

Seminar Tổng hợp vô cơ

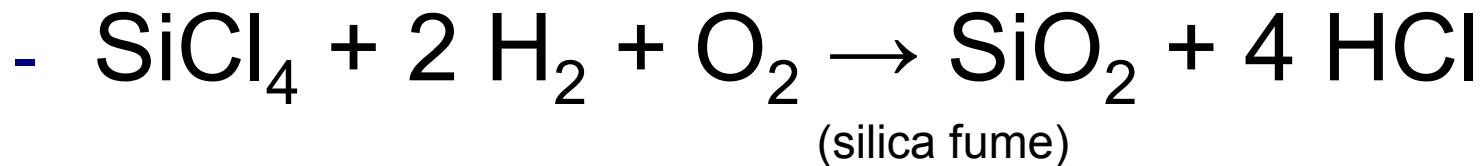
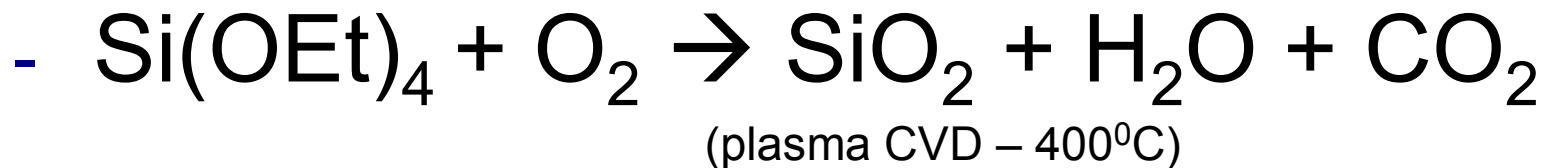
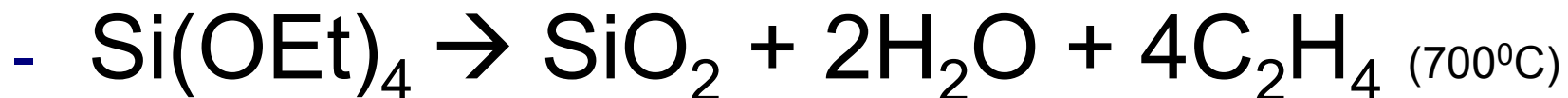
Điều chế bột Silica

Mục tiêu

- Điều chế hạt silica $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$
- Cấu trúc vô định hình
- Kích thước hạt 3 – 14 μm .

Các phương pháp điều chế hạt silica thông thường

■ Điều chế silica cấu trúc lớp làm vật liệu bán dẫn :



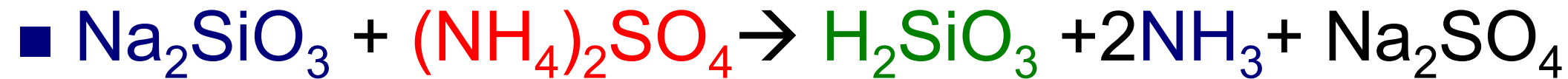
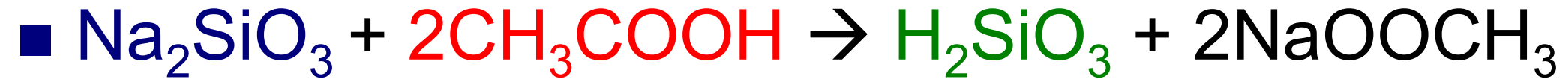
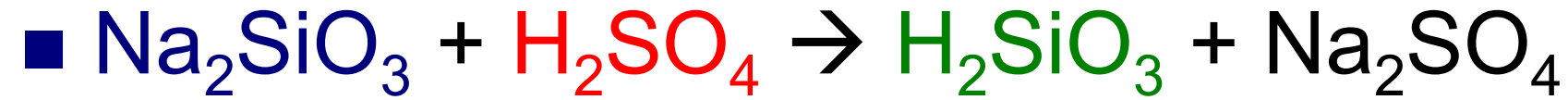
- Điều chế silica vô định hình (silicagel) bằng cách acid hóa dung dịch Na_2SiO_3



Lọc, rửa gel $\text{Si}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, sấy khô để thu được $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$



Phản ứng với các tác nhân acid khác nhau



Ảnh hưởng của các tác nhân acid


- H_2SO_4 : $k_2 = 1,2 \cdot 10^{-2}$
 - Tốc độ phản ứng nhanh, thời gian tạo sol và kết hạch ngắn.
 - Hạt gel tạo thành có kích thước lớn (điều khiển theo nồng độ), thời gian già hóa gel ngắn.

