

细孔球形硅胶脱附性能的研究

申展¹, 刘瑶华², 罗俊杰¹

(1.中国兵器工业第五九研究所, 重庆 400039; 2.驻重庆地区第五军事代表室, 重庆 400039)

摘要: **目的** 为了获得细孔球形硅胶被完全脱附活化时对应的温度区间, 以及硅胶脱附温度与脱附时间的关系, 为硅胶脱附活化工艺参数的设定提供一定参考。**方法** 通过高低温湿热试验箱让细孔球形硅胶在一定温湿度下充分吸附水分, 再利用电热鼓风干燥箱在特定温度下, 对2层堆积状态下的细孔球形硅胶进行脱附性能实验, 得到脱附性能曲线, 并根据曲线进行分析。**结果** 获得了2层堆积状态下细孔球形硅胶完全脱附活化对应的温度区间, 以及脱附温度与脱附时间的关系, 进一步得出细孔球形硅胶的最佳脱附活化温度区间为120~130℃。**结论** 通过对实验获取的细孔球形硅胶脱附曲线进行脱附性能分析, 为细孔球形硅胶脱附活化工艺参数提供了一定的参考价值。

关键词: 细孔球形硅胶; 吸附; 脱附; 活化; 脱附量

中图分类号: TB485.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2019)19-0187-05

DOI: 10.19554/j.cnki.1001-3563.2019.19.027

Desorption Properties of Fine Porous Spherical Silica Gel

SHEN Zhan¹, LIU Yao-hua¹, LUO Jun-jie²

(1.No.59 Research Institute of Ordnance Industry, Chongqing 400039, China;

2.The Fifth Military Representative Office in Chongqing, Chongqing 400039, China)

ABSTRACT: The work aims to obtain the corresponding temperature range and the relationship between desorption temperature and desorption time when the fine porous spherical silica gel is completely desorbed and activated, so as to provide certain reference for setting the parameters of desorption activation process. The water was absorbed adequately by fine porous spherical silica gel at a certain temperature and humidity through the high and low temperature and humidity test box. Then, the desorption performance of the fine porous spherical silica gel under two-layer stacking state was tested by the electrothermal blast drying box at a specific temperature to obtain the desorption performance curve and analyzed according to the curve. The temperature range corresponding to the complete desorption activation of fine porous spherical silica gel under two-layer stacking state and the relationship between desorption temperature and desorption time were obtained. The optimum desorption activation temperature range of fine porous spherical silica gel further obtained was 120~130 °C. Some reference value for the desorption activation process parameters of the fine porous spherical silica gel is provided through the desorption performance analysis on the desorption curves of fine porous spherical silica gel obtained by experiment.

KEY WORDS: fine porous spherical silica gel; adsorption; desorption; activation; desorption amount

收稿日期: 2019-08-01

作者简介: 申展(1988—), 女, 硕士, 工程师, 主要研究方向为密封包装结构设计和有限元分析。

通信作者: 刘瑶华(1981—), 女, 硕士, 工程师, 主要研究方向为装备质量。

湿度是引发产品锈蚀, 从而导致产品功能失效的主要原因之一, 对贮存环境