



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0028333

(51)⁷ C01B 33/18; C09C 3/12; C09C 1/28

(13) B

(21) 1-2017-00845

(22) 08/12/2015

(86) PCT/JP2015/084377 08/12/2015

(87) WO 2016/093221 A1 16/06/2016

(30) 2014-250355 10/12/2014 JP

(45) 25/05/2021 398

(43) 25/05/2017 350A

(73) TOSOH SILICA CORPORATION (JP)

2-5-10, Shiba, Minato-ku, Tokyo 105-0014 Japan

(72) YOSHINAGA Masao (JP); FUKUNAGA Yusuke (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) SILIC OXIT KỶ NƯỚC VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT SILIC OXIT NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến silic oxit kỷ nước thu được bằng cách xử lý bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có sử dụng dầu silicon. Trong silic oxit kỷ nước này, (i) lượng dầu silicon được giải hấp trong toluen nhỏ hơn 0,2% tính theo khối lượng silic oxit kỷ nước, trong đó mức giải hấp có tốc độ giải hấp dầu silicon khi dầu silicon được phân tán ở nồng độ 2% trong toluen và sau 24 giờ ở nhiệt độ 20°C so với trước khi phân tán. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất silic oxit kỷ nước thu được bằng cách xử lý bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có sử dụng dầu silicon. Phương pháp này bao gồm bước phủ dầu silicon lên bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt với sự có mặt của hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh, sau đó đưa đến các điều kiện trong đó các nhóm silanol của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt và dầu silicon được phủ tạo thành các liên kết siloxan, và thu lấy silic oxit kỷ nước. Sáng chế đề cập đến silic oxit kỷ nước trong đó có thể làm giảm sự giải phóng và sự giải hấp các nhóm silanol từ bề mặt của silic oxit và làm giảm lượng dầu silicon không phản ứng, đồng thời duy trì được mức độ kỷ nước ở giá trị mong muốn sau quá trình xử lý kỷ nước, được biểu hiện bởi trị số M và mức hấp phụ đi-n-butylamin (DBA).

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến silic oxit kỵ nước và phương pháp sản xuất silic oxit kỵ nước này. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến silic oxit kỵ nước trong đó sự giải phóng dầu silicon được ức chế và phương pháp sản xuất silic oxit kỵ nước.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bột màu ưa nước mà có bề mặt được truyền tính kỵ nước bằng cách phủ hợp chất dimethylpolysiloxan kỵ nước (sau đây được gọi là “dầu silicon”) là ví dụ đã biết của chất nhuộm màu. Cụ thể, silic oxit kỵ nước tổng hợp bằng phương pháp ướt (sau đây được gọi là “silic oxit kỵ nước”) mà có bề mặt được làm cho không thấm nước bằng dầu silicon được sử dụng rộng rãi làm chất chống tạo bọt, chất làm mờ cho sơn, chất chống dính khối cho các màng mỏng, và các chất tương tự khác.

Khi được sử dụng cho sơn, silic oxit kỵ nước cải thiện khả năng đẩy nước của bề mặt của màng phủ ngoài khả năng che mờ thông thường, và có thể không chỉ tạo ra chức năng chống bám bẩn, chức năng chịu kiềm và chức năng chịu hóa chất mà còn có thể cải thiện đặc tính chống xước cho bề mặt của màng phủ. Bởi vì các đặc tính này, việc sử dụng silic oxit kỵ nước cho chất làm mờ cho sơn dẻo để phủ, cụ thể, các dụng cụ điện gia dụng và các thiết bị điện hiện nay đang gia tăng nhanh chóng.

Ngoài ra, khi được giảm đường kính hạt trung bình và được sử dụng cho các màng trong suốt và các tác nhân phủ bề mặt thủy tinh, silic oxit kỵ nước có vai trò tạo tính chống chói mắt ngoài các chức năng nêu trên (ví dụ, tài liệu sáng chế 1).

Khi silic oxit kỵ nước được sử dụng để độn nhựa và các vật liệu màng, bởi vì nó có sự hấp phụ ẩm thấp so với silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt chưa xử lý, silic oxit kỵ nước có ưu điểm xét về sự dễ xử lý, cũng như gia tăng

độ trong suốt, và do vậy đang được quan tâm.

Trong khi có thể tạo ra silic oxit kỵ nước có tính kỵ nước nhờ chỉ trộn dầu silicon và silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, làm nguyên liệu thô, các phương pháp khác đã được xem xét để cải thiện tính kỵ nước.

Ví dụ, trong tài liệu sáng chế 2, silic oxit kỵ nước thu được bằng cách phun dầu silicon có độ nhớt 50 centistoc (đơn vị: cSt-centistoke) vào axit silixic tổng hợp bằng phương pháp ướt và gia nhiệt phần thu được ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 250°C đến 350°C trong khoảng 1/2 đến 2 giờ.

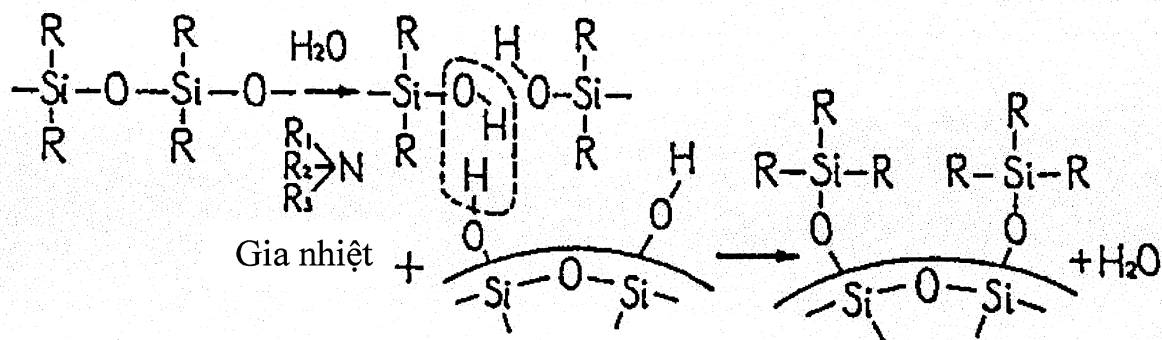
Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ phương pháp thu silic oxit kỵ nước cao trong đó silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt mà được bổ sung hydroxit của kim loại kiềm (natri hydroxit) được sử dụng làm chất xúc tác. Hơn nữa, tài liệu sáng chế 4 đề cập đến phương pháp trong đó amoniac hoặc amin được sử dụng làm chất xúc tác và quá trình xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ tương đối thấp nằm trong khoảng từ 60°C đến 150°C. Tài liệu sáng chế 5 đề cập đến phương pháp trong đó silic oxit chứa 0,5 phần trọng lượng của nhôm tính theo Al_2O_3 so với 100 phần trọng lượng của SiO_2 được sử dụng để truyền tính kỵ nước ở nhiệt độ thấp nằm trong khoảng từ nhiệt độ bình thường đến 100°C.

Các phương pháp nêu trên nhằm truyền tính kỵ nước cho silic oxit xử lý ướt ưa nước và cải thiện tính kỵ nước được tiến hành bằng cách phủ các nhóm silanol ưa nước ($-\text{SiOH}$) có trên bề mặt của silic oxit xử lý ướt bằng dầu silicon kỵ nước.

