

Preparation of SiO₂ Anticaking Agent by Acidification Precipitation Method

Mo Zhou¹, Caiyun Lu¹, Zhengfeng Yin², Lei Shi¹

¹College of Chemistry, Chemical Engineering and Environmental Engineering, Liaoning Shihua University, Fushun Liaoning

²Liaoning Provincial Communication Planning & Design Institute Co., Ltd., Shenyang Liaoning
Email: cylucy@126.com

Received: Aug. 17th, 2017; accepted: Aug. 31st, 2017; published: Sep. 5th, 2017

Abstract

SiO₂ anticaking agent is a kind of white fluffy powder, which can prevent the product from forming caking due to moisture absorption or pressure, and easy to absorb moisture from the air because of its adsorption. SiO₂ anticaking agent is mainly added to particles and powder food to prevent particles or powder food aggregation, agglomeration, and maintain its loose or free flowing. In this study, sodium silicate and sulfuric acid were used as raw materials, SiO₂ was prepared by acid precipitation under the action of magnetic field in sodium sulfate inorganic solution, the pH value of solution retained at 7 - 8, and the yield and grain size of the SiO₂ anticaking agent at different temperatures were studied. The results showed that with the increase of temperature, the yield of SiO₂ anticaking agent gradually increased, the yield is only 62.3% at 50°C, and it reached to 87.2% at 90°C; furthermore, with the increase of temperature, the particle size of SiO₂ anticaking agent increased, and the particle size of the anticaking agent is 2 - 9 μm. In order to meet this requirement, the preparation temperature of the SiO₂ should not exceed 70°C.

Keywords

SiO₂ Anticaking Agent, Acidification Precipitation, Yield, Particle Size

酸化沉淀法制取二氧化硅抗结剂

周 墨¹, 陆彩云¹, 尹正风², 石 磊¹

¹辽宁石油化工大学化学化工与环境学部, 辽宁 抚顺

²辽宁省交通规划设计院有限责任公司, 辽宁 沈阳
Email: cylucy@126.com

收稿日期: 2017年8月17日; 录用日期: 2017年8月31日; 发布日期: 2017年9月5日

摘要

SiO₂抗结剂是一种白色蓬松粉末，能解决产品因吸潮受压形成的结块，同时具有吸附作用，吸湿或易从空气中吸收水分。主要被添加于颗粒、粉末状食品中防止颗粒或粉末食品的聚集结块，保持其松散或自由流动。本研究以水玻璃和硫酸为原料，在硫酸钠无机盐溶液中，在磁场作用下用酸化沉淀法制备二氧化硅抗结剂，控制反应的pH值为7~8，研究在不同温度下制得的SiO₂抗结剂的收得率和粒度。结果表明，随着温度的升高，SiO₂抗结剂的收得率逐渐增加，50℃时收得率仅为62.3%，温度达到90℃时，收得率达到87.2%；随着温度的升高，SiO₂抗结剂的粒度增大，为了满足抗结剂粒度2~9 μm的要求，SiO₂抗结剂的制备温度不宜超过70℃。

关键词

SiO₂抗结剂，酸化沉淀法，收得率，粒度

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

抗结剂又称抗结块剂，是用于防止颗粒或粉末食品聚集结块，保持其松散或自由流动状态的食品添加剂。我国目前允许使用的抗结剂有亚铁氰化钾、硅铝酸钠、磷酸三钙、二氧化硅、微晶纤维素五种[1] [2] [3]。此外，国外允许使用的还有硅酸铝、硅酸铝钙、硅酸钙、硬脂酸钙、碳酸镁、硬脂酸镁、硅酸镁、高岭土、滑石粉和亚铁氰化钠等[4] [5] [6]。21世纪以来，随着食品行业的发展，抗结剂在食品领域的应用日益广泛，相关研究也越来越多。二氧化硅也称无定形二氧化硅，其性能特点是：严格的粒度分布、大的比表面积；高孔隙率、低堆密度；高透明度、高补强性；吸附力强等[7] [8]。制备二氧化硅抗结剂的方法可分为干式法和湿式法两种[9] [10]。干式法反应设备复杂，投资大，操作难度大。湿式法工艺简单，投资少[11] [12] [13]。本研究以水玻璃和硫酸为原料，在磁场作用下，在无机盐溶液中用湿式沉淀法[14] [15]制备二氧化硅抗结剂，控制反应的pH值保持在7~8，研究温度对二氧化硅抗结剂的收得率和粒度的影响。

