

تولید نانوذرات سیلیکای رسوبی به عنوان ماده پرکننده-تقویت کننده برای صنعت لاستیک

P Production of precipitated silica nanoparticles as a filler-reinforcer for the rubber industry

چکیده

این طرح شامل ارایه روش صنعتی ساده و ارزان و کارآمد برای تولید نانوذرات سیلیکای رسوبی به گونه‌ای است که قادر باشد تمام ویژگی‌های مطلوب این محصول را مطابق با استانداردهای لازم صنعت لاستیک فراهم کند. در این طرح، عواملی چون غلظت مواد اولیه، دوز ورودی اسید، کنترل pH در حین فرآیند، نوع همزن و سرعت آن، کنترل دمای فرآیند، زمان واکنش، روش شستشو و خشک کردن محصول نهایی که از مهمترین عوامل تاثیر گذار بر روی خواص سیلیکای رسوبی هستند، به صورت جداگانه و سپس به صورت کلی و در ارتباط با یکدیگر، با دقت طراحی و مهندسی شدند تا ضمن کاهش زمان کلی فرآیند تولید، کاهش مصرف انرژی و حذف مواد گران (پایدارکننده‌ها) از فرآیند تولید، پیچیدگی‌های فرآیند نیز به درستی تحلیل و ارزیابی شوند تا بتوان راه کار منطقی و ساده‌ای برای دستیابی به محصول سیلیکای رسوبی با تمام ویژگی‌های مطلوب تعیین شده ارایه کرد. در نهایت نانوذرات سیلیکای رسوبی با مساحت سطح ویژه BET 180 m²/g، قطر حفرات داخلی 16 nm، دانسیته 95/1 g/cm³، اندازه ذرات 50-30 nm با توزیع یکنواخت و بدون کلوخه شدن، pH نهایی 7-6/5 و میزان رطوبت ظاهری 6% و میزان رطوبت نهان 11% تهیه شد.

کلمات کلیدی: سدیم سیلیکات، نانوذرات، سیلیکای رسوبی، ماده پرکننده-تقویت کننده، صنعت لاستیک.

نوع مقاله: پژوهشی

مرضیه حق وردی*^۱، آزاده تجردی^۲

۱- دکترای تخصصی دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده شیمی، تهران، ایران

۲- دکترای تخصصی، استاد، عضو هیئت علمی دانشکده شیمی دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

ایمیل نویسندگان و عهده‌دار مکاتبات:

marziehghaghverdi@yahoo.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۳/۱۲/۱۰

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۴/۰۲/۰۳

۱. مقدمه

سیلیکا از دو روش کلی فاز گازی و فاز مایع بدست می‌آید. سیلیکای ناشی از فاز گاز یا سیلیکای پیروژنیک بسیار خالص بوده و دارای خلوص بالای ۹۹ درصد است. اینگونه سیلیکا نسبت به گونه‌های دیگر آن دارای قیمت بالاتر و فناوری تولید پیچیده‌تری است. سیلیکاهای ناشی از فرآیند در محیط‌های آبی شامل سیلیکای کلوئیدی، سیلیکای تهیه شده از فرآیند سل-ژل، امولسیون و سیلیکای ناشی از فرآیند رسوب‌گذاری است. با توجه به شرایط تولید، سیلیکای بدست آمده می‌تواند ساختار ژل‌گونه تا رسوبی با پراکندگی متفاوت داشته باشد. سیلیکای رسوبی نیز به طور عمومی به پنج روش تولید می‌شود که عبارت‌اند از:

ساخت سیلیکای رسوبی از محلول سدیم سیلیکات

ساخت سیلیکای رسوبی از محلول فلورید

ساخت سیلیکای رسوبی با استفاده از محلول آلی

ساخت سیلیکای رسوبی از سیلیکای کلوئیدی

ساخت سیلیکای رسوبی از بخارهای سیلیکا (سیلیکای پیروژنیک) طی فرآیند رسوب‌گذاری، ذرات سیلیکا از راه تجمع ذرات اولیه که در محلول فوق اشباع هسته‌گذاری شده‌اند، تشکیل می‌شود. این روش شامل سه مرحله اصلی هسته‌زایی و رشد هسته است. در طول مرحله رشد هسته، درجه خنثی‌سازی سیلیکات و در نتیجه pH مواد معلق ثابت می‌ماند و در مرحله بعد که مرحله خنثی‌سازی است، با افزایش اسید معدنی به تدریج سیلیکات خنثی شده و در این لحظه pH کاهش می‌یابد تا به مقدار ۴/۵ برسد. در این لحظه خنثی‌سازی تکمیل شده و سیلیکای رسوبی تولید می‌شود [۲].