Hơn nữa, phương pháp tiên tiến đã biết để truyền tính kỵ nước là phương pháp trong đó vài liên kết siloxan ($-\text{Si-O-Si}-$) trong dầu silicon bị phá vỡ bởi quá trình như gia nhiệt, và phần thu được được đem đi loại nước/ngưng tụ với các nhóm silanol của silic oxit xử lý ướt để tạo thành các liên kết hóa học. Cụ thể, đã cho rằng bề mặt được làm cho kỵ nước nhờ phản ứng được thể hiện trên Fig. 1.

[Công thức hóa học 1]

Phản ứng giữa polysiloxan và silic oxit



Để phát hiện mức độ kỵ nước của bề mặt của silic oxit kỵ nước, mức hấp phụ DBA (đi-n-butylamin) và trị số M được sử dụng.

Nguyên lý biểu hiện mức độ kỵ nước bởi mức hấp phụ DBA (đơn vị; $\text{m}\cdot\text{mol/kg}$) được giải thích dưới đây.

Silic oxit thường (silic oxit trước khi trở thành kỵ nước) có lượng lớn các nhóm silanol trên bề mặt của nó. DBA được hấp phụ nhờ liên kết ion với các nhóm silanol trên bề mặt của các hạt silic oxit. Silic oxit kỵ nước được xử lý bề mặt có các nhóm silanol trên bề mặt của nó mà được phủ bằng dầu silicon hoặc được loại bỏ sau phản ứng. Nếu silic oxit kỵ nước vẫn còn nhóm silanol trên bề mặt của nó, DBA liên kết với nhóm này, và lượng các nhóm silanol còn lại có thể được xác định từ lượng DBA đã liên kết. Do vậy, mức hấp phụ DBA được sử dụng để chỉ mức độ kỵ nước của silic oxit. Mức hấp phụ DBA thấp có nghĩa là các nhóm silanol được chuyển hóa thành các liên kết siloxan và điều đó có nghĩa là tính kỵ nước cao.

Đồng thời, trị số M là nồng độ của metanol được tính theo % thể tích của dung dịch hỗn hợp của nước và metanol trong đó bột cần được xử lý bắt đầu bị làm ướt. Trị số M càng cao nghĩa là mức độ kỵ nước cũng càng cao (giá trị cực đại là khoảng 70%).

Mặc dù cả trị số DBA và trị số M đều thể hiện trạng thái kỵ nước của silic oxit kỵ nước, các trị số này không thể hiện mối tương quan duy nhất. Ví dụ, silic oxit kỵ nước thu được bằng cách chỉ trộn silic oxit ưa nước với lượng lớn của dầu silicon hoặc silic oxit kỵ nước thu được bằng cách chỉ xử lý bề mặt của

các chất kết tụ để truyền tính kỵ nước có lượng lớn các nhóm silanol còn lại, và như vậy thể hiện mức hấp phụ DBA cao. Tuy nhiên, vì bề mặt của silic oxit được phủ dầu silicon, silic oxit kỵ nước có trị số M cao. Để hiểu rõ tình trạng kỵ nước của silic oxit kỵ nước, tốt hơn là kiểm soát cả trị số DBA và trị số M.

Silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt được sử dụng làm nguyên liệu khởi đầu được tổng hợp nhờ phản ứng trung hòa của natri silicat và axit vô cơ và thường được phân loại vào silic oxit tổng hợp theo quá trình kết tủa mà được tổng hợp trong vùng kiềm và silic oxit tổng hợp theo quá trình tạo gel mà được tổng hợp trong vùng axit.

Danh mục tài liệu đối chứng

Tài liệu sáng chế (PTL-Patent Literature)

[PTL 1] Patent Nhật Bản số 3504338

[PTL 2] Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số S42-26179

[PTL 3] Đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số S47-12770

[PTL 4] Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số S57-2641

[PTL 5] Đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số H6-316408

[PTL 6] Đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số H8-176462

Toàn bộ nội dung của tài liệu sáng chế 1 đến tài liệu sáng chế 6 được kết hợp vào bản mô tả để tham khảo.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật cần giải quyết

Hiện nay, do sự đa dạng hóa về nhu cầu của người sử dụng và chức năng hóa cao của silic oxit kỵ nước, có nhiều trường hợp không thể áp dụng các kỹ thuật thông thường được nữa.

Ví dụ, khi silic oxit kỵ nước được sử dụng cho chất làm mờ cho sơn, như nêu trên, có khả năng truyền chức năng chống bám bẩn, chức năng chịu kiềm, chức năng chịu hóa chất và đặc tính chống xước. Tuy nhiên, nảy sinh vấn đề

trong đó sự giải hấp dầu không phản ứng trên bề mặt của màng phủ xảy ra khi màng phủ như sơn được tạo ra và hóa rắn, do đó gây ra cái gọi là tính không đều màu.

Về lĩnh vực màng, cũng có các vấn đề trong đó, khi màng được phủ silic oxit kỵ nước và sau đó được quán lại, dầu silicon được phóng thích trong khi quán bị chuyển sang mặt sau của màng, do đó gây ra sự bám bẩn.

Tương tự, khi silic oxit kỵ nước được sử dụng làm chất chống dính khối cho màng, trong khi độ trong suốt được cải thiện, đây là một ưu điểm, màng có vài phần mà có các trị số độ mờ khác nhau do sự mất màu dầu silicon, gây ra vấn đề là làm giảm chất lượng của toàn bộ màng.

Các hiện tượng này là hậu quả của sự mất màu dầu silicon không phản ứng còn lại, điều này cho thấy rằng không phải tất cả các nhóm silanol trên bề mặt của silic oxit đều được liên kết với dầu silicon.

Đồng thời, tất cả các silic oxit kỵ nước gây ra các vấn đề nêu trên có trị số M cao và mức hấp phụ DBA đủ thấp, và khi trị số M và mức hấp phụ DBA được sử dụng làm chỉ số chỉ thị, có thể cho rằng các silic oxit kỵ nước này có mức kỵ nước cao. Tuy nhiên, việc chỉ sử dụng trị số M và mức hấp phụ DBA được cho là không đủ để xác định lượng dầu silicon không phản ứng mà ảnh hưởng đến công năng của silic oxit kỵ nước. Hơn nữa, khi định làm giảm lượng dầu silicon không phản ứng, điều này sẽ dẫn đến quá trình gia nhiệt trong thời gian dài hơn, đây là điều bất lợi đối với sự sản xuất thương mại.

Để giải quyết vấn đề nêu trên, các tác giả sáng chế đã xem xét phương pháp trong đó lượng dầu silicon được sử dụng cho quy trình này được giảm. Tuy nhiên, phương pháp này làm tính kỵ nước không đủ và, hơn nữa, vấn đề tồn tại vẫn chưa được giải quyết bởi vì dầu silicon không phản ứng luôn có mặt ngay cả khi các phương pháp thông thường được tận dụng theo cách tốt nhất (ví dụ, ngay cả khi các điều kiện gia nhiệt được điều chỉnh). Ví dụ, các tác giả sáng chế đã thử tạo ra tính kỵ nước riêng phần như được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 6. Tuy nhiên, việc đạt được sự giảm lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý

không dẫn đến sự giảm thành phần được giải hấp, tức là, dầu silicon không phản ứng, như vậy không giải quyết được vấn đề nêu trên.

Các tác giả sáng chế cũng xem xét phương pháp khác trong đó dầu silicon có trọng lượng phân tử lớn được chọn để làm giảm số phân tử trên trọng lượng đơn vị và làm giảm lượng dầu silicon không phản ứng. Tuy nhiên, dầu silicon có trọng lượng phân tử lớn thường có độ nhớt cao, như vậy khó trộn đều dầu silicon với silic oxit.