2. 实验

2.1. 实验原料

本研究使用的实验原料及规格如表1所示。

Table 1. Main reagents in the test

表 1. 试验中主要试剂

试剂名称	化学式	规格
硅酸钠·九水	Na ₂ SiO ₃ ·9H ₂ O	22.8%~23.5%
硫酸	H ₂ SO ₄	98%
氯化钡	BaCl ₂ ·2H ₂ O	>99.5%
硫酸钠	Na ₂ SO ₄	分析纯
酚酞试剂	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	分析纯

2.2. 实验流程

首先将水玻璃进行稀释,再用热水配置 Na_2SO_4 溶液,滴加两滴酚酞,在磁场作用下,在不同的温度下(50°C 、 60°C 、 70°C 、 80°C 、 90°C)恒温搅拌溶液,交替加入水玻璃和硫酸,使体系的 pH 值维持在 7~8 之间,水玻璃加完后,继续恒温搅拌 10 分钟,静置,抽滤出沉淀,然后用热水洗涤沉淀至无 SO_4^{2-} ,用 BaCl_2 检验,将制得的沉淀在烘箱中烘干,研磨得成品。在磁场作用下,水玻璃和硫酸在硫酸钠无机盐溶液中发生的化学反应如下所示[16] [17] [18]:



2.3. 研究方法

首先研究在磁场作用下,以水玻璃和硫酸为原料采用酸化沉淀法制取 SiO_2 抗结剂的收得率;其次是采用马尔文激光粒度仪检测温度对制得的 SiO_2 抗结剂粒度的影响。

3. 实验结果与讨论

3.1. 温度对 SiO_2 抗结剂收得率的影响

由图 1 可知,在相同的磁场强度下,溶液温度在 50°C ~ 90°C 区间,随着溶液温度的升高, SiO_2 抗结剂的收得率逐渐增加, 50°C 时收得率仅为 62.3%,温度达到 90°C 时,收得率达到 87.2%。

3.2. 温度对 SiO_2 抗结剂粒度的影响

由图 2 可见, 50°C 、 70°C 、 90°C 下制得的粉体的粒度分布图均接近正态分布,由此说明该粉体的一致性好,粒度分布均匀。 50°C 下制得的粉体的平均粒径为 $7.82 \mu\text{m}$, 70°C 下制得的粉体的平均粒径为 $8.96 \mu\text{m}$, 90°C 下制得的粉体的平均粒径为 $11.75 \mu\text{m}$,由此可见,溶液温度升高,沉淀析出的 SiO_2 粒子碰撞聚集长大的活化能升高,从而使其粒径增大。本研究所制备的粉体用作食品抗结剂,要求其粒径为 $2\sim 9 \mu\text{m}$ [19] [20],由此可知,在本实验条件下, 70°C 是制取 SiO_2 食品抗结剂的最高温度。

