单甘酯(朱启思等,中国油脂,2010,35(4):37)。在50℃下反应8h,产品中单甘酯含量达63%。酶法反应温度低,产品外观色泽很好,但酶制剂成本高,易失活。

[0004] 纳米SiO₂具有优异的抗紫外线、抗老化性能,并能大幅提高材料力学性能,因而被广泛用于制备复合材料。纳米SiO₂还具有优异的表面效应,因而被广泛用作催化剂及药物载体、及功能材料。工业上一般采用四氯化硅气相沉积法、硅酸钠液相沉积法、及硅酸酯溶胶-凝胶法制备纳米SiO₂(郭谦,兰州大学博士学位论文,2018,6)。这些制备方法的缺陷同样是生产成本高、水用量大,并产生大量难以处理的废液。

发明内容

[0005] 本发明的目的是:提供一种新的合成脂肪酸单甘酯并联产纳米SiO₂的方法,以克服目前技术的缺陷。发明的方法是:用四氯化硅与甘油进行反应,使甘油部分酯化,生成硅酸甘油酯。接着与脂肪酸发生酯化反应,生成脂肪酸硅酸甘油酯。最后利用硅酸酯的高活性(不稳定性),在温和条件下水解,合成高含量脂肪酸单甘酯,联产纳米态的SiO₂凝胶。将水解混合物用碱中和、升温干燥、趁热压滤,滤液为高含量的脂肪酸单甘酯产品,滤饼为纳米

态的SiO₂凝胶。滤饼用热水分散后,用压缩空气送入焚烧炉,经喷雾燃烧,从燃烧炉尾气收集SiO₂纳米粉体。从而用简单的工艺,在温和的条件下,高选择性地得到脂肪酸单甘酯产品,并联产纳米SiO₂粉体。

[0006] 反应原理见附图1。

[0007] 本发明的具体技术方案如下:

[0008] 第一步甘油的硅酯化:将甘油与四氯化硅按一定比例混合,并控制适当温度反应,至无副产物氯化氢放出结束反应,得到硅酸甘油酯。

[0009] 第二步脂肪酸酯化:向生成的硅酸甘油酯中,按适量比例加入脂肪酸,控制适当温度反应一定时间,反应过程对反应物适当抽真空,以及时除去反应生成的水,以促进酯化反应得到脂肪酸硅酸甘油酯。

[0010] 第三步硅酸酯水解:待脂肪酸酯化完成后,将反应物降至适当温度(30~60℃),向反应体系加入适量的水,利用硅酸酯的高活性,使硅酸酯在一定时间内优先水解,从而高选择性生成目的产物脂肪酸单甘酯,副产物为纳米SiO₂凝胶。

[0011] 第四步产物后处理:硅酸酯水解后,用碱将物料中和至pH=7。再用热水洗涤数次,以除去中和后生成的盐。水洗后的物料控温真空干燥,得到含SiO₂凝胶的脂肪酸单甘酯。接着通过将物料加热熔化后压滤,漏出高纯度的脂肪酸单甘酯产品。滤饼主要为纳米SiO₂凝胶,将滤饼置于适量的热水中,其中夹带的5~10%的脂肪酸单甘酯恰帮助纳米SiO₂凝胶很好地分散在热水中,形成纳米SiO₂凝胶浆料。最后用压缩空气将纳米SiO₂凝胶浆料送入焚烧炉,经喷雾燃烧,从燃烧炉尾气收集SiO₂纳米粉体。

[0012] 第一步硅酯化中,四氯化硅与甘油自发发生醇解反应,生成硅酸甘油酯,无需催化剂和溶剂,其中,四氯化硅与甘油的摩尔比是:SiCl₄:甘油=1:1.8~2.0。反应合适的温度范围是40~55℃。反应过程中副产物HCl气体自动逸出,能够及时排出,至无HCl气体排出结束硅酯化反应。得到硅酸甘油酯,其中溶解残留少量的HCl。

[0013] 第二步脂肪酸酯化中,脂肪酸是碳数为10~22的饱和或不饱和脂肪酸,如癸酸(C10饱和脂肪酸)、月桂酸(C12饱和脂肪酸)、豆蔻酸(C14饱和脂肪酸)、棕榈酸(C16饱和脂肪酸)、硬脂酸(C18饱和脂肪酸)、花生酸(C20饱和脂肪酸)、山嵛酸(C22饱和脂肪酸)、油酸(C18不饱和脂肪酸)等。所述的加入脂肪酸的量是:甘油:脂肪酸=1.0:1.0~1.2(摩尔比)。第一步反应得到的硅酸甘油酯中溶解残留的HCl恰用于脂肪酸酯化反应的催化剂。脂肪酸与硅酸甘油酯的反应温度范围是90~140℃,以减压条件下没有水蒸出作为酯化反应的终点,真空度一般控制在-0.70~-0.4atm(表压)。

