

KH-570 对 Al_2O_3 粉体的改性研究*陆 荣¹, 景 强², 王吉荣²

(1. 盐城工学院, 江苏 盐城 224003; 2. 南京工业大学, 江苏 南京 210009)

摘 要 :用硅烷偶联剂 KH-570 改性 Al_2O_3 粉体。结果表明 通过对 Al_2O_3 粉体在水-油体系中的分散状态观察发现,改性后的 Al_2O_3 表面由亲水性变为亲油性 通过红外光谱(IR)分析可知,KH-570 与 Al_2O_3 粉体表面发生了化学键合 经扫描电镜(SEM)观察到改性后的 Al_2O_3 粉体不再团聚在一起,得到了有效的分散。

关键词 :KH-570 ; Al_2O_3 表面改性

中图分类号 :TQ33 **文献标识码** :A **文章编号** :1671-5322(2005)04-0034-03

树脂基/无机粉末复合材料集高分子材料和无机粉末的诸多优点于一身,是一种很有前途的复合材料。作为填料的无机粉末按形态来划分有纤维、颗粒、晶须等。无机粒子具有材料来源易得、价格低廉、品种规格多、填充量大、加工能耗低,而且可以减轻对环境的污染以及降低成本等优越性能^[1],所以,在树脂材料的填充、改性中得到广泛地应用。

研究表明,无机粒子填充树脂确实对材料的某些性能大有改善。如通过合理填充,可以提高塑料、橡胶制品的刚性、耐热性和尺寸稳定性,可以改善胶粘剂,油墨和涂料的流变性,稳定性、耐冲击性,还可以提高树脂材料的电气性能、磁性能、耐候性、阻燃性、分散性和加工性能等。但同时也发现,无机粒子填充树脂有时并不能达到预期的效果。例如 无机粒子填充树脂,在提高制品刚度的同时往往会带来制品的冲击强度、断裂伸长率的下降^[2]。这是由于无机微粒子的表面的极性很强,易于团聚,难于均匀分散到树脂基体中的缘故。无机填料的粒径越小,分散性问题将表现得越突出。所以,无论无机粒子粒径大小,在填充树脂材料时,必须对其表面进行改性。

本文用硅烷偶联剂 KH-570 对 Al_2O_3 粉体进行表面改性,以期在用于不饱和树脂基复合材

料中的填料时具有良好的相容性与分散性。

1 实验部分

1.1 实验原料

超细级 Al_2O_3 ,型号 TX-30,河南济源兄弟材料有限公司 硅烷偶联剂 KH-570,工业品,江苏省南京化工研究所;甲苯,冰醋酸,正己烷,甲醇,均为分析纯,均来源于上海凌峰化学试剂有限公司 无水乙醇,分析纯,上海试剂一厂。

1.2 Al_2O_3 粉体的表面改性^[3~6]

将 Al_2O_3 粉体放入干燥箱,在 110℃ 条件下恒温 12h 干燥,与现配的偶联剂的甲苯稀释溶液一起加入 500ml 的四口烧瓶中,四口烧瓶装有冷凝器和搅拌装置,并通入氮气,调节搅拌转速至 300r/min,分散搅拌 15min,然后升温至 90℃,转速也同时调至 600r/min,待甲苯完全挥发时,停止,用乙醇冲洗四口烧瓶上附着的 Al_2O_3 粉体,倒入烧杯,最后将其放入干燥箱,在 100℃ 下烘干。

1.3 Al_2O_3 粉体改性产物的测试及表征^[7~9]

1.3.1 改性氧化铝在水-油两相中的分散状态

将改性好的 Al_2O_3 粉体放入装有水和正己烷的试管中,经超声分散后静置,观察粉体在水油两

* 收稿日期 2005-08-21

作者简介:陆 荣(1976-),女,江苏建湖人,盐城工学院助教,硕士。

相的状态。

1.3.2 红外光谱分析(IR)

通过红外光谱的对照分析可以判断偶联剂与 Al_2O_3 粉体之间的结合状态。

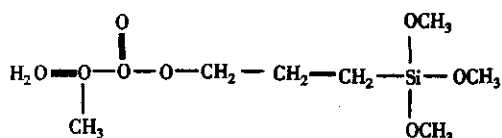
1.3.3 扫描电镜观察(SEM)