Trong số các giải pháp kỹ thuật được nêu ở trên, ở các phương pháp trong đó axit silixic tổng hợp bằng phương pháp ướt được bổ sung hydroxit của kim loại kiềm, amoniac hoặc amin được sử dụng làm chất xúc tác, như trong các tài liệu sáng chế 3 và 4, có vấn đề là tính năng ổn định không được biểu hiện đầy đủ, bởi vì silic oxit trong trường hợp này trở thành kiềm và silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, mà nhạy với kiềm, có các đặc tính bề mặt của nó thay đổi theo thời gian, như được làm ví dụ cho sự giảm diện tích bề mặt riêng.

Phương pháp được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 5 là có lợi bởi vì quá trình xử lý bề mặt có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp. Tuy nhiên, mục đích của phương pháp này là cải thiện trị số M và trị số DBA, và silic oxit kỵ nước được xử lý bằng phương pháp này có xu hướng gia tăng mức giải hấp dầu silicon, trái với mong muốn.

Trong khi nghiên cứu các phương thức khác, đã nhận thấy rằng, khi tiến hành quá trình xử lý nhiệt kéo dài 6 giờ hoặc hơn nữa ở nhiệt độ cao nằm trong khoảng từ 350°C đến 400°C để hoàn thành các liên kết hóa học giữa dầu silicon và các nhóm silanol, mức giải hấp dầu silicon có thể được giảm. Tuy nhiên, có thể không thu được các đặc tính mong muốn bởi vì một phần của dầu silicon bị phân hủy và bị thoái biến do xử lý nhiệt. Hơn nữa, quá trình xử lý trong thời gian dài ở nhiệt độ cao là không thực tế bởi vì nó sẽ chỉ dẫn đến sự suy giảm đáng kể hiệu quả sản xuất và gia tăng chi phí.

Nói chung, các hạt silic oxit của bột ban đầu có diện tích bề mặt riêng BET cao và có các lỗ nhỏ. Ngoài ra, cỡ hạt là ở mức vài micron. Do vậy, khó xử

lý đồng đều dầu silicon có tính nhớt ở mức độ phân tử, và không thể ngăn chặn hiệu quả sự sinh ra dầu silicon được giải phóng bất kỳ phương pháp thông thường.

Như vậy, các tác giả sáng chế đã tiến hành các nghiên cứu sâu rộng để tạo ra silic oxit kỵ nước, mà có các giá trị mong muốn về mức độ kỵ nước được biểu hiện bởi trị số M và mức hấp phụ DBA sau quá trình xử lý truyền tính kỵ nước, và có khả năng làm giảm dầu silicon mà không phản ứng với các nhóm silanol trên bề mặt của silic oxit và sẽ được giải phóng và giải hấp.

Cách thức giải quyết vấn đề

Kết quả là, các tác giả sáng chế đã nhận thấy rằng bằng cách gắn hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh, cụ thể là natri sulfat, trên bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, muối trung tính biểu hiện tác dụng xúc tác cho quá trình hình thành các liên kết siloxan giữa các nhóm silanol và dầu silicon, và nhờ quá trình xử lý ở nhiệt độ tương đối thấp, dẫn đến hiệu quả làm giảm đáng kể dầu silicon được giải phóng, mà đây là hiệu quả khó đạt được với kỹ thuật thông thường. Kết quả là, các tác giả sáng chế đã phát triển một cách hiệu quả và thành công silic oxit kỵ nước có sự giảm mức giải hấp dầu silicon ở nhiệt độ thấp và trong thời gian ngắn, nhờ đó hoàn thành sáng chế.

Sáng chế được mô tả như sau:

[1] Silic oxit kỵ nước mà là silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có bề mặt được xử lý với dầu silicon, trong đó

silic oxit kỵ nước

(i) có mức giải hấp dầu silicon trong toluen nhỏ hơn 0,2% so với khối lượng của silic oxit kỵ nước, với điều kiện là sự giải hấp có tốc độ giải hấp dầu silicon đạt được bằng cách so sánh mức giải hấp từ silic oxit kỵ nước được phân tán ở nồng độ 2% trong toluen ở 20°C trong 24 giờ với mức giải hấp trước khi phân tán.

[2] Silic oxit kỵ nước theo mục [1], trong đó silic oxit kỵ nước có hàm lượng

thành phần natri nằm trong khoảng từ 0,20 đến 1,20% trọng lượng tính theo Na_2O và hàm lượng thành phần lưu huỳnh nằm trong khoảng từ 0,25 đến 1,30% trọng lượng tính theo SO_3 .

[3] Silic oxit kỵ nước theo mục [1] hoặc [2], trong đó lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý là 3 phần đến 9 phần trên $100\text{m}^2/\text{g}$ của diện tích bề mặt riêng BET của nguyên liệu khởi đầu silic oxit.

[4] Silic oxit kỵ nước theo mục [1] hoặc [2], trong đó

(ii) trị số M là bằng hoặc lớn hơn 20%, và/hoặc

(iii) mức hấp phụ DBA là nhỏ hơn $100\text{ m}\cdot\text{mol}/\text{kg}$.

[5] Phương pháp sản xuất silic oxit kỵ nước mà là silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có bề mặt được xử lý với dầu silicon, bao gồm bước:

phủ bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt với dầu silicon, trên bề mặt của silic oxit này có mặt hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh, và sau đó thu silic oxit kỵ nước bằng cách đem dầu silicon được phủ đến điều kiện trong đó dầu silicon được phủ và nhóm silanol của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt tạo thành liên kết siloxan.

[6] Phương pháp sản xuất theo mục [5], trong đó hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh là natri sulfat, natri clorua, kali sulfat, kali clorua hoặc hỗn hợp của chúng.

[7] Phương pháp sản xuất theo mục [5] hoặc [6], trong đó lượng hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh có mặt trên bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt nằm trong khoảng từ 0,3 đến 3,0%.

[8] Phương pháp sản xuất theo mục bất kỳ trong số các mục từ [5] đến [7], trong đó silic oxit kỵ nước có mức giải hấp dầu silicon trong toluen nhỏ hơn 0,2% so với khối lượng của silic oxit kỵ nước, với điều kiện là mức giải hấp có tốc độ giải hấp dầu silicon đạt được bằng cách so sánh mức giải hấp từ silic oxit kỵ nước được phân tán ở nồng độ 2% trong toluen ở 20°C trong 24 giờ với mức giải hấp trước khi phân tán.

[9] Phương pháp sản xuất theo mục bất kỳ trong số các mục từ [5] đến [7], trong đó silic oxit kỵ nước có

(i) trị số M bằng hoặc lớn hơn 20%, và/hoặc

(ii) mức hấp phụ DBA nhỏ hơn 100 m·mol/kg.

[10] Phương pháp sản xuất theo mục bất kỳ trong số các mục từ [5] đến [9], trong đó dầu silicon có độ nhớt động học bằng hoặc nhỏ hơn 500 centistoc.

Mô tả chi tiết sáng chế

Silic oxit kỵ nước theo sáng chế

Silic oxit kỵ nước theo sáng chế là silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có bề mặt được xử lý với dầu silicon và đáp ứng điều kiện (i) sau đây:

(i) mức giải hấp dầu silicon trong toluen nhỏ hơn 0,2% so với khối lượng của silic oxit kỵ nước, với điều kiện là mức giải hấp có tốc độ giải hấp dầu silicon đạt được bằng cách so sánh mức giải hấp từ silic oxit kỵ nước được phân tán ở nồng độ 2% trong toluen ở 20°C trong 24 giờ với mức giải hấp trước khi phân tán.