■ CH_3COOH : $k = 1,74 \cdot 10^{-5}$

- Phản ứng kết tủa, gel hóa xảy ra chậm
- Số tâm kết hạch ít, hạt gel có kích thước nhỏ, phân tán
- Thời gian già hóa dài, lọc rửa có phần khó khăn.



- pH của dung dịch phản ứng thay đổi rất chậm, chủ yếu xảy ra quá trình thủy phân anion silicate.
- Hạt gel tạo thành có kích thước rất nhỏ, gel hóa và già hóa rất chậm.
- Lọc rửa khó khăn, cần kích thích phản ứng bằng yếu tố khác (nhiệt độ, dung môi, xúc tác...)



H_2SO_4 có ưu thế nhất với vai trò là tác nhân kết tủa, xúc tác quá trình gel hóa, già hóa gel, bảo đảm yêu cầu về kích thước hạt theo mục đích thương mại.

Điều kiện tiến hành phản ứng

- **Nồng độ tác chất** : sử dụng dung dịch Na_2SiO_3 nồng độ cao, H_2SO_4 nồng độ thấp đến trung bình.
- ⇒ Tạo số **tâm kết hạch** vừa phải, thúc đẩy quá trình **polymer hóa** với kích thước hạt mong muốn, dễ điều chỉnh **pH** dung dịch (**9 – 11**).

Điều kiện tiến hành phản ứng

■ **Nhiệt độ phản ứng** : phụ thuộc vào nồng độ tác chất sử dụng

⇒ Với nồng độ tác chất như trên có thể tiến hành phản ứng ở nhiệt độ phòng, hoặc tối ưu hơn là ở **50 – 70°C**.

Điều kiện tiến hành phản ứng

■ Phối trộn tác chất : phụ thuộc vào nồng độ tác chất sử dụng.

⇒ Thêm H_2SO_4 vào dung dịch silicat, cũng có thể thêm đồng thời hai dung dịch vào với nhau, tuy nhiên khó kiểm soát kích thước hạt, thời gian già hóa lâu hơn.

Phân tích sản phẩm Silica

- Phương pháp phân tích hóa học: xác định được hàm lượng SiO_2 , lượng nước kết tinh trong sản phẩm.

Phân tích sản phẩm Silica

- Phương pháp nhiễu xạ tia X : thông tin về cấu trúc vô định hình.

Phân tích sản phẩm Silica

- Phương pháp **phân tích nhiệt** : các hiệu ứng nhiệt do **chuyển pha**, **biến đổi dạng thù hình**, **tái kết tinh** của mẫu.

Phân tích sản phẩm Silica

- Phương pháp quan sát kính hiển vi quang học : xác định **kích thước hạt** sản phẩm.

Tham khảo :

- Horacio E. Bergna and William O. Roberts, “Colloidal Silica Fundamentals and Applications”, CRC Press Taylors and Francis Group (2006).
- S. Musić, N. Filipović-Vinceković and L. Sekovanić, Precipitation of amorphous SiO₂ particles and their properties, Brazilian Journal of Chemical Engineering, Vol. 28, No. 01, pp. 89 – 94 (2011).

Phụ lục

- Một thực nghiệm điều chế **hạt cầu Silica** từ Na_2SiO_3 , tác nhân acid hóa là NH_4^+ với **điều kiện tối ưu** được dẫn ra dưới đây

Sheng Yong, Zou Jun, Li Bing, Tu Mingjing, **Preparation of Spherical Microfine Silicon Powder**, Journal of Wuhan University of Technology-Mater, 2008.