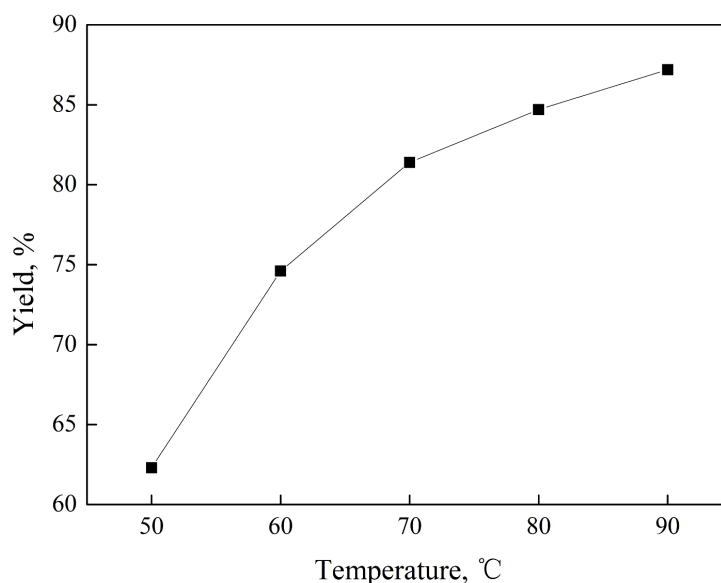


Figure 1. Yield of SiO_2 at different temperatures

图 1. 不同温度下 SiO_2 的收得率

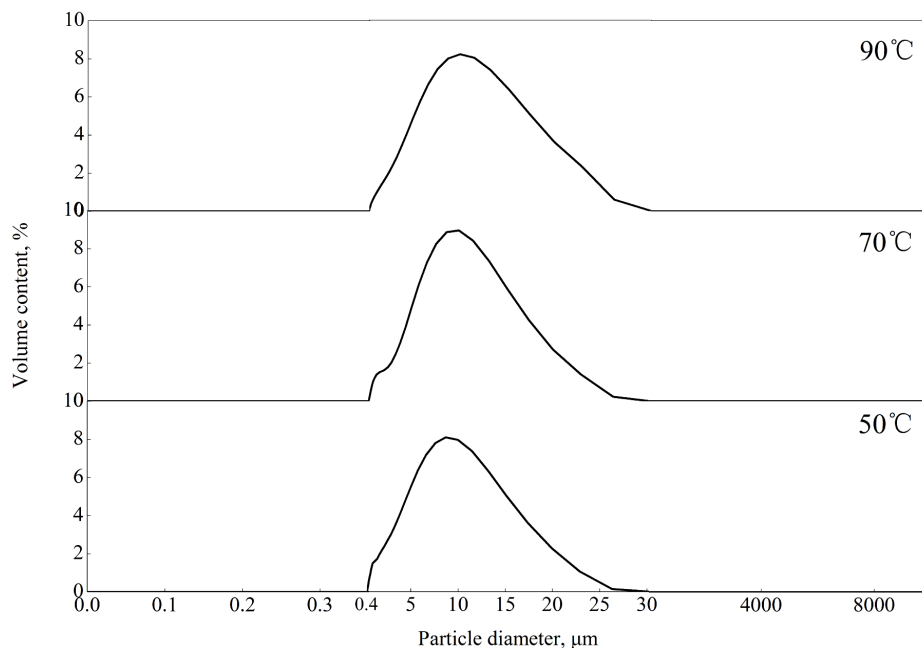


Figure 2. Grain size distribution of SiO₂ anti caking agent at different temperatures
图 2. 不同温度下 SiO₂ 抗结剂的粒度分布

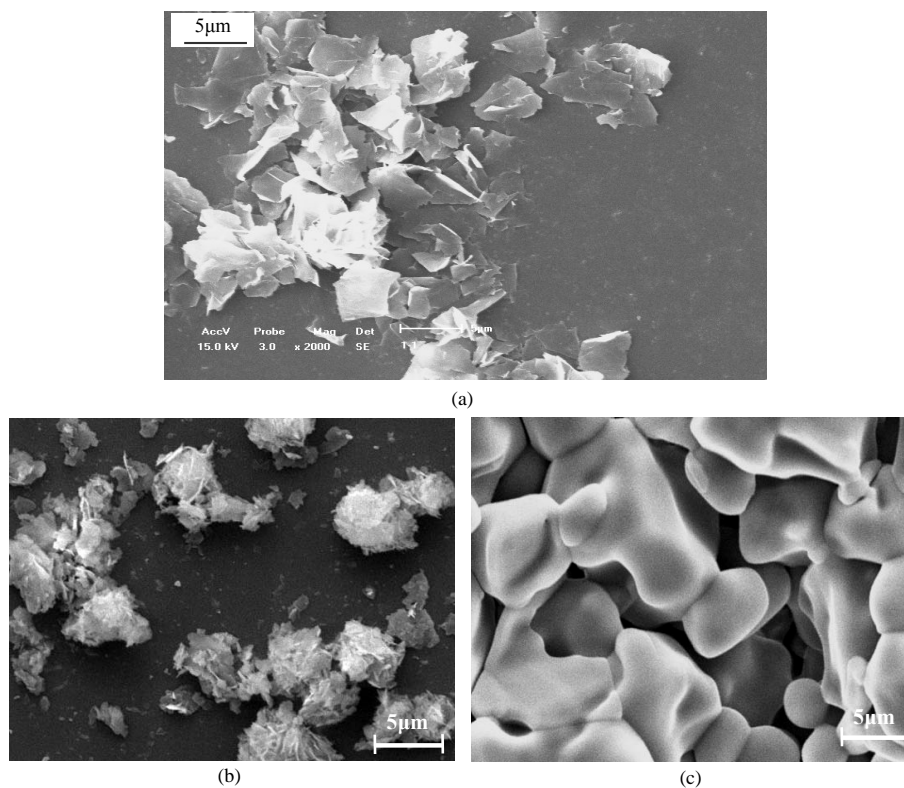


Figure 3. SEM photo of SiO₂ anti caking agent prepared by acidification precipitation (a) Morphology of powders prepared at 50°C; (b) Morphology of powders prepared at 70°C; (c) Morphology of powders prepared at 70°C after 800 × 30 mins corrosion
图 3. 酸化沉淀法制取 SiO₂ 抗结剂的 SEM 照片 (a) 50°C 制得的粉体原貌、(b) 70°C 制得的粉体原貌、(c) 70°C 制得的粉体经 800°C × 30 mins 热蚀后的形貌