Mức giải hấp dầu silicon

Silic oxit kỵ nước theo sáng chế có mức giải hấp dầu silicon trong dung dịch toluen nhỏ hơn 0,2% khi silic oxit kỵ nước được phân tán trong dung dịch toluen ở nồng độ 2% ở nhiệt độ bình thường trong 24 giờ và được so sánh với mức giải hấp trước khi phân tán tính theo toàn bộ lượng silic oxit kỵ nước. Khi mức giải hấp bằng hoặc lớn hơn 0,2%, có thể nảy sinh các vấn đề khác nhau được nêu ở trên, cụ thể là sự suy giảm các đặc tính mất màu của dầu như tính không đều màu được gây ra bởi sự giải hấp dầu không phản ứng trên bề mặt của màng phủ sau khi hình thành và hóa rắn màng phủ như sơn, và bám bẩn của màng thu được sau khi phủ màng do sự truyền dầu silicon đã giải phóng lên mặt sau của màng trong khi quấn. Để giải quyết hoàn toàn các vấn đề này, tốt hơn là mức giải hấp dầu silicon nhỏ hơn 0,15%, tốt hơn nữa là bằng hoặc nhỏ hơn 0,10% và tốt hơn nữa là bằng hoặc nhỏ hơn 0,08%.

Khó phân tích mức giải hấp dầu silicon khi silic oxit kỵ nước được phân tán trong sơn, v.v., hoặc được trộn với nhựa theo cách trực tiếp; tuy nhiên, bằng cách chọn phương pháp trong đó silic oxit kỵ nước được phân tán trong dung môi toluen và lượng dầu silicon được giải hấp trong toluen được xác định sau 24 giờ, lượng dầu silicon không phản ứng có thể được xác định dễ dàng và chính xác.

Silic oxit kỵ nước theo sáng chế là silic oxit kỵ nước đáp ứng điều kiện (i) nêu trên, trong đó silic oxit kỵ nước tốt hơn nữa là đáp ứng các điều kiện (ii) và/hoặc (iii) sau đây:

(ii) trị số M là bằng hoặc lớn hơn 20%.

(iii) mức hấp phụ DBA nhỏ hơn 100 m·mol/kg.

Tình trạng xử lý bề mặt của silic oxit kỵ nước có thể được thể hiện bởi mức hấp phụ DBA và trị số M như nêu trên, và silic oxit kỵ nước theo sáng chế tốt hơn là có trị số M bằng hoặc lớn hơn 20% và mức hấp phụ DBA nhỏ hơn 100 m·mol/kg để thỏa mãn các đặc tính vật lý thông thường của silic oxit kỵ nước.

Trị số M

Khi trị số M, mà được thể hiện bằng % thể tích của metanol của dung dịch hỗn hợp của nước và metanol trong đó bột được xử lý bắt đầu được làm ướt, nhỏ hơn 20%, điều này cho biết rằng silic oxit có mức độ kỵ nước thấp (vẫn còn các nhóm ưa nước), và như vậy trị số M tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 20%. Tốt hơn nữa là, silic oxit kỵ nước theo sáng chế có trị số M bằng hoặc lớn hơn 40% và vẫn tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 55%.

Mức hấp phụ DBA

Khi mức hấp phụ DBA, là lượng của các nhóm silanol còn lại (các nhóm ưa nước) trên bề mặt của nguyên liệu khởi đầu, tức là silic oxit ưa nước, là bằng hoặc lớn hơn 100m·mol/kg, điều này cho biết rằng silic oxit kỵ nước vẫn còn có nhiều nhóm ưa nước (điều này hay xảy ra khi quá trình xử lý nhiệt được nêu

dưới đây là không đủ và gây ra sự giải hấp dầu silicon). Khi mức hấp phụ DBA nhỏ hơn $100\text{m}\cdot\text{mol/kg}$, silic oxit kỵ nước không được hấp phụ lên trên các chất nhuộm màu hoặc các tác nhân hóa rắn do sự tương tác giữa các nhóm ưa nước khi silic oxit kỵ nước được phân tán trong sơn chứa dung môi, và silic oxit kỵ nước không gây ra các nhược điểm như sự gia tăng độ nhớt bất thường ngay sau khi phân tán hoặc tạo ra sự kết tụ khi silic oxit kỵ nước được trộn với nhựa. Tốt hơn nữa là, silic oxit kỵ nước theo sáng chế có mức hấp phụ DBA nhỏ hơn $60\text{m}\cdot\text{mol/kg}$ và vẫn tốt hơn nữa là nhỏ hơn $20\text{m}\cdot\text{mol/kg}$.

Loại và các đặc tính vật lý của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ươm được sử dụng cho sáng chế không bị giới hạn một cách cụ thể. Silic oxit thu được bằng quá trình kết tủa và silic oxit thu được bằng quá trình tạo gel đều có thể được sử dụng mà không gây ra các vấn đề gì.

Nói chung, silic oxit thu được bằng quá trình kết tủa có diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 20 đến $300\text{m}^2/\text{g}$ và silic oxit thu được bằng quá trình tạo gel có diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 250 đến $700\text{m}^2/\text{g}$. Tuy nhiên, khi silic oxit được làm cho kỵ nước, lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý phải là từ 3 đến 9 phần trên $100\text{m}^2/\text{g}$ của diện tích bề mặt riêng BET. Ví dụ, khi silic oxit có diện tích bề mặt riêng BET là $300\text{m}^2/\text{g}$, lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý là từ 9 đến 27 phần.

Silic oxit kỵ nước theo sáng chế nhằm ngăn sự giải hấp dầu silicon, và như vậy bề mặt của nó có thể không hoàn toàn kỵ nước và lượng cần thiết được sử dụng cho quá trình xử lý có thể được chọn theo ứng dụng miễn là lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý nằm trong khoảng từ 3 đến 9 phần trên $100\text{m}^2/\text{g}$ diện tích bề mặt riêng BET. Thông thường, lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý càng thấp thì trạng thái kỵ nước của bề mặt silic oxit càng không hoàn hảo và, ngược lại, lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý càng cao thì trạng thái kỵ nước càng tốt hơn. Khi lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý là bằng hoặc lớn hơn 3 phần trên $100\text{m}^2/\text{g}$ diện tích bề mặt riêng BET, mức độ kỵ nước bị giảm, và như vậy không thể đạt được

đầy đủ tác dụng của silic oxit kỵ nước. Mặt khác, khi lượng được sử dụng cho quá trình xử lý là bằng hoặc nhỏ hơn 9 phần, không có dầu silicon dư xét trên bề mặt silic oxit và có đủ các nhóm silanol trên bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt để liên kết với các phân tử dầu silicon, dẫn đến sự giảm lượng dầu silicon không phản ứng còn lại và như vậy làm giảm mức sự giải hấp, nhờ đó đạt được mục đích của sáng chế. Tốt hơn là lượng này nằm trong khoảng từ 4 phần đến 8 phần xét theo $100\text{m}^2/\text{g}$ diện tích bề mặt riêng BET và lượng được sử dụng cho quá trình xử lý có thể được thay đổi trong khoảng này tùy theo ứng dụng và mục đích.