[0014] 第三步硅酯水解中,控制水解温度范围在30~60℃,加入水的量是使甘油:水=1.0:3.0~5.0(摩尔比)。水解时间控制在2~6小时。

[0015] 在脂肪酸硅酸甘油酯水解的过程中,未水解的脂肪酸硅酸甘油酯和水解生成的脂肪酸单甘酯,都对水解生成的二氧化硅凝胶起分散作用,从而形成纳米SiO₂凝胶,最终能够得到纳米二氧化硅。

[0016] 第四步产物后处理是:当水解反应结束后,用碳酸氢钠饱和溶液对物料进行中和至pH=7。中和后的物料用60~85℃的水洗涤3~5次,以除去生成的盐。水洗后的物料是在40~60℃,-0.95~-0.7atm(表压)条件下干燥。所述的加热压滤分离SiO₂凝胶过程的操作温度是90~150℃。配制纳米SiO₂凝胶浆料用的是60~85℃的热水,热水用量为:滤饼:热

水=1:2.5~4(重量)。喷雾燃烧使用燃料可以是天然气,也可以是水煤气(即一氧化碳和氢的混合气)。

[0017] 发明的效果:使用本发明的技术方案,产生的有益效果包括:

[0018] 1.以温和的方法制备硅酸酯,实现温和条件下对甘油的羟基的化学保护,副反应少,使最终产品脂肪酸单甘酯色泽好;

[0019] 2.硅酸甘油酯中溶解残留的6~8%的HCl恰好可用于催化脂肪酸的合成,不需外加催化剂,从而简化工艺,减少生产成本;

[0020] 3.本发明的方法所制得脂肪酸硅酸甘油酯中,脂肪酸酯与硅酯的水解活性差别大,硅酯优先水解,从而高选择性地得到脂肪酸单甘酯(含量 $\geq 95\%$)产品;

[0021] 4.水解过程中,未水解的脂肪酸甘油酯和水解生成的脂肪酸单甘酯,都对水解生成的SiO₂凝胶起分散作用,从而形成纳米SiO₂凝胶。

[0022] 5.滤饼夹带的5~10%的脂肪酸单甘酯恰帮助纳米SiO₂凝胶很好地分散在热水中,形成纳米SiO₂凝胶浆料,便于用喷雾燃烧法制备纳米SiO₂粉体。

附图说明

[0023] 图1为硅脂保护法合成脂肪酸单甘酯联产纳米SiO₂的原理图。

具体实施方式

[0024] 实施例1合成癸酸单甘酯,联产纳米SiO₂粉体。

[0025] 将1mol SiCl₄滴加到1.8mol甘油中,控制40℃反应至无HCl气体排出,得到硅酸甘油酯,其中,溶解残留8%重量的HCl。

[0026] 向上述硅酸甘油酯中加入1.8mol癸酸,在90℃、-0.7atm(表压)条件下反应6h,至基本无水蒸出,得到癸酸硅酸甘油酯。

[0027] 将得到的癸酸硅酸甘油酯冷却至30℃,向反应物料中加入97.2g(5.4mol)水,充分搅拌反应2小时,随后用饱和碳酸氢钠溶液将物料中和至pH=7.0,接着用60℃的水洗涤物料3次。水洗脱盐后的物料在40℃、-0.95atm(表压)条件下干燥。随后将物料加热至90℃,趁热压滤,滤液即为癸酸单甘酯产品,癸酸单甘酯含量为97.6%,室温冷却后外观为无色透明固体。

[0028] 将SiO₂凝胶滤饼(约含10%癸酸单甘酯)与60℃的热水按:滤饼:热水=1:2.5(重量比)在搅拌池打浆,用压缩空气喷雾送入天然气焚烧炉进行热处理,并烧去残留的癸酸单甘酯,从焚烧炉尾气回收到纳米SiO₂粉体,颗粒直径主要分布在40~85纳米。

[0029] 实施例2合成月桂酸单甘酯,联产纳米SiO₂粉体。

[0030] 将1mol SiCl₄滴加到1.9mol甘油中,控制45℃反应至无HCl气体排出,得到硅酸甘油酯,其中溶解残留7%重量的HCl。

[0031] 向上述硅酸甘油酯中加入1.98mol月桂酸,在100℃、-0.5atm(表压)条件下反应5h,至基本无水蒸出,得到月桂酸硅酸甘油酯。

[0032] 将得到的月桂酸硅酸甘油酯冷却至40℃,向反应物料中加入97.2g(5.4mol)水,充分搅拌反应2.5小时,随后用饱和碳酸氢钠溶液将物料中和至pH=7.0,接着用70℃的水洗涤物料4次。水洗脱盐后的物料在50℃、-0.85atm(表压)条件下干燥。随后将物料加热至