- Điều kiện : pH = 8.5, nhiệt độ 70⁰C, nồng độ Na₂SiO₃ 0.6 M, tốc độ khuấy trộn 600-1300 vòng/phút, ly tâm tách sản phẩm ở tốc độ 6000 vòng/phút.

Kết quả thu được như sau :

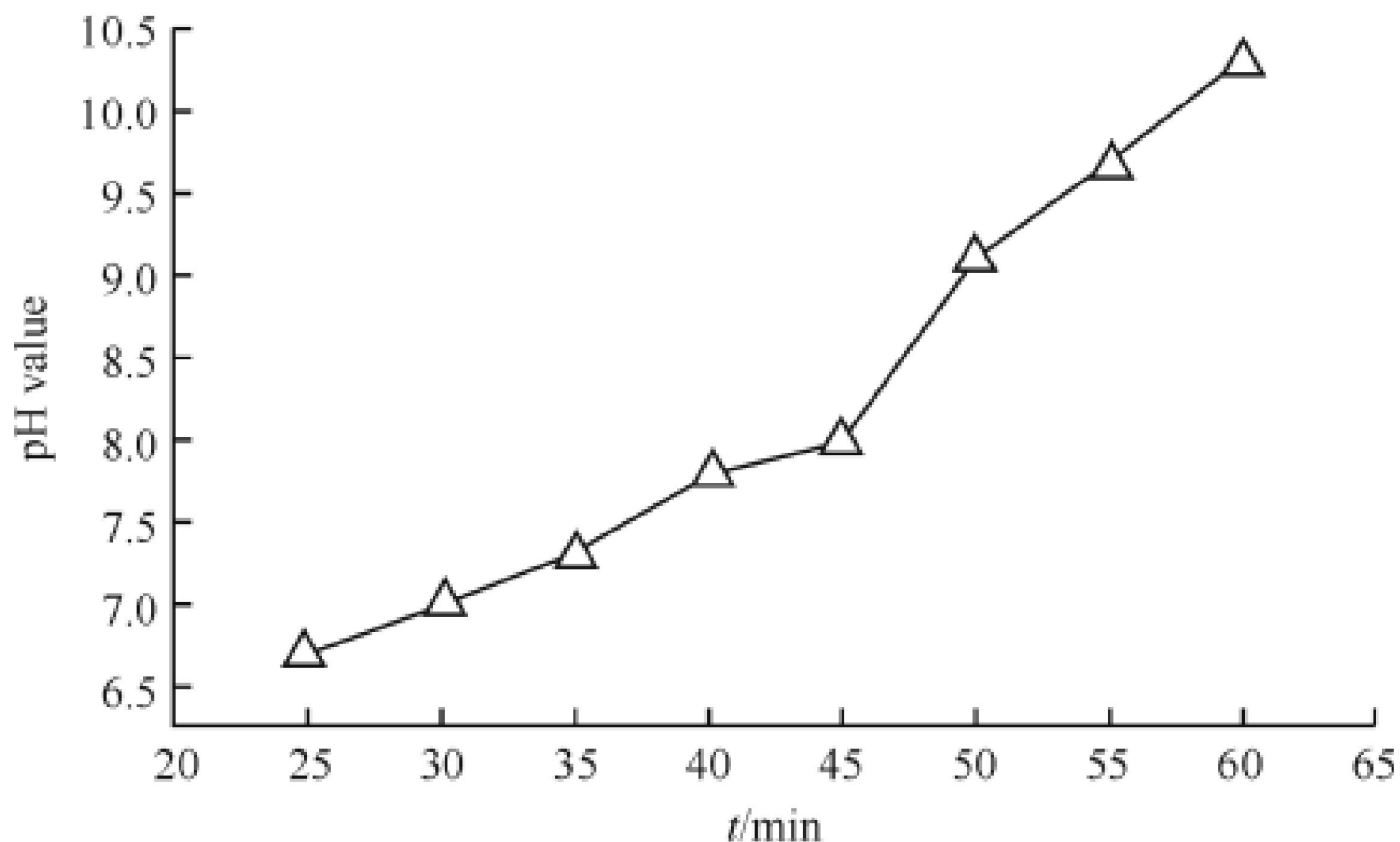