Vì silic oxit kỵ nước theo sáng chế được sử dụng cho các lớp phủ bao gồm sơn và chất dính kết, chất độn nhựa và chất chống dính khối cho màng, silic oxit kỵ nước có thể được sử dụng theo các cách khác nhau cho các mục đích khác nhau, tương tự với silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt chưa được xử lý, nằm trong khoảng đường kính hạt trung bình theo phương pháp laze từ 1 đến $15\mu\text{m}$. Silic oxit kỵ nước có đường kính trung bình nhỏ được sử dụng rộng rãi cho các lĩnh vực mà cần có khả năng che mờ tinh tế như sự che mờ của sơn sạch và sự che mờ của sơn cho chất dẻo và chất độn nhựa và chất chống dính khối cho màng mà cần tiếp tục gia tăng độ trong suốt. Silic oxit kỵ nước có đường kính hạt lớn được sử dụng rộng rãi cho các lĩnh vực mà cần có khả năng che mờ cao như sự che mờ của sơn kim loại và sơn cho vật liệu xây dựng. Đường kính hạt trung bình thường được điều chỉnh bằng cách nghiền và phân loại và có thể được điều chỉnh ở giai đoạn nguyên liệu khởi đầu hoặc sau khi xử lý kỵ nước hoặc kết hợp các giai đoạn này.

Silic oxit có đường kính hạt mong muốn có thể được tạo ra một cách chính xác bằng cách điều chỉnh đường kính hạt đến mức độ cụ thể ở giai đoạn nguyên liệu khởi đầu và điều chỉnh cỡ hạt bằng sự điều chỉnh tinh sau quá trình xử lý kỵ nước.

Dầu silicon được sử dụng cho sáng chế không bị giới hạn một cách cụ thể miễn là dầu silicon có thể được trộn với silic oxit tổng hợp bằng phương

pháp ướ́t. Thông thường, dầu đimetyl silicon hiện có bán trên thị trường (còn được gọi là dầu silicon mạch thẳng) chỉ có các nhóm metyl và nhóm phenyl được sử dụng. Dầu silicon cải biến có phần tử thể hữu cơ trên nguyên tử silic có thể được sử dụng như một sự lựa chọn. Các ví dụ cụ thể về phần tử thể bao gồm các nhóm polyete, epoxy, amin và carboxyl và các dầu silicon cải biến khác hiện có bán trên thị trường. Các ví dụ về các sản phẩm dầu silicon cải biến bao gồm các sản phẩm sau đây.

Dầu silicon cải biến do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất:

KF-868, 865, 859, 393, 250, 889, 2001, 2004, 99, 9901, 8010, 8012, 8008, 105, 6000, 6001, 6002, 6003, 6123, 2200, 9701, 2012, 857, 8001, 858, 351A, 353, 354L, 355A, 945, 640, 642, 643, 644, 6020, 6204, 6011, 6015, 6017, 412, 413, 414, 4003, 4917, 7235B, 50, 53, 54, 54SS, X-22-343, 2000, 2046, 4741, 4039, 4015, 161A, 161B, 9490, 163, 163A, 163B, 163C, 169AS, 169B, 164, 164AS, 164A, 164B, 164C, 164E, 4952, 4272, 167B, 167C, 162C, 5841, 2445, 1602, 168AS, 168A, 168B, 173BX, 173DX, 170BX, 170DX, 176DX, 176GX-A, 174ASX, 174BX, 2426, 2475, 3710, 2516, 821, 822, 7322 và 3265;

Dầu silicon cải biến do Dow Corning Toray Co., Ltd. sản xuất:

SF 8417, BY 16-205, BY 16-213, BY 16-871, BY 16-893, SF 8411, BY 16-880, SF 8427, BY 16-201, SF 8428, BY 16-846, SF 8419, FS 1265, SH 510, SH 550, SH 710, SH 8400, FZ-77 và L-7604;

Dầu silicon cải biến do Momentive Performance Materials Inc. sản xuất:

TSF4440, 4441, 4445, 4446, 4452, 4460, 4700, 4701 và XF42-B0970;
và

Dầu silicon cải biến do Wacker Chemie AG sản xuất:

L03, 033, 066, L653, 655, 656, 662, WT1250, 65000VP, AP100, 150, 200, 500, AR20 và 200.

Khi dầu silicon có trọng lượng phân tử lớn và độ nhớt cao được trộn với silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướ́t có tỷ trọng khối thấp, thiết bị được

yêu cầu như pha loãng dầu silicon trong dung môi và tương tự. Do vậy, thường ưu tiên sử dụng dầu silicon có độ nhớt tương đối thấp như bằng hoặc nhỏ hơn 500 centistoc (500cSt). Các ví dụ về dầu silicon có độ nhớt động học bằng hoặc nhỏ hơn 500 centistoc bao gồm các sản phẩm sau đây.

Dầu silicon do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất:

KF-96-10cs, 20cs, 30cs, 50cs, 100cs, 200cs, 300cs, 350cs và 500cs;

Dầu silicon do Dow Corning Toray Co., Ltd. sản xuất:

SH200-0.65cs, 1cs, 1.5cs, 2cs, 3cs, 5cs, 10cs, 20cs, 50cs, 100cs, 200cs, 350cs và 500cs;

Dầu silicon do Momentive Performance Materials Inc. sản xuất:

TSF451-0.65, 5A, 10, 20, 30, 50, 100, 200, 300, 350 và 500; và

Dầu silicon do Wacker Chemie AG sản xuất:

AK0.65, 1, 10, 35, 50, 100, 350 và 500.

Phương pháp sản xuất silic oxit kỵ nước theo sáng chế

Sáng chế bao hàm phương pháp sản xuất silic oxit kỵ nước mà là silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có bề mặt được xử lý với dầu silicon. Phương pháp sản xuất này bao gồm bước phủ dầu silicon lên bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt trên đó có mặt hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh, và sau đó thu silic oxit kỵ nước bằng cách đem dầu silicon được phủ đến điều kiện trong đó dầu silicon được phủ và nhóm silanol của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt tạo thành liên kết siloxan.

Trước khi xử lý bề mặt bằng dầu silicon, bột ban đầu, nghĩa là, silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, được đem đi xử lý sơ bộ như bổ sung hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh (nghĩa là, nguyên liệu đóng vai trò làm chất xúc tác) như thành phần natri sulfat (Na_2SO_4). Các ví dụ về hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh bao gồm natri clorua, kali sulfat, kali clorua và các hỗn hợp của nó, ngoài natri sulfat. Lượng hợp chất muối trung tính

kiểu axit mạnh/bazơ mạnh có trên bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt tốt hơn là nằm trong khoảng, ví dụ, từ 0,3 đến 3,0%. Phương pháp xử lý sơ bộ không bị giới hạn một cách cụ thể; sau phản ứng tổng hợp silic oxit, silic oxit có thể được rửa với nước cho đến khi lượng sản phẩm phụ phản ứng, natri sulfat (Na_2SO_4), đạt đến mức cụ thể, sau đó điều chỉnh độ pH trước khi sử dụng. Các ví dụ khác bao gồm phương pháp trong đó lượng cụ thể của natri sulfat (Na_2SO_4) được bổ sung vào silic oxit ở dạng huyền phù đặc sau khi rửa với nước và độ pH được tùy ý điều chỉnh bằng kiềm như natri hydroxit (NaOH) và phương pháp trong đó chỉ một lượng cụ thể của axit sulfuric (H_2SO_4) được bổ sung vào huyền phù đặc của silic oxit và sau đó độ pH được điều chỉnh bằng natri hydroxit (NaOH).