110℃,趁热压滤,滤液即为月桂酸单甘酯产品,月桂酸单甘酯含量为96.3%,室温冷却后外观为白色固体。

[0033] 将SiO₂凝胶滤饼(约含6%月桂酸单甘酯)与70℃的热水按:滤饼:热水=1:3(重量比)在搅拌池打浆,用压缩空气喷雾送入天然气焚烧炉进行热处理,并烧去残留的月桂酸单甘酯,从焚烧炉尾气回收到纳米SiO₂粉体,颗粒直径主要分布在55~90纳米。

[0034] 实施例3合成棕榈酸单甘酯,联产纳米SiO₂粉体。

[0035] 将1mol SiCl₄滴加到2.0mol甘油中,控制50℃反应至无HCl气体排出,得到硅酸甘油酯,其中溶解残留6%重量的HCl。

[0036] 向上述硅酸甘油酯中加入2.3mol棕榈酸,在120℃、-0.5atm(表压)条件下反应4.5h,至基本无水蒸出,得到棕榈酸硅酸甘油酯。

[0037] 将得到的棕榈酸硅酸甘油酯冷却至50℃,向反应物料中加入144g(8mol)水,充分搅拌反应2.5小时,随后用饱和碳酸氢钠溶液将物料中和至pH=7.0,接着用75℃的水洗涤物料5次。水洗脱盐后的物料在50℃、-0.8atm(表压)条件下干燥。随后将物料加热至130℃,趁热压滤,滤液即为棕榈酸单甘酯产品,棕榈酸单甘酯含量为95.4%,室温冷却后外观为白色固体。

[0038] 将SiO₂凝胶滤饼(约含6.5%棕榈酸单甘酯)与80℃的热水按:滤饼:热水=1:3.5(重量比)在搅拌池打浆,用压缩空气喷雾送入天然气焚烧炉进行热处理,并烧去残留的棕榈酸单甘酯,从焚烧炉尾气回收到纳米SiO₂粉体,颗粒直径主要分布在45~95纳米。

[0039] 实施例4合成硬脂酸单甘酯,联产纳米SiO₂粉体。

[0040] 将1mol SiCl₄滴加到2.0mol甘油中,控制55℃反应至无HCl气体排出,得到硅酸甘油酯,其中溶解残留6%重量的HCl。

[0041] 向上述硅酸甘油酯中加入2.4mol硬脂酸,在130℃、-0.4atm(表压)条件下反应4.0h,至基本无水蒸出,得到硬脂酸硅酸甘油酯。

[0042] 将得到的硬脂酸硅酸甘油酯冷却至60℃,向反应物料中加入180g(10mol)水,充分搅拌反应2.0小时,随后用饱和碳酸氢钠溶液将物料中和至pH=7.0,接着用85℃的水洗涤物料4次。水洗脱盐后的物料在60℃、-0.7atm(表压)条件下干燥。随后将物料加热至150℃,趁热压滤,滤液即为硬脂酸单甘酯产品,硬脂酸单甘酯含量为95.1%,室温冷却后外观为白色固体。

[0043] 将SiO₂凝胶滤饼(约含5%硬脂酸单甘酯)与85℃的热水按:滤饼:热水=1:4(重量比)在搅拌池打浆,用压缩空气喷雾送入天然气焚烧炉进行热处理,并烧去残留的硬脂酸单甘酯,从焚烧炉尾气回收到纳米SiO₂粉体,颗粒直径主要分布在35~100纳米。

[0044] 实施例5合成山嵛酸单甘酯,联产纳米SiO₂粉体。

[0045] 将1mol SiCl₄滴加到1.9mol甘油中,控制55℃反应至无HCl气体排出,得到硅酸甘油酯,其中溶解残留6%重量的HCl。

[0046] 向上述硅酸甘油酯中加入2.2mol山嵛酸,在140℃、-0.4atm(表压)条件下反应4.0h,至基本无水蒸出,得到山嵛酸硅酸甘油酯。

[0047] 将得到的山嵛酸硅酸甘油酯冷却至60℃,向反应物料中加入171g(9.5mol)水,充分搅拌反应2.0小时,随后用饱和碳酸氢钠溶液将物料中和至pH=7.0,接着用85℃的水洗涤物料4次。水洗脱盐后的物料在60℃、-0.7atm(表压)条件下干燥。随后将物料加热至150