Fig.1 Relationship between pH value and time for powder deposition

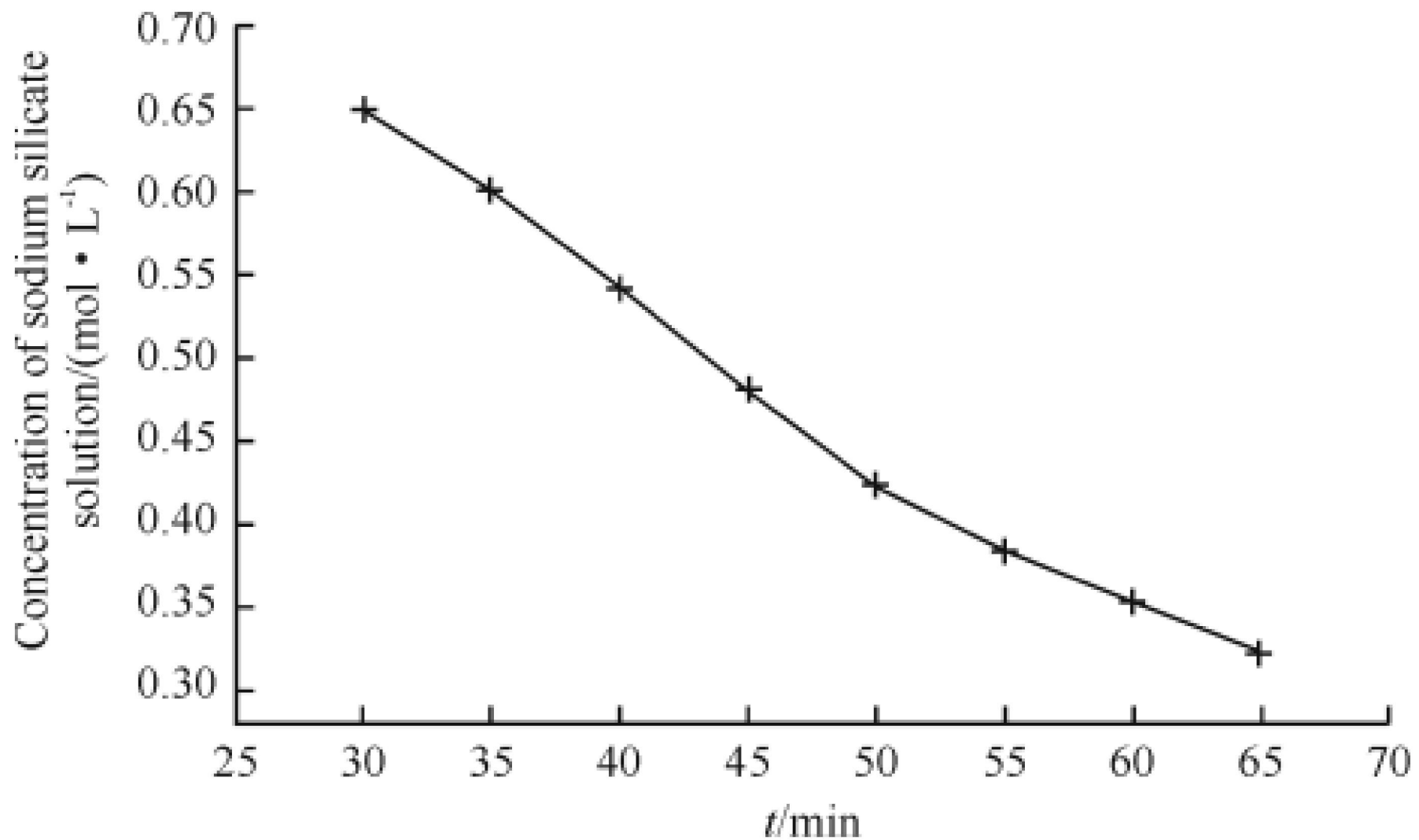


Fig.3 Time dependence of concentration of sodium silicate solution for powder deposition