用扫描电镜观察改性前后 Al_2O_3 粉体的分散状态。

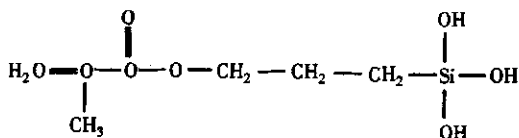
2 结果与讨论

2.1 硅烷偶联剂的改性作用

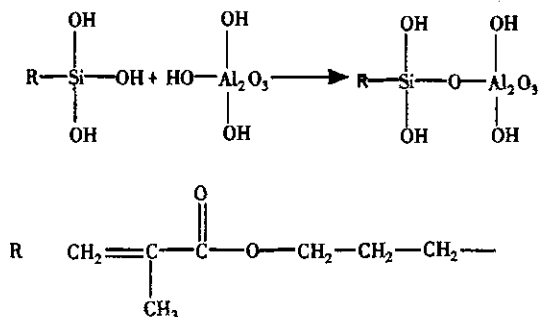
本文所用硅烷偶联剂 KH-570 既有能与无机填料结合的可水解基团,又有能与有机基体结合的基团。其分子结构式为:



易水解成:



其中 $-\text{OH}$ 基能够与 Al_2O_3 表面的 $-\text{OH}$ 基之间产生牢固的键合作用,其中包括 $\text{Si}-\text{OH}$ 基与 $\text{Al}-\text{OH}$ 基的脱水作用、氢键及范德华作用等,生成产物结构示意图如下:



偶联剂另一端含有双键,这样改性好的 Al_2O_3 粉体可进一步参与不饱和树脂的共聚合反应,为复合材料的合成作好准备。

2.2 分散液法观察改性效果

将改性前后的 Al_2O_3 加入相同的水-正己烷体系中,经超声震荡后静止 48h,结果由图 1 可见,右边试管中经改性后的 Al_2O_3 主要存在于有

机相(上层)中,而左边试管中未经改性的 Al_2O_3 主要存在于水相(下层)中,这说明 KH-570 将粉体表面由亲水性改性为亲油性。

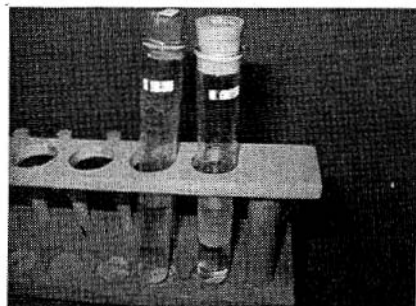


图 1 Al_2O_3 分散现象

Fig. 1 Distracting phenomena of Al_2O_3

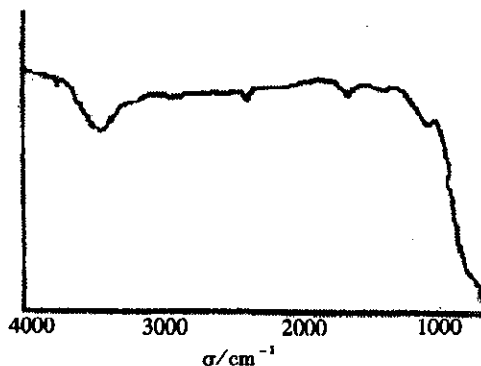


图 2 改性前的 Al_2O_3 红外谱图

Fig. 2 Infrared pedigree chart of unmodified Al_2O_3

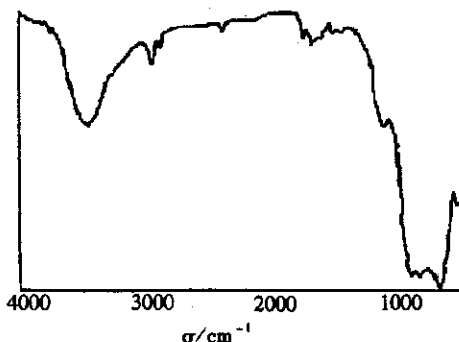


图 3 改性后的 Al_2O_3 红外谱图

Fig. 3 Infrared pedigree chart of modified Al_2O_3

2.3 IR 分析

改性前后的 Al_2O_3 红外谱图如下所示:由上两图对比可见 改性前的 Al_2O_3 谱图在波数为 $1\,000 \sim 4\,000\text{cm}^{-1}$ 范围内没有明显吸收峰(图 2),而改性后的 Al_2O_3 在这一范围出现了一系列吸收峰(图 3),在 $3\,000\text{cm}^{-1}$ 左右出现 C-H 键的伸缩振动吸收峰,可归属于 $-\text{CH}_3$,在 $1\,467\text{cm}^{-1}$ 对应的是 C-H 键的变形振动吸收峰,可归属于 $-\text{CH}_3$ 。