Tiếp theo, sau các bước sấy khô, nghiền và phân loại, thu được silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có đường kính hạt mong muốn. Thành phần Na và thành phần S trong bột ban đầu, nghĩa là, silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, được điều chỉnh đến khoảng 0,3 đến 1,4% trọng lượng tính theo Na_2O và khoảng 0,36 đến 1,44% trọng lượng tính theo SO_3 . Các giá trị này thể hiện lượng tạp chất trong bột ban đầu và như vậy là khác với lượng tạp chất có trong sản phẩm sau cùng, silic oxit kỵ nước. Khi lượng Na_2O là thấp, tác dụng dưới dạng chất xúc tác cũng là thấp. Ngược lại, khi lượng này là cao, không chỉ làm gia tăng hiệu quả xúc tác nhiều đến mức không mong muốn mà còn là không có lợi vì làm cho silic oxit chứa lượng lớn các muối. S và SO_3 là các chất axit để ngăn chặn độ bazơ do Na và các thành phần với lượng nằm trong khoảng nêu trên có thể ngăn chặn độ bazơ.

Khi bột ban đầu, nghĩa là silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, được xử lý sơ bộ chỉ với thành phần kiềm như natri hydroxit (NaOH) hoặc được xử lý sơ bộ chỉ với thành phần axit như axit sulfuric (H_2SO_4), điều này là không thích hợp bởi vì thành phần silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt trở nên có tính kiềm hoặc tính axit, và như vậy nhất thiết là phải có mặt cả hai thành phần để làm cân bằng và độ pH là khoảng độ pH trung tính. Bột ban đầu, tức là silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, tốt hơn là có độ pH nằm trong khoảng độ

pH trung tính, 5,5 đến 8,0 xét theo ứng dụng và mục đích. Khi độ pH là ở độ pH kiềm mạnh, bề mặt của silic oxit bị thoái biến và bị biến đổi, dẫn đến các vấn đề khác nằm ngoài mục đích nghiên cứu của sáng chế, và như vậy, điều này là không thích hợp.

Silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có thể chứa tạp chất nhôm có nguồn gốc từ các nguyên liệu khởi đầu bao gồm các quặng khoáng tự nhiên. Khi silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt chứa lượng lớn nhôm dưới dạng tạp chất trong đó, thấy rằng hiệu quả xúc tác có xu hướng giảm, lý do dẫn đến việc này là chưa biết. Người ta tin rằng lượng nhôm trong bột ban đầu, tức là, silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, là nhỏ hơn 0,5% trọng lượng tính theo Al_2O_3 .

Lượng tạp chất, cụ thể là thành phần Na và thành phần S, so với silic oxit kỵ nước toàn phần sau khi đem bột ban đầu thu được như vậy, tức là, silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, đi xử lý kỵ nước bằng dầu silicon, phải nằm trong khoảng từ 0,20 đến 1,20% trọng lượng tính theo Na_2O và nằm trong khoảng từ 0,25 đến 1,30% trọng lượng tính theo SO_3 . Các hàm lượng nằm trong các khoảng nêu trên là khác với các khoảng hàm lượng trong bột ban đầu bởi vì phần trăm trọng lượng của tạp chất tính theo tổng silic oxit được giảm do sự thêm trọng lượng của dầu silicon cho quá trình xử lý kỵ nước.

Phương pháp xử lý bề mặt bột ban đầu, tức là, silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt, bằng quá trình xử lý kỵ nước với dầu silicon không bị giới hạn một cách cụ thể và thường xử lý bằng cách trộn khô như được lấy làm ví dụ dưới đây. Trước tiên, silic oxit khan và lượng dầu silicon cụ thể được trộn và khuấy đến trạng thái đồng nhất trong thiết bị trộn/phân tán khô như máy khuấy FM (máy khuấy Henschel) để thực hiện quá trình xử lý bề mặt. Như nêu trên, tốt hơn là thực hiện quá trình xử lý nhiệt sau quá trình xử lý bề mặt; tuy nhiên, phương pháp xử lý nhiệt cụ thể không bị giới hạn một cách cụ thể. Thông thường, sự xử lý nhiệt bằng cách sử dụng thiết bị xử lý nhiệt như lò điện, bộ gia nhiệt Nesco và buồng sấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 250 đến 400°C trong

khoảng 0,5 đến 4,0 giờ cho phép dầu silicon liên kết hóa học với các nhóm silanol trên bề mặt của silic oxit, dẫn đến duy trì tính kỵ nước trong thời gian dài.

Dầu silicon có các nhóm hữu cơ bao gồm các nhóm methyl ($-\text{CH}_3$), và như vậy đo được lượng cacbon (lượng C) trong silic oxit kỵ nước cho phép xác định lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý bằng cách tính ngược.

Theo sáng chế, nhờ tác hiệu quả xúc tác của hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh, silic oxit kỵ nước có mức giải hấp dầu silicon cực thấp có thể được tạo ra ngay cả ở nhiệt độ thấp trong thời gian ngắn.

Ứng dụng của silic oxit kỵ nước theo sáng chế không bị giới hạn và silic oxit kỵ nước có thể được sử dụng chủ yếu làm chất làm mờ cho sơn, chất độn nhựa, chất chống dính khối cho màng và tương tự.

Cụ thể, silic oxit kỵ nước có thể được sử dụng một cách thích hợp hơn để làm chất làm mờ cho sơn (lớp phủ cho cảm giác mềm mại) để phủ bề mặt của chất dẻo và các ứng dụng phủ màng mà có yêu cầu về độ trong suốt và đặc tính che mờ (ví dụ, màng chống lóa và màng chống chói được dán vào bề mặt của các tinh thể lỏng) cho cả kiểu dung môi lẫn kiểu không cần dung môi.

Tham khảo đơn liên quan

Sáng chế yêu cầu quyền ưu tiên cho đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 2014-250355 nộp ngày 10 tháng 12 năm 2014, toàn bộ nội dung của đơn nêu trên được kết hợp vào trong bản mô tả này để tham khảo.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế được mô tả chi tiết hơn dựa vào các ví dụ. Tuy nhiên, các ví dụ này chỉ nhằm minh họa cho sáng chế và không gây ra sự giới hạn sáng chế.

Trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, các thử nghiệm và các sự xác định đặc tính vật lý khác nhau được thực hiện theo các phương pháp sau đây.

1) Mức hấp phụ DBA

Mẫu khô (250mg) được cân chính xác được bổ sung 50ml dung dịch di-n-butylamin N/500 (dung môi benzin dầu mỏ) và để yên ở nhiệt độ 20°C trong khoảng 2 giờ. 25ml phần nổi lên trên bề mặt của hỗn hợp được bổ sung 5ml clorofom và 2 đến 3 giọt chất chỉ thị (tím tinh thể), được chuẩn độ với dung dịch axit perchloric N/100 (dung môi anhydrit axetic) cho đến khi chuyển màu từ màu tím sang màu xanh để thu trị số chuẩn độ A ml.

Quá trình đo với mẫu trắng được tiến hành riêng biệt để thu trị số B ml và mức hấp phụ DBA được tính theo công thức sau đây:

$$\text{Mức hấp phụ DBA (m}\cdot\text{mol/kg)} = 80(B-A)f$$

trong đó f là độ chuẩn của dung dịch axit perchloric N/100.

2) Trị số M

Các dung dịch hỗn hợp của metanol với nước trong đó nồng độ của metanol được thay đổi liên tiếp ở các khoảng giá trị 5% thể tích được điều chế và 5ml của từng dung dịch được cho vào trong ống nghiệm có dung tích 10ml. Bột thử nghiệm (0,1 đến 0,2g) sau đó được bổ sung vào ống nghiệm, ống nghiệm này được lắc và để yên để quan sát. Kết quả là, nồng độ tối thiểu của metanol trong đó bột được tạo huyền phù được xác định để thu lấy trị số M.