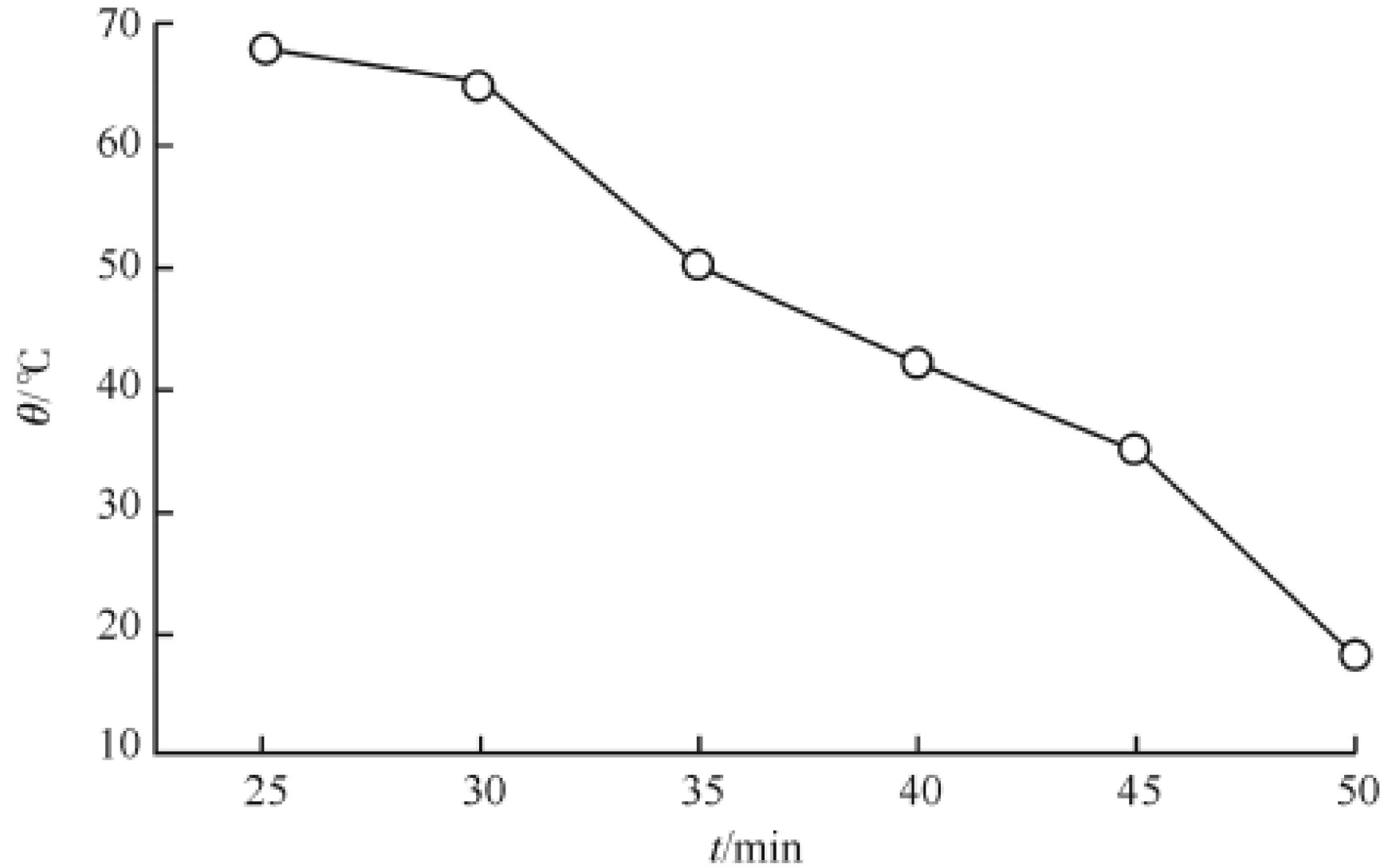


Fig.2 Relationship of temperature and time for powder deposition