℃,趁热压滤,滤液即为山嵛酸单甘酯产品,山嵛酸单甘酯含量为95.4%,室温冷却后外观为白色固体。

[0048] 将SiO₂凝胶滤饼(约含6%山嵛酸单甘酯)与85℃的热水按:滤饼:热水=1:4(重量比)在搅拌池打浆,用压缩空气喷雾送入天然气焚烧炉进行热处理,并烧去残留的硬脂酸单甘酯,从焚烧炉尾气回收到纳米SiO₂粉体,颗粒直径主要分布在35~90纳米。

[0049] 实施例6合成油酸单甘酯,联产纳米SiO₂粉体。

[0050] 将1mol SiCl₄滴加到1.9mol甘油中,控制65℃反应至无HCl气体排出,得到硅酸甘油酯,其中溶解残留6%重量的HCl。

[0051] 向上述硅酸甘油酯中加入2.2mol油酸,在120℃、-0.4atm(表压)条件下反应3.5h,至基本无水蒸出,得到油酸硅酸甘油酯。

[0052] 将得到的油酸硅酸甘油酯冷却至40℃,向反应物料中加入171g(9.5mol)水,充分搅拌反应2.0小时,随后用饱和碳酸氢钠溶液将物料中和至pH=7.0,接着用85℃的水洗涤物料4次。水洗脱盐后的物料在60℃、-0.7atm(表压)条件下干燥。随后将物料加热至125℃,趁热压滤,滤液即为油酸单甘酯产品,油酸单甘酯含量为96.8%,室温冷却后外观为白色固体。

[0053] 将SiO₂凝胶滤饼(约含6%油酸单甘酯)与75℃的热水按:滤饼:热水=1:4(重量比)在搅拌池打浆,用压缩空气喷雾送入水煤气焚烧炉进行热处理,并烧去残留的硬脂酸单甘酯,从焚烧炉尾气回收到纳米SiO₂粉体,颗粒直径主要分布在30~80纳米。

[0054] 对照例1硼酸酯保护法合成月桂酸单甘酯

[0055] 将1mol的硼酸与2.0mol的甘油混合,加入占反应物料重量1.0%的对甲苯磺酸作催化剂,控制85℃反应3小时,无水生成,表示在此温度不反应。随后,升温至220℃反应5.0小时至无水蒸出,得到硼酸甘油酯。

[0056] 向上述硼酸甘油酯中加入2.0mol月桂酸,在100℃、-0.9atm(表压)条件下反应4h,至基本无水蒸出,得到月桂酸硼酸甘油酯。

[0057] 将得到的月桂酸硼酸甘油酯冷却至40℃,向反应物料中加入90g重量浓度8%的盐酸,充分搅拌水解3.5h。随后用碳酸钠将物料中和至pH=7.0。接着用5℃的水洗涤5次,水洗后的物料在60℃、-0.9atm(表压)条件下干燥脱水。再将干燥后的物料加热至120℃,趁热压滤以滤去硼酸,滤液即为月桂酸单甘酯产品。室温冷却后外观为红棕色固体。月桂酸单甘酯的含量为93.8%(硼酯水解的同时,有少量月桂酸酯水解,造成产品纯度下降)。

[0058] 对照例2制备纳米SiO₂

[0059] 将1mol SiCl₄滴加到1080g水(60mol)和60mL浓盐酸(0.6mol)及8g 十二烷基磺酸铵(分散剂)组成的溶液中,控制50℃反应4小时,得到分散在水中的SiO₂凝胶。

[0060] 将得到的SiO₂水凝胶液室温老化4小时后,用压缩空气喷雾送入天然气焚烧炉进行热处理,并烧去残留的分散剂,从焚烧炉尾气回收到纳米SiO₂粉体,颗粒直径主要分布在80~125纳米。(制备过程使用大量的水,能耗高、三废量大;纳米SiO₂粉体粒径分布宽)。

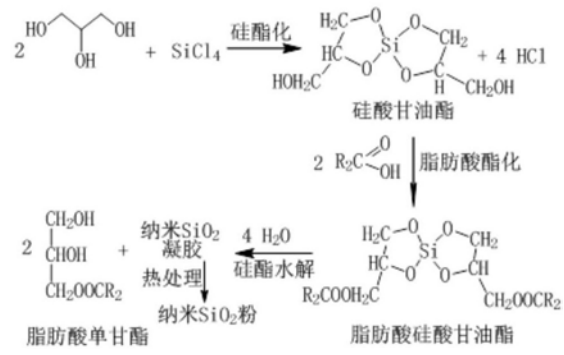


图1