3) Mức giải hấp dầu silicon

Silic oxit (1,0g) sau khi xử lý kỹ nước với dầu silicon hoặc tương tự được bổ sung vào 50g toluen, được đem đi phân tán trong máy khuấy đồng nhất ở tốc độ 1000 vòng/phút $\times$ 30 phút, sau đó chuyển sang ống ly tâm, để yên ở nhiệt độ bình thường trong 15 giờ. Nếu dầu silicon bị giải hấp trong toluen ở giai đoạn này, thì quan sát thấy sự hình thành bọt. Sau quá trình ly tâm của ống ly tâm trong máy ly tâm trong điều kiện 3000 vòng/phút và 5 phút, phần nổi lên trên bề mặt được loại bỏ. Toluene lại được bổ sung để hòa tan và được ly tâm. Toluene được loại bỏ, n-hexan được bổ sung để hòa tan và được ly tâm và quá trình này được lặp lại hai lần. Sau khi loại bỏ chất lỏng đã tách, chất rắn được sấy khô trong máy sấy ở 80°C trong 15 giờ hoặc lâu hơn và chất rắn còn lại

được đem đi phân tích hàm lượng cacbon. Sự phân tích hàm lượng cacbon đối với mẫu silic oxit trắng cũng được thực hiện và lượng dầu silicon được giải hấp trong toluen và n-hexan được xác định theo công thức sau đây.

Công thức:

Lượng dầu silicon được giải hấp trong toluen = lượng dầu silicon trước khi giải hấp trong toluen (%) - lượng dầu silicon sau khi giải hấp trong toluen (%).

4) Phân tích hàm lượng cacbon

Sự phân tích hàm lượng cacbon được sử dụng để đo mức giải hấp dầu silicon được thực hiện bằng thiết bị phân tích cacbon rắn (tên thiết bị: Carbon analyser, kiểu EMIA-110, do Horiba, Ltd. sản xuất) trong các điều kiện 1250°C, áp suất dòng oxy chảy vào 0,07MPa và thời gian đo 90 giây. Từ hàm lượng cacbon được xác định, lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý được tính theo công thức sau đây:

Công thức:

Lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý (%) = giá trị đo được trong quá trình phân tích cacbon (%) $\times$ trọng lượng phân tử dầu silicon/hàm lượng cacbon trong dầu silicon.

5) Hàm lượng tạp chất

Sự phân tích định lượng nguyên tố được thực hiện với thiết bị phân tích huỳnh quang tia X quét (kiểu: ZSX Primus II, do Rigaku Corporation sản xuất). Kết quả đo được cung cấp theo lượng oxit.

6) Diện tích bề mặt riêng BET

Quá trình đo được thực hiện với thiết bị phân tích diện tích bề mặt riêng tự động (kiểu: Macsorb^(R) HM model-1200, do Mountec Co., Ltd. sản xuất) theo phương pháp một điểm.

7) Độ pH

Quá trình đo được thực hiện với dụng cụ đo độ pH (kiểu: D-50, do

Horiba, Ltd. sản xuất) cho bột ban đầu, tức là silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt (* vì silic oxit kỵ nước không thấm ướt trong nước, nên không thể thực hiện được quá trình đo).

Ví dụ 1

Silic oxit thu được bằng quá trình kết tủa có diện tích bề mặt riêng BET $130\text{m}^2/\text{g}$ được tổng hợp bằng cách cho natri silicat phản ứng với axit sulfuric. Silic oxit tổng hợp bằng quá trình kết tủa được lọc và rửa bằng nước để thu khối silic oxit. Khối silic oxit được bổ sung nước, được bổ sung natri sulfat (Na_2SO_4) đến 0,50% trọng lượng tính theo Na_2O và 0,60% trọng lượng tính theo SO_3 , đồng thời tái phân tán trong thiết bị khuấy kiểu rung (do Shimazaki Mixing Engineering Co., Ltd. sản xuất) và bổ sung tiếp natri hydroxit (NaOH) để điều chỉnh độ pH để thu huyền phù đặc chứa silic oxit có độ pH = 7,5. Huyền phù đặc chứa silic oxit được sấy trên máy sấy phun (do Ohkawara Kakohki Co., Ltd. sản xuất) và được đem đi nghiền và phân loại để thu silic oxit thu được bằng quá trình kết tủa silic oxit thu được bằng quá trình kết tủa có đường kính hạt trung bình $6,3\mu$. Dầu dimetyl silicon KF96-50CS (do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất) sau đó được bổ sung với lượng 10 phần (7,7 phần tính theo $100\text{m}^2/\text{g}$ diện tích bề mặt riêng BET) và được trộn trên máy khuấy Henschel (do Mitsui Mining Co., Ltd. sản xuất) trong 10 phút. Sau khi trộn, quá trình xử lý nhiệt được thực hiện trên lò có bao (do Yamato Scientific Co., Ltd. sản xuất) ở nhiệt độ 300°C trong 1 giờ để điều chỉnh cỡ hạt để thu silic oxit ướt kỵ nước. Các đặc tính vật lý của bột ban đầu và các đặc tính vật lý và mức giải hấp sau quá trình xử lý kỵ nước được thể hiện ở bảng 1.

Ví dụ 2

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ 1, chỉ khác là natri sulfat (Na_2SO_4) được bổ sung đến 0,32% trọng lượng tính theo Na_2O và 0,38% trọng lượng tính theo SO_3 trong ví dụ 1.

Ví dụ 3

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ 1, chỉ khác là lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý là 3,8 phần xét theo $100\text{m}^2/\text{g}$ diện tích bề mặt riêng BET trong ví dụ 1.

Ví dụ 4

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ 1, chỉ khác là natri sulfat (Na_2SO_4) được bổ sung đến 0,90% trọng lượng tính theo Na_2O và 1,08% trọng lượng tính theo SO_3 trong ví dụ 1.

Ví dụ 5

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ 1, chỉ khác là nguyên liệu khởi đầu silic oxit được sử dụng là silic oxit thu được bằng quá trình kết tủa Nipsil N-300A có bán trên thị trường (diện tích bề mặt riêng BET là $150\text{m}^2/\text{g}$) và lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý là 6,7 phần xét theo $100\text{m}^2/\text{g}$ diện tích bề mặt riêng BET.

Ví dụ 6

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ 1, chỉ khác là lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý silic oxit thu được bằng quá trình kết tủa trong ví dụ 5 là 3,3 phần tính theo $100\text{m}^2/\text{g}$ diện tích bề mặt riêng BET.

Ví dụ 7

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 chỉ khác là nguyên liệu khởi đầu silic oxit được sử dụng là silic oxit thu được bằng quá trình tạo gel NIPGEL AZ-200 có bán trên thị trường (diện tích bề mặt riêng BET: $300\text{m}^2/\text{g}$) và lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý là 5,3 phần xét theo $100\text{m}^2/\text{g}$ diện tích bề mặt riêng BET.

Ví dụ 8

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ 1, chỉ khác là nguyên liệu khởi đầu silic oxit được sử dụng là silic oxit thu được bằng quá trình tạo gel NIPGEL BY-601 có bán trên thị trường (diện tích bề mặt riêng

BET: 500m²/g) và lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý là 3,0 phần xét theo 100m²/g diện tích bề mặt riêng BET.