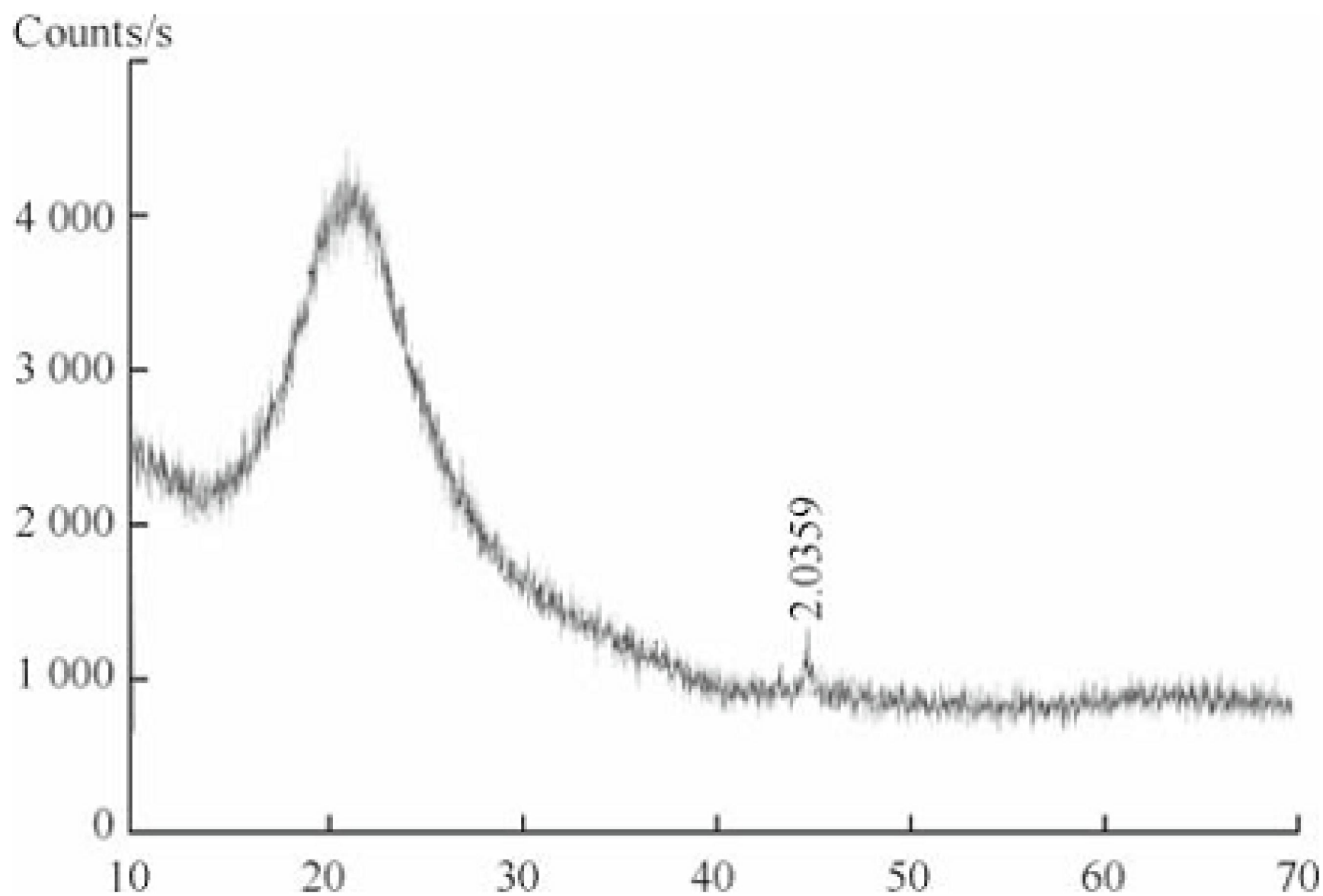


Fig.6 XRD pattern of spherical SiO₂

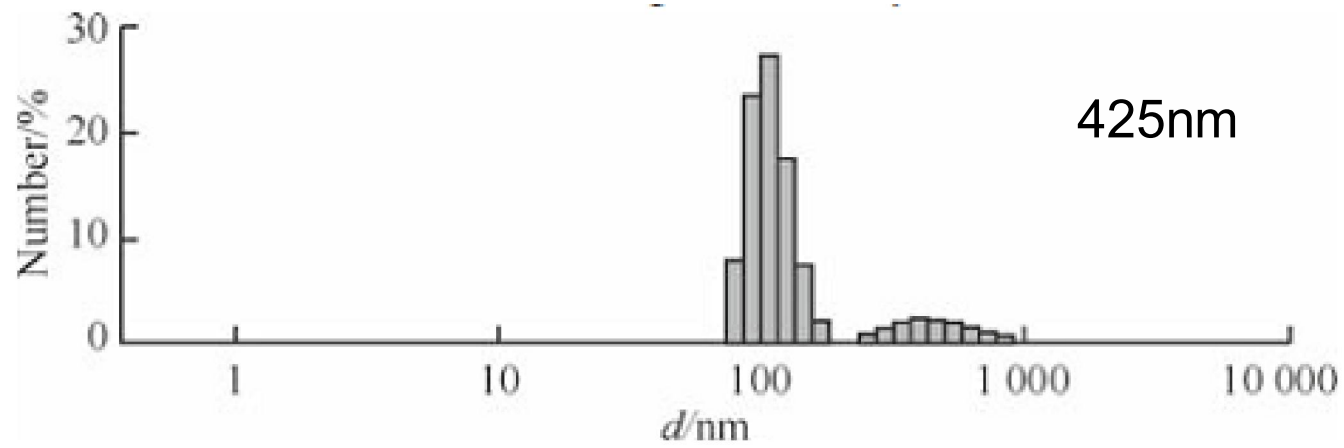