ویژگی‌های نهایی محصولات سیلیکای رسوبی مانند اندازه، توزیع اندازه، تجمع و مساحت سطح ویژه ذرات به عواملی مانند ترکیب و غلظت مواد واکنش‌دهنده، نحوه و سرعت انجام واکنش، دما، pH، شدت هم زدن سیال تحت واکنش و کیفیت خردایش نهایی نمونه بستگی دارد. کلاه‌دوزان

محصول موردنظر در این سند، سیلیکای رسوبی (Precipi-tated silica) است. این محصول با نام سیلیکای آبدار (Hydrated silica) نیز در بازار شناخته می‌شود. این محصول یکی از انواع ترکیبات سیلیکا است. در طبیعت سیلیسیم‌اکسید (SiO_2) به صورت خالص یا به صورت ترکیب در کانی‌های سیلیکاته، حدود ۶۰ درصد پوسته زمین را تشکیل می‌دهد. سیلیسیم‌اکسید یا سیلیس در طبیعت عمدتاً به صورت بلوری (کریستالی) وجود دارد. کوارتز نمونه‌ای از سیلیس کریستالی است که در طبیعت فراوان یافت می‌شود.

سیلیکای تولیدی در جهان به دو گروه اصلی سیلیکای معدنی و سیلیکای سنتزی تقسیم‌بندی می‌شود. سیلیکاهای سنتزی که عموماً با استفاده از فرایندهای شیمیایی تولید می‌شوند، دارای انواع مختلفی بوده که از آن جمله می‌توان به محصولات سیلیکای رسوبی، سیلیکافیوم، سیلیکاژل، نانوسیلیکا و... اشاره نمود. به این گروه از سیلیکاها در اصطلاح، سیلیکای ویژه نیز گفته می‌شود.

سیلیکای رسوبی شکلی از سیلیکای آمورف است که باتوجه به شرایط تهیه آن، می‌توان ویژگی‌های متفاوتی از آن به دست آورد که هر کدام کاربرد مخصوص به خود را دارد. سیلیکای رسوبی به‌عنوان یک افزودنی مؤثر کاربرد مهمی در لاستیک (تایر، کفش و...) دارد و به‌عنوان یک عامل آنتی کیک و غلیظ‌کننده در مواد غذایی و دارویی، ماده تمیزکننده در خمیردندان، اصلاح‌کننده جریان و عوامل آنتی فوم استفاده می‌شود. این ماده عمدتاً از طریق اصلاح سیلیکات سدیم با اسید معدنی، یا هیدروکلریک‌اسید یا سولفوریک‌اسید، تولید می‌شود. نانوذرات سیلیکا جزء نخستین نانوذرات تهیه شده به‌وسیله بشر بوده است. در سال ۱۹۴۰ نخستین گزارش تهیه سیلیکای آمورف به روش رسوب‌گیری در حضور عوامل قلیایی و در پی آن خنثی‌سازی با اسید منتشر شد [۱]. روی هم رفته،

روش خشک کردن سیلیکای رسوبی با خشک کن احتراقی پالسی را ارائه دادند [۱۰]. در این طرح، محصول سیلیکای رسوبی با استفاده از روش رسوب گیری از محلول سدیم سیلیکات و مطابق با استانداردهای محصول تجاری سیلیکای رسوبی به کاررفته در صنعت لاستیک تولید شده است.

۲. بخش تجربی

سیلیکای رسوبی در این طرح به روش رسوب گیری از محلول سدیم سیلیکات تهیه شده است. ابتدا محلول سدیم سیلیکات صنعتی ۳۵٪ با آب مقطر رقیق شد و در حمام آب ۸۰ درجه سانتیگراد با همزن مکانیکی با دور RPM ۱۰۰۰ یکنواخت شد. سپس، اسیدسولفوریک صنعتی ۹۸٪ با آب مقطر به نسبت ۱۰:۱ (میلی لیتر) رقیق شد.

در ادامه، اسید در طی دو مرحله به مخلوط واکنش افزوده شد. در ابتدا محلول اسیدسولفوریک صنعتی به محلول سدیم سیلیکات صنعتی (در حمام ۸۰-۷۵ درجه سانتیگراد) اضافه شد تا زمانی که pH مخلوط واکنش به حدود ۹-۸/۵ رسید. سپس در این دما و pH به مدت ۳۰ دقیقه نیز هم زده شد. سپس اجازه داده شد که سرد شود و به دمای اتاق برسد. بعد از آن، باقی مانده محلول اسید سولفوریک به مخلوط واکنش افزوده شد تا زمانی که pH مخلوط واکنش به حدود ۵-۴/۵ رسید. پس از افزودن اسید، مخلوط واکنش به مدت ۳۰ دقیقه نیز هم خورد تا فرآیند تهیه محصول کامل شود.