3.3. 扫描电镜分析

由图 3 可见, 在磁场作用下, 在 50℃ 下采用酸化沉淀法制得的 SiO₂ 抗结剂为片状堆积粉末, 在 70℃ 制得的是白色蓬松粉末, 粒径在略大于 5 μm。将 70℃ 制得的粉末在 800℃ 下热蚀 30 mins, 由其 SEM 照片可见, 粉磨呈松散堆积的形态, 将此粉末加入油粉产品、蛋白粉、骨粉、香水和其他食物中, 可以解决此类产品由于吸湿结块的问题, 从而保持其松散性或自由流动性。

4. 结论

本研究采用酸化沉淀法在磁场作用下制备 SiO₂ 抗结剂, 研究溶液温度对制得的 SiO₂ 抗结剂收得率和粒度的影响。得出结论如下:

1) 在相同的磁场强度下, 随着溶液温度的升高, SiO₂ 抗结剂的收得率逐渐增加, 温度升高到 90℃ 时, 收得率达到最大, 为 87.2%。

2) 温度升高, 粉体的平均粒径增大, 温度达到 70℃ 时, 粉体的粒径为 8.96 μm, 接近抗结剂要求粒径范围的上限, 随后温度继续升高, 所制得的粉体的粒径仍继续增大, 不满足食品抗结剂要求的粒径为 2~9 μm 的条件, 不能用作食品抗结剂。

参考文献 (References)

- [1] 温辉梁. 食品添加剂生产技术与应用配方[M]. 南昌: 江西科学技术出版社, 2002: 201-202.
- [2] 刘钟栋. 食品添加剂原理及应用技术[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1993: 186-188.
- [3] 江建军. 食品添加剂应用技术[M]. 北京: 科学出版社, 2004: 210-214.
- [4] 郝素娥, 庞满坤, 钟耀广, 等. 食品添加剂制备与应用技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 60-77.
- [5] 高彦祥, 许洪高. 食品添加剂[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2011: 273-277.
- [6] 孙国宝. 食品添加剂[M]. 北京: 化学工业出版社, 2013: 185-187.
- [7] 云津拥. 二氧化硅制备工艺的功能化发展[J]. 天津化工, 2000(4): 4-5.
- [8] 张咏春, 田明, 张立群. 二氧化硅制备、改性、应用进展[J]. 北京化工大学学报, 1998(4): 11-13.
- [9] 乐志强. 微粒子二氧化硅作食品添加剂[J]. 无机盐工业, 1992(3): 40.
- [10] 史炳华. SD 型食品添加剂(SiO₂)的研制与应用[J]. 上海师范大学学报, 1995(4): 59-64.
- [11] 赵丽颖, 郑伟. 沉淀二氧化硅的应用与发展[J]. 牙膏工业, 2001(4): 47-49.
- [12] 王勤. 牙膏用沉淀二氧化硅的性质及其应用研究[J]. 牙膏工业, 2004(2): 37-41.
- [13] 向斌, 韦奉, 杨永锋. 并流式进料沉淀法二氧化硅的制备[J]. 重庆大学学报, 2008, 31(11): 1327-1332.
- [14] 黄永炎. 沉淀法白炭黑的制备、特性及其性能鉴定[J]. 辽宁化工, 1996(2): 8-10.
- [15] 吴雪文, 张海波, 韩团辉, 等. 传统沉淀法制白炭黑的研究进展[J]. 无机盐工业, 2006, 38(4): 9-10.
- [16] 王勤, 肖德辉. 沉淀二氧化硅新工艺的研究[J]. 日用化学工业, 1986(1): 14-16.
- [17] Wang, Y. and Ma, Y. (2006) Study on Ultrafine Silica Materials Prepared by Wet Chemical. *Inorganic Silicon Compound*, **3**, 3-8.
- [18] Ma, H., Ning, Y., Zhu, C., *et al.* (2004) The Relation between the Chemical Index of Precipitated Silica and the Physical Property of Rubber Material. *Inorganic Chemicals Industry*, **6**, 48-50.
- [19] 陈瑶君. 食品添加剂[J]. 中国食品卫生杂志, 2006, 18(1): 93-95.
- [20] 陶国平. 沉淀二氧化硅的应用与发展[J]. 江西化工, 2000(1): 31-33.

期刊投稿者将享受如下服务：

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：ojs@hanspub.org