Fig.4 Differential distributing of spherical SiO₂

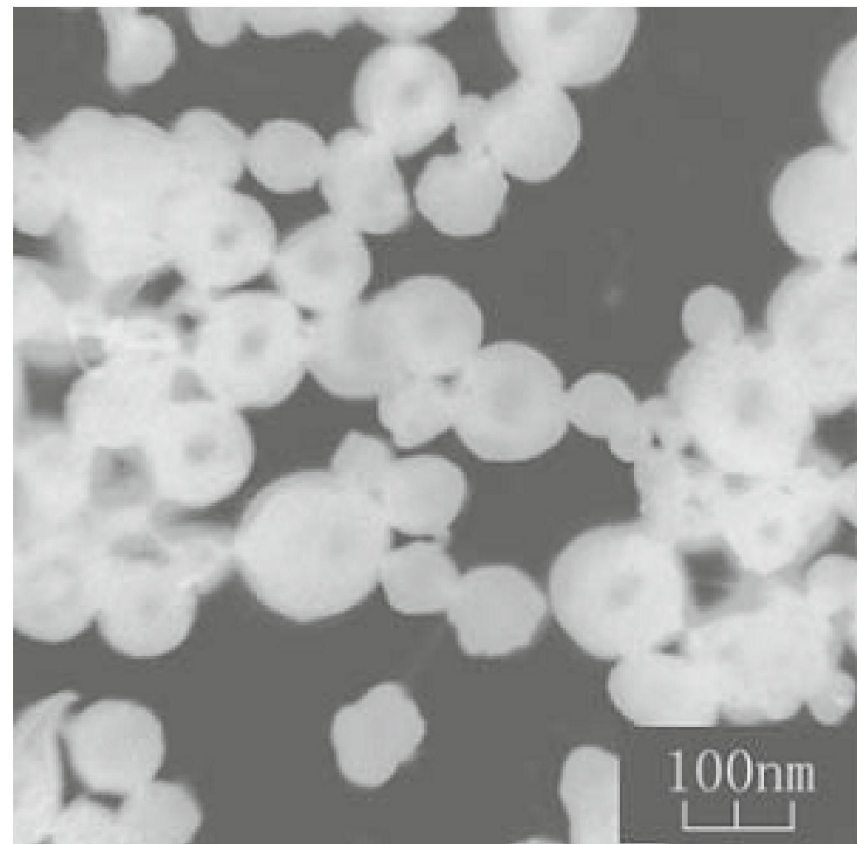


Fig.5 SEM image of spherical SiO₂