سپس محصول سفیدرنگ با استفاده از کاغذ صافی از مخلوط واکنش جدا شد. به منظور حذف نمک سدیم سولفات تشکیل شده در حین فرایند، محصول با آب مقطر شستشو داده شد و این عمل چندین بار تکرار شد تا حذف نمک به طور کامل انجام شود. در این مرحله برای اطمینان از حذف نمک از محصول، از محلول باریوم کلراید $M_1/0$ استفاده شد. در آخر، مخلوط فوق وارد دستگاه اسپری - درایر شد و

و همکارانش در تهیه نانو سیلیکا به روش رسوب گیری، تأثیر عواملی همچون غلظت محلول مواد اولیه، زمان و pH مخلوط واکنش را بر ویژگی های محصول سیلیکای رسوبی بررسی کردند [۳]. نحوه مخلوط شدن محلول سدیم سیلیکات و اسید نیز به صورت افزایش قطره قطره و یک جا بررسی شده است و اثر هر کدام روی ویژگی های نهایی محصول مطالعه شده است [۴]. در این مطالعه، اثر دمای فرآیند نیز در دو دما مقایسه شده است. در اختراع به شماره US6169135B1، شوالیر^۱ و همکارش با مطالعه بر نحوه مخلوط کردن محلول سدیم سیلیکات و اسید معدنی، اثر این عامل را بر عدم تجمع ذرات و یکنواخت بودن دانه بندی در محصول سیلیکای رسوبی نیز بررسی کرده اند [۵]. دکتر^۲ و همکارش نیز در اختراع به شماره EP1200346B1، تأثیر سرعت افزایش اسید و سدیم سیلیکات به مخلوط واکنش و تغییرات pH را مطالعه کردند [۶]. اش^۳ و همکارانش نیز در اختراع به شماره US20050282951A1، در فرآیند تهیه سیلیکای رسوبی تأثیر دمای فرآیند را بر ویژگی های فیزیکوشیمیایی محصول بررسی کردند [۷].

کاربرد عوامل فعال کننده سطحی نیز به طور معمول در فرایند تهیه نانوذرات سیلیکای رسوبی مرسوم است و برای کنترل اندازه و یکنواختی ذرات در فرایند رسوب گذاری بکار می رود. یکنواختی در اندازه ذرات از فعل و انفعال مولکولی با عوامل فعال کننده سطحی ناشی می شود. استفاده از عوامل فعال کننده سطحی، تولید ذرات نانومتری سیلیکا را با پراکندگی بالا (کاهش کلوخه ای شدن) امکان پذیر می سازد. محمدی و همکارش در تهیه سیلیکای رسوبی، از عوامل فعال کننده سطحی استفاده کردند و تأثیر آن را بر اندازه و توزیع اندازه ذرات محصول بررسی کردند [۸].

وحدانی و همکارانش نیز بر روی فرایند شستشو و خشک کردن نانوذرات سیلیکای رسوبی مطالعه کردند [۹]. ماس^۴ و همکارانش نیز در اختراع به شماره US20020150528A1،