$\text{CH}_2 -$ 而 $1\,720\text{cm}^{-1}$ 对应的是 $-\text{CO}-$ 吸收峰,在 $1\,080\text{cm}^{-1}$ 对应 $\text{Si}-\text{O}$ 伸缩振动吸收峰。由于经过乙醇抽提,表面物理吸附的偶联剂应已被抽掉,可以推测上述新有机吸收峰为 Al_2O_3 与偶联剂化学键合的结果。

2.4 SEM 观察

可以观察到未表面改性的 Al_2O_3 大多以团聚状态存在(图 4),采用 KH-570 改性后的 Al_2O_3 大多是以单个的分散颗粒存在(图 5),得到了有效的分散,这将有利于进一步与树脂基复合制备复合材料。

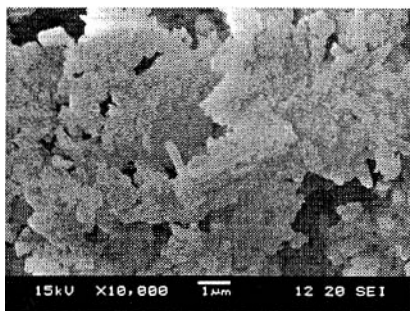


图 4 未表面改性的 Al_2O_3 形貌图

Fig. 4 Surface pattern of surface unmodified Al_2O_3

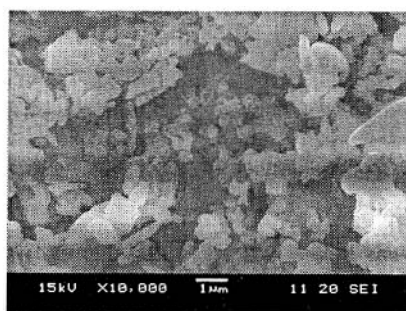


图 5 用 KH-570 改性的 Al_2O_3 的形貌图

Fig. 5 Surface pattern of surface modified Al_2O_3 by KH-570

参考文献:

- [1] [美] L E 尼尔生. 高分子复合材料的力学性能[M]. 北京: 轻工业出版社, 1981.
- [2] 贺鹏, 赵安赤. 树脂改性纳米复合新技术[J]. 高分子通报, 2001, (2): 74-81.
- [3] 尹强, 付廷明, 杨毅, 等. 超细粒子的表面改性研究[J]. 江苏化工, 2002, 30(2): 33-36.
- [4] 沈新璋, 金名惠. 甲基丙烯酸对 SiO_2 纳米微粒的表面原位聚合改性[J]. 应用化学, 2003, 20(10): 1003-1005.
- [5] 吴崇浩, 王世敏. 纳米微粒表面修饰的研究进展[J]. 化工新型材料, 2002, 30(7): 1-5.
- [6] 李爱元, 徐国财. 纳米粉体表面改性技术及应用[J]. 化工新型材料, 2002, 30(10): 25-28.
- [7] 沈上越, 池波. 硅灰石表面改性及效果评价[J]. 矿产保护与利用, 2002, (6): 24-28.
- [8] 李晓娥, 邓红, 樊安. 纳米 TiO_2 粉体的表面有机处理研究[J]. 西北大学学报(自然科学版), 2002, (5): 523-525.
- [9] 韩跃新, 陈经华, 王泽红, 等. 纳米碳酸钙表面改性研究[J]. 矿冶, 2003, 12(1): 48-51.

A Study of Al_2O_3 Powders Surface Modification by KH-570

LU Rong¹, JING Qiang², WANG Ji-rong²

(1. Yancheng Institute of Technology, Jiangsu Yancheng 224003, China ;
2. Nanjing University of Technology, Jiangsu Nanjing 210009, China)

Abstract Al_2O_3 powders are modified by surfactant KH-570. The results show that Al_2O_3 hydrophilic surface has been transferred to hydrophobic via modification by observing its dispersive state; chemical bond combination happens between KH-570 with Al_2O_3 powders surface by IR analysis; it is observed by SEM that Al_2O_3 powders modified are not agglomerated.

Keywords KH-570; Al_2O_3 ; surface modification