Ví dụ so sánh 1

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ, chỉ khác là natri sulfat (Na₂SO₄) không được bổ sung và độ pH không được điều chỉnh trong ví dụ 1.

Ví dụ so sánh 2

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ so sánh 1, chỉ khác là natri hydroxit (NaOH) được bổ sung để điều chỉnh độ pH để thu huyền phù đặc chứa silic oxit có độ pH = 10,8 trong ví dụ so sánh 1.

Ví dụ so sánh 3

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ 5, chỉ khác là natri sulfat (Na₂SO₄) không được bổ sung và độ pH không được điều chỉnh trong ví dụ 5.

Ví dụ so sánh 4

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ so sánh 3, chỉ khác là axit sulfuric (H₂SO₄) được bổ sung để điều chỉnh độ pH để thu huyền phù đặc chứa silic oxit có độ pH = 3,2 trong ví dụ so sánh 3.

Ví dụ so sánh 5

Như trong ví dụ của silic oxit kỵ nước có bán trên thị trường, Nipsil SS-50B được sử dụng.

Ví dụ so sánh 6

Silic oxit kỵ nước thu được theo cách giống như trong ví dụ 7, chỉ khác là natri sulfat (Na₂SO₄) không được bổ sung và độ pH không được điều chỉnh trong ví dụ 7.

Ví dụ so sánh 7

Như ví dụ của silic oxit kỵ nước có bán trên thị trường, Nipsil SBY-61

được sử dụng.

Bảng 1

Ví dụ		Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8
Các đặc tính vật lý của bột ban đầu									
Diện tích bề mặt riêng BET	m ² /g	130	130	130	130	150	150	300	500
Độ pH (4% Susp.)		7,5	7,5	7,5	7,5	7,0	7,0	7,4	7,0
Điều kiện xử lý kỵ nước									
Lượng được sử dụng cho quá trình xử lý tính theo phần/ 100m ² /g BET		7,7	7,7	3,8	7,7	6,7	3,3	5,3	3,0
Các đặc tính vật lý của silic oxit kỵ nước									
Trị số M	%	55	50	40	60	65	40	60	30
Trị số DBA	m.mol/kg	6	12	20	4	4	24	4	55
Na ₂ O / tổng lượng	%	0,45	0,29	0,45	0,81	0,54	0,54	0,45	0,45
SO ₃ / tổng lượng	%	0,57	0,36	0,57	0,97	0,63	0,63	0,57	0,57
Mức giải hấp	%	0,08	0,12	0,05	0,06	0,05	0,00	0,10	0,14

Ví dụ so sánh		Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4	Ví dụ so sánh 5	Ví dụ so sánh 6	Ví dụ so sánh 7
Bột ban đầu các đặc tính vật lý								
Diện tích bề mặt riêng BET	m ² /g	130	130	150	150	130	300	500
Độ pH (4% Susp.)		7,5	10,8	6,1	3,2	...	7.2	...
Điều kiện xử lý kỵ nước								
Lượng được sử dụng cho quá trình xử lý tính theo phần/ 100m ² /g BET		7,7	7,7	6,7	6,7	...	5,3	...
Silic oxit kỵ nước các đặc tính vật lý								
Trị số M	%	60	65	60	35	65	60	25
Trị số DBA	m·mol/kg	8	0	25	65	18	6	85
Na ₂ O / tổng lượng	%	0,16	0,21	0,14	0,14	0,23	0,07	0,05
SO ₃ / tổng lượng	%	0,01	0,01	0,01	0,23	0,06	0,00	0,00
Mức giải hấp	%	0,28	0,22	0,30	0,35	0,28	0,38	0,31

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Sáng chế là hữu ích đối với phương pháp sản xuất silic oxit kỵ nước.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Theo sáng chế, có thể tạo ra bề mặt silic oxit kỵ nước được xử lý với dầu silicon, nhờ đó có thể thu được bề mặt có màng phủ ổn định mà không cần giải hấp dầu silicon thậm chí sau khi bổ sung silic oxit kỵ nước vào sơn và sự ứng dụng của nó, và tạo ra màng phủ. Silic oxit kỵ nước theo sáng chế tốt hơn là có thể được sử dụng cho chất làm mờ cho sơn kim loại và sơn dẻo, phủ lên trên màng chống lóa, chất độn nhựa, chất chống dính khối màng và tương tự.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Silic oxit kỵ nước mà là silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có bề mặt được xử lý với dầu silicon, trong đó:

silic oxit kỵ nước

(i) có mức giải hấp dầu silicon trong toluen nhỏ hơn 0,2% so với khối lượng của silic oxit kỵ nước, với điều kiện là mức giải hấp có tốc độ giải hấp dầu silicon đạt được bằng cách so sánh mức giải hấp từ silic oxit kỵ nước được phân tán ở nồng độ 2% trong toluen ở nhiệt độ 20°C trong 24 giờ với mức giải hấp trước khi phân tán.

2. Silic oxit kỵ nước theo điểm 1, trong đó silic oxit kỵ nước này có hàm lượng thành phần natri nằm trong khoảng từ 0,20 đến 1,20% trọng lượng tính theo Na_2O và hàm lượng thành phần lưu huỳnh nằm trong khoảng từ 0,25 đến 1,30% trọng lượng tính theo SO_3 .

3. Silic oxit kỵ nước theo điểm 1 hoặc 2, trong đó lượng dầu silicon được sử dụng cho quá trình xử lý là từ 3 phần đến 9 phần trên 100m²/g của diện tích bề mặt riêng BET của nguyên liệu khởi đầu silic oxit.

4. Silic oxit kỵ nước theo điểm 1 hoặc 2, trong đó silic oxit kỵ nước này còn có

(ii) trị số M là bằng hoặc lớn hơn 20%, và/hoặc

(iii) mức hấp phụ đi-n-butylamin (DBA) nhỏ hơn 100 m-mol/kg.

5. Phương pháp sản xuất silic oxit kỵ nước mà là silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt có bề mặt được xử lý với dầu silicon, phương pháp này bao gồm bước:

phủ dầu silicon lên bề mặt silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt mà trên đó có mặt hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh, trong đó lượng hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh này có mặt trên bề mặt của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ướt nằm trong khoảng từ 0,3 đến 3,0% và sau đó thu được silic oxit kỵ nước bằng cách đưa dầu silicon được phủ

đến điều kiện trong đó dầu silicon được phủ và nhóm silanol của silic oxit tổng hợp bằng phương pháp ươm tạo thành liên kết siloxan.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó hợp chất muối trung tính kiểu axit mạnh/bazơ mạnh là natri sulfat, natri clorua, kali sulfat, kali clorua hoặc hỗn hợp của chúng.

7. Phương pháp theo điểm 5 hoặc 6, trong đó silic oxit kỵ nước có mức giải hấp dầu silicon trong toluen nhỏ hơn 0,2% so với khối lượng của silic oxit kỵ nước, với điều kiện là mức giải hấp có tốc độ giải hấp dầu silicon đạt được bằng cách so sánh mức giải hấp từ silic oxit kỵ nước được phân tán ở nồng độ 2% trong toluen ở nhiệt độ 20°C trong 24 giờ với mức giải hấp trước khi phân tán.

8. Phương pháp theo điểm 5 hoặc 6, trong đó silic oxit kỵ nước có:

(i) trị số M bằng hoặc lớn hơn 20%, và/hoặc

(ii) mức hấp phụ DBA nhỏ hơn 100 m·mol/kg.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 8, trong đó dầu silicon có độ nhớt động học bằng hoặc nhỏ hơn 500 centistoc.