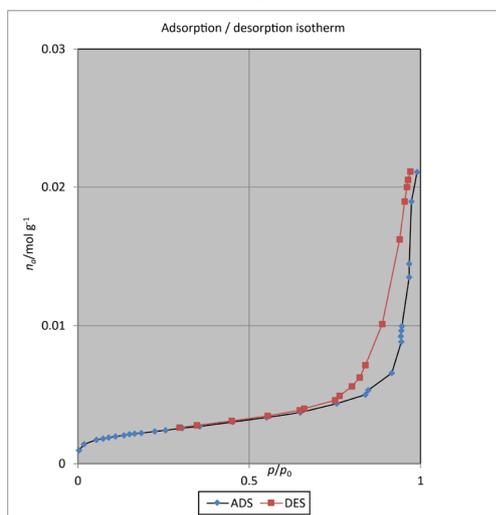
1. Yvonick Chevallier

2. Willem Hendrik Dokter

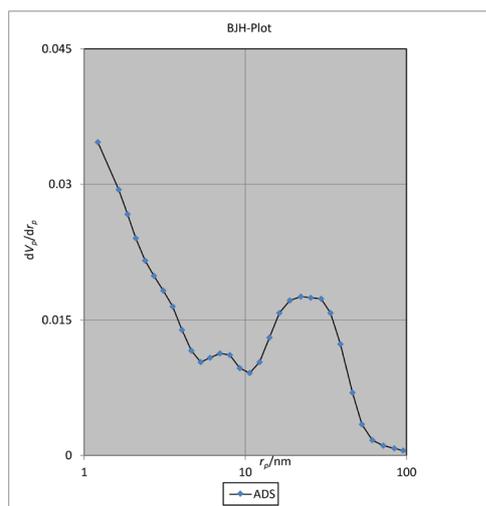
3. Heinz Esch

4. Ralf Maus

تعلق دارد و گویای حضور شبکه‌ای از حفرات استوانه‌ای یا کروی بزرگ در نمونه است که با یکدیگر در ارتباط هستند.



شکل ۱- نمودار همدمایی جذب-واجذب نیتروژن مربوط به محصول سیلیکای رسوبی نتایج آنالیز مربوط به توزیع اندازه حفرات در محصول سیلیکای رسوبی، در شکل ۲ آورده شده است. توزیع اندازه حفره محصول سیلیکای رسوبی، از همدمایی واجذب از طریق روش BJH به دست آمده است و پراکندگی اندازه حفره این محصول را نشان می‌دهد. نمونه مورد بررسی شده دارای توزیع اندازه حفره پهن با میانگین قطر حفره ۱۶ nm است.



شکل ۲- نمودار توزیع اندازه حفرات

نانوذرات سفید پودری شکل سیلیکای رسوبی تهیه شد.

۳. بحث و نتیجه‌گیری

مساحت سطح ویژه و اندازه حفره‌ها

مانند دوده یکی از ویژگی‌های بااهمیت سیلیکای رسوبی که در خاصیت تقویت‌کنندگی آن در مخلوط لاستیک مؤثر است، اندازه ذرات اولیه آن است. اندازه ذرات سیلیکای رسوبی معمولاً در مقیاس نانومتر است. ذرات با اندازه کمتر از ۱۰۰ نانومتر را نانوذرات می‌نامند. از این رو سیلیکای رسوبی نیز در خانواده نانو یا به عبارت دیگر نانوسیلیکا قرار می‌گیرد. خاصیت تقویت‌کنندگی در اندازه ذرات کمتر از ۵۰ نانومتر ایجاد می‌شود. از اندازه ۵۰ نانومتر بالاتر، سیلیکا در دسته نیمه تقویت‌کننده و یا پرکننده غیر تقویت‌کننده و کمک فرایند قرار می‌گیرد. برای بررسی اندازه‌گیری ذرات از مشخصه مساحت سطح ویژه ذرات (Specific Surface Area) استفاده می‌شود. هرچه اندازه ذرات کوچک‌تر باشد، مساحت سطح ویژه بزرگ‌تر است و برعکس. برای اندازه‌گیری مساحت سطح ذرات روش‌های مختلفی بکار می‌رود که روش BET با استفاده از گاز نیتروژن مناسب‌ترین روش است که با استفاده از دستگاه پیشرفته مربوطه انجام می‌شود [۳].

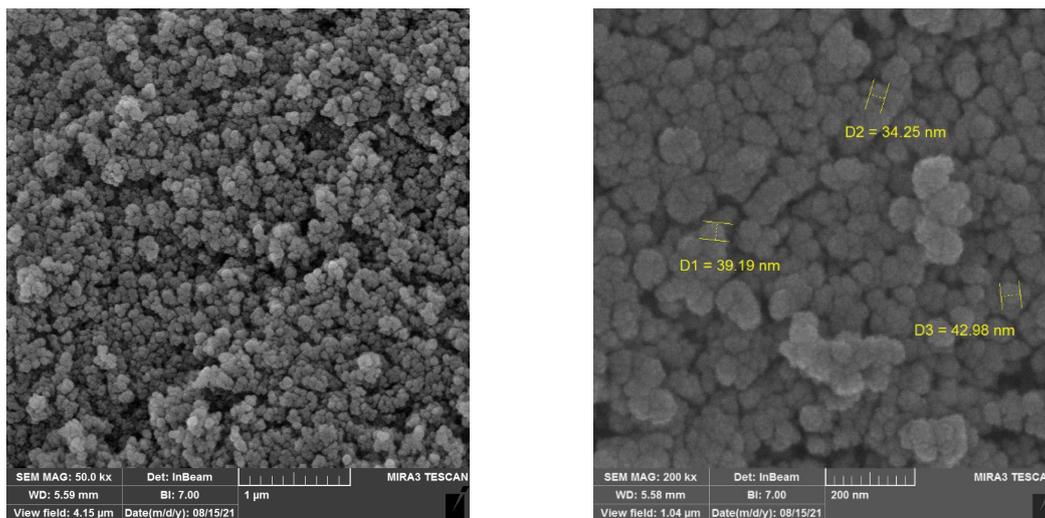
با استفاده از نمودارهای ارائه شده با استفاده از این آنالیز، می‌توان مساحت سطح ویژه، شکل، قطر و حجم حفره، توزیع اندازه حفرات را تعیین کرد. نمودار همدمایی جذب-واجذب نیتروژن در شکل ۱ آورده شده است. مساحت سطح ویژه در محصول سیلیکای رسوبی، ۱۸۰ g/m^۲ محاسبه شد. نمودار همدمایی جذب-واجذب نیتروژن مربوط به محصول، نمودار نوع IV را نشان می‌دهد که بر اساس دسته‌بندی آیوپاک، به طور عمومی در موادی که اندازه حفره‌های آن در محدوده ۲ - ۵۰ nm قرار دارند مشاهده می‌شود و به دسته مواد مزوحفره (mesopore) تعلق دارد. حلقه پسماند در نمودار همدمایی، به شکل منافذ موجود در ماده هم‌بستگی دارد. نوع حلقه پسماند در این محصول، بر اساس دسته‌بندی آیوپاک، به نوع H۱

۳-۲- اندازه ذرات

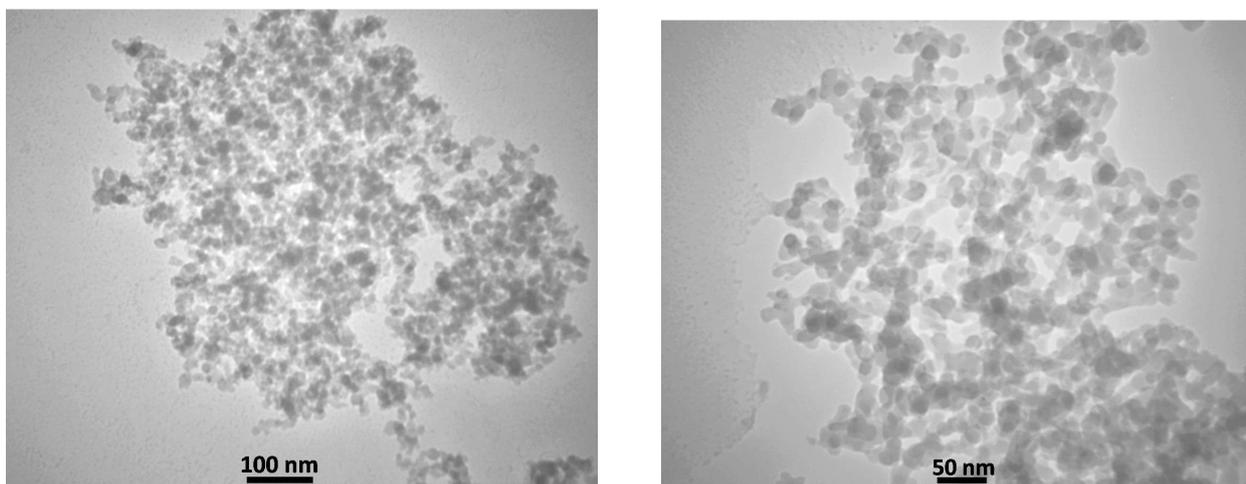
SEM در شکل ۳ آورده شده است. اندازه ذرات ۳۰-۵۰ nm است که به صورت یکنواخت توزیع شده‌اند و فاقد تجمعات کلوخه‌ای هستند.

نتایج آنالیز TEM در شکل ۴ آورده شده است و ذرات دارای توزیع یکنواخت و فاقد تجمعات کلوخه‌ای می‌باشند.

برای تعیین دقیق اندازه ذرات و توزیع یکنواخت محصول سیلیکای رسوبی تهیه شده، از دو روش میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و عبوری (TEM) استفاده شد [۱۱]. نتایج آنالیز



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)



شکل ۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)

۳-۳- طیف FT-IR

هیدروژنی مولکول‌های آب است. نوارهای جذبی در ۱۶۳۸ و 935 cm^{-1} ، به ترتیب به گروه OH و ارتعاش کششی Si-OH مربوط‌اند. پیک‌های OH و Si-OH برای این نمونه در طیف کاملاً

شکل ۵، طیف FT-IR محصول سیلیکای رسوبی را نشان می‌دهد. پیک جذبی قوی در 3452 cm^{-1} مربوط به پیوند

۳-۵- میزان ناخالصی نمک سدیم سولفات در محصول

برای برآورد میزان درصد سیلیکا و میزان ناخالصی نمک سدیم سولفات در محصول از آنالیز عنصری طیف‌سنجی فلورسانس اشعه ایکس (XRF) استفاده شد. مقدار درصد سیلیکا ۹۸/۲۶ درصد بود. مقدار نمک سدیم سولفات در محصول ۱/۷۴ درصد بود که در محدوده تعیین شده برای مقدار این نمک (۰/۵-۲/۵)٪ در محصول تجاری سیلیکای رسوبی در صنعت تایر است.

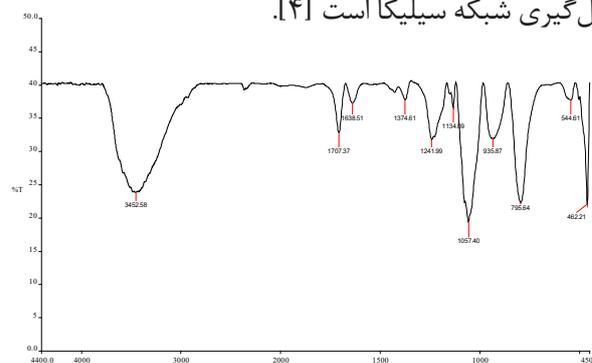
۳-۶- دانسیته

دانسیته ظاهری از نسبت جرم به حجم با استفاده از فرمول $\rho = m/V$ محاسبه می‌شود. برای اندازه‌گیری دانسیته از پیکنومتر ۲۵ mL استفاده شد. ابتدا پیکنومتر از آب مقطر پر شد و سپس توزین شد. آن گاه وزن مشخصی از ماده که با ترازوی دقیق اندازه‌گیری شده است، داخل پیکنومتر ریخته شد و بلافاصله توزین شد. اختلاف وزن بین پیکنومتر حاوی آب مقطر و ماده و پیکنومتر حاوی آب مقطر تنها، نشان‌دهنده حجم ماده است. با استفاده از رابطه بالا دانسیته ماده قابل محاسبه است. با استفاده از این روش، دانسیته محصول $1/95 \text{ g/cm}^3$ محاسبه شد که در محدوده تعیین شده برای دانسیته (۱/۹-۲/۵) در محصول تجاری سیلیکای رسوبی در صنعت لاستیک است.

۳-۷- میزان رطوبت

از آنجاکه ترکیب سیلیکای رسوبی به دلیل دارا بودن تعداد فراوانی گروه‌های سیلانول (Si-OH) روی سطح خارجی ذرات خود، یک ترکیب شدیداً آبدوست محسوب می‌شود (جاذب رطوبت) و این یکی از مشکلات نگهداری ترکیبات سیلیکاست، بنابراین کنترل میزان آب حاضر در محصول نهایی بسیار حساس است.

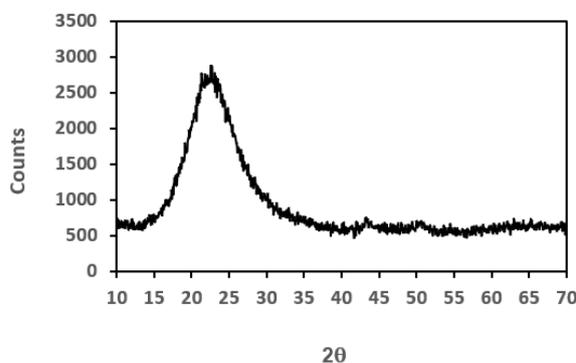
قابل مشاهده است. پیک‌های جذبی در ۱۰۵۷، ۱۱۳۴، ۱۲۴۱، ۷۹۵ و 462 cm^{-1} به ترتیب مربوط به ارتعاشات کششی متقارن، نامتقارن و ارتعاشات خمشی Si-O-Si است که نشان‌دهنده شکل‌گیری شبکه سیلیکا است [۴].



شکل ۵- طیف FT-IR

۳-۴- فاز بلوری

برای شناسایی فاز بلوری محصول نیز الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) آن تهیه شد که در شکل ۶ آورده شده است. در الگوی گستره پهن که در محدوده $2\theta = 20^\circ - 80^\circ$ مربوط به این محصول تهیه شد، یک پیک پهن و بلند در $2\theta = 23^\circ$ مشاهده شد که بیانگر آمورف (بی شکل) بودن سیلیکای رسوبی تهیه شده با فرمول شیمیایی SiO_2 است [۱۲ و ۱۳]. به طور معمول در این ترکیبات فاز بلوری دیده نمی‌شود. در محدوده بررسی شده نیز پیکی ناشی از حضور ناخالصی‌ها در محصول سیلیکای رسوبی تهیه شده دیده نشد.



شکل ۶- الگوی پراش اشعه ایکس (XRD)

که بیان‌کننده میزان رطوبت نهان نمونه بود و در این طرح، مقدار ۱۱٪ محاسبه شد که در محدوده تعیین شده برای رطوبت نهان (۸-۱۲)٪ در محصول تجاری سیلیکای رسوبی در صنعت لاستیک است.

۳-۸-pH

مخلوط آبی ۵٪ وزنی از محصول سیلیکای رسوبی تهیه شده و پس از ۱۵ دقیقه هم خوردن، pH آن با pH متر اندازه‌گیری شد و مقدار ۶/۵-۷ را نشان داده شد که در محدوده pH تعریف شده (۶-۷/۵) برای محصول سیلیکای رسوبی تجاری در صنعت لاستیک بود.

۴. نتیجه‌گیری

ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی محصول سیلیکای رسوبی بستگی مستقیم به شرایط تهیه آن دارد و عواملی چون غلظت مواد اولیه، دوز ورودی اسید، کنترل pH در حین فرایند، نوع همزن و سرعت آن، کنترل دمای فرایند، زمان واکنش، روش شستشو و خشک‌کردن محصول نهایی از مهم‌ترین عوامل تأثیرگذار بر روی خواص محصول سیلیکای رسوبی هستند. نانوذرات سیلیکای رسوبی به‌دست‌آمده دارای مساحت سطح ویژه $180 \text{ m}^2/\text{g}$ ، قطر حفره‌های داخلی 16 nm ، دانسیته 1.95 g/cm^3 ، pH نهایی ۶/۵-۷ و میزان رطوبت ظاهری ۶٪ و میزان رطوبت نهان ۱۱٪ است. همچنین، آنالیزهای SEM و TEM، اندازه ذرات $30-50 \text{ nm}$ با توزیع یکنواخت و بدون کلوخه شدن را نشان دادند.

۵. قدردانی

از دانشگاه علم و صنعت ایران بابت فراهم نمودن امکانات لازم جهت انجام این کار پژوهشی نهایت تشکر و قدردانی را داریم.

مولکول‌های آب با سطح سیلیکا پیوند شیمیایی هیدروژنی برقرار می‌کنند. ماهیت آب دوستی سطح سیلیکا و تمایل آن برای تشکیل پیوندهای هیدروژنی با مولکول‌های آب، منجر به اشباع شدن سطح سیلیکای رسوبی از مولکول‌های آب شده و در مخلوط با مواد پلیمری در لاستیک باعث جلوگیری از پراکنش مناسب و یکنواخت در حین اختلاط می‌شود. در نتیجه، غالباً ویژگی‌های نامطلوب ولکانشی را به دنبال دارد و از مخلوط مواد پلیمری پس‌زده می‌شود. از معیارهای مهم برای ارزیابی عملکرد سیلیکای رسوبی در لاستیک، همین خصوصیت است و براین‌اساس میزان رطوبت موجود در محصول با چندین تست مشخص و ارزیابی می‌شود.

رطوبتی که به آن اشاره شد، در واقع رطوبت ظاهری است که در دمای 105°C درجه سانتی‌گراد و ۲ ساعت خارج می‌شود. افزون بر وجود این آب (رطوبت)، مولکول‌های آبی در شبکه سیلیکا وجود دارند که با پیوندهای قوی‌تر حبس شده‌اند و فقط در دماهای بالا از سیلیکا خارج می‌شوند. به این نوع آب، آب نهان متصل شده می‌گویند. آب نهان در سیلیکا در دمای بالاتر از 250°C درجه سانتی‌گراد شروع به خارج شدن می‌کند. به طور کلی با حرارت دادن سیلیکا تا 1000°C درجه سانتی‌گراد گروه‌های سیلانول و آب نهان سیلیکا به صورت کامل خارج می‌شود. بر این اساس، میزان رطوبت در محصول سیلیکای رسوبی پس از خشک شدن در دو مرحله تعیین می‌شود.

در مرحله نخست محصول به مدت ۲ ساعت در دمای 105°C درجه سانتی‌گراد حرارت داده شده و وزن قبل و بعد از حرارت به دقت اندازه‌گیری می‌شود که بیان‌کننده میزان رطوبت ظاهری نمونه است که در این طرح، میزان آن ۶٪ محاسبه شد که در محدوده تعیین شده برای رطوبت ظاهری (۴-۷)٪ در محصول تجاری سیلیکای رسوبی در صنعت لاستیک بود. در مرحله بعد برای تعیین میزان رطوبت نهان در محصول، به مدت ۲ ساعت در دمای 950°C درجه سانتی‌گراد حرارت داده شد و وزن قبل و بعد از حرارت به دقت اندازه‌گیری شد.

منابع

1. Kirk-Othmer., Encyclopedia of Chemical Technology, 21(1978) 350-450.
2. Iler, R.K., "The Chemistry of Silica", Jone Wiley & Sons Inc. N. Y, 3 (1979) 554-568.
3. کلاهدوزان حمیده، "تهیه و تعیین ویژگی‌های نانوسیلیکای تهیه شده به روش رسوبگیری"، نشریه علوم و فناوری رنگ، ۵۷-۶۶ (۱۳۸۷) (۱) ۲.
4. Joni, I., "Synthesis of Silica Particles by Precipitation Method of Sodium Silicate: Effect of Temperature, pH and Mixing Technique", AIP Conference Proceedings, 2219 (2020) 080018.
5. Chevallier, Y., Prat, E., "Precipitated silica", Patent/US6169135B1/en, 2001.
6. Hendrik Dokter, W., Tijburg, I. I. M., "Silice precipitee, procede de sa production, et son utilisation", Patent/EP1200346B1, 2003.
7. Esch, H., Gori, U., Kuhlmann, R., Rausch, R., "Precipitated silica", Patent/ US20050282951A1, 2005.
8. محمدی مهدیه، "سنتز نانو سیلیکا به روش رسوب‌گذاری با کاربرد عوامل فعال‌کننده‌ی سطحی"، مجله مواد نوین، ۶۳-۷۳ (۱۳۹۰) (۳) ۱.
9. وحدانی غلامرضا، "بهینه‌سازی روش شستشو و خشک کردن سیلیکای رسوبی مورد استفاده در صنایع لاستیک‌سازی"، نشریه شیمی و مهندسی شیمی ایران، ۲۹-۳۵ (۱۳۸۵) (۳) ۲۵.
10. Maus, R., Barthel, T., Klasen, C.J., "Precipitated silicas having a narrow particle size distribution", Patent/ US20020150528A1, 2002.
11. Mujkanović, A., Jovanović, M., "Synthesis of precipitated silica from sodium silicate solution by carbonation method", Periodicals of Engineering and Natural Sciences, 9(2) (2021) 808-819.
12. Sholeh, M., Rochmadi, R., Sulisty, H., Budhijanto, B., "Synthesis of precipitated silica from bagasse ash as reinforcing filler in rubber", IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 778 (2020) 012012.
13. Surya, I., Anwar Harahap, K., "Synthesis and characterization of precipitated silica from coal fly ash", AIP Conference Proceedings, 2626(1) (2023) 070003.

IRM

Production of precipitated silica nanoparticles as a filler-reinforcer material for the rubber industry

Marzieh Haghverdi^{*1}, Azadeh Tadjarodi²

1- PhD Iran University of Science and Technology, Department of Chemistry, Tehran, Iran

2 - PhD, Professor, Department of Chemistry Faculty Member Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

*Corresponding author Email:marziehhaghverdi@yahoo.com

Abstract

This project involves providing a simple, cheap and efficient industrial method for producing precipitated silica nanoparticles in a way that is able to provide all the desired characteristics of this product in accordance with the necessary standards of the rubber industry. In this project, factors such as raw material concentration, acid input dose, pH control during the process, type of agitator and its speed, process temperature control, reaction time, washing method and drying of the final product, which are the most important factors affecting the properties of precipitated silica, were carefully designed and engineered separately and then overall and in relation to each other, so that while reducing the overall production process time, reducing energy consumption and eliminating expensive materials (stabilizers) from the production process, the complexities of the process are also properly analyzed and evaluated so that a logical and simple solution can be provided to achieve a precipitated silica product with all the desired characteristics. Finally, precipitated silica nanoparticles with a BET specific surface area of 180 m²/g, an pore diameter of 16 nm, a density of 1.95 g/cm³, a particle size of 30-50 nm with uniform distribution and no agglomeration, a final pH of 6.5-7, and the apparent moisture content 6% and latent moisture content 11%, were prepared.

Keywords:Sodium Silicate, Nanoparticles, Precipitated Silica, Filler-Reinforcer, Rubber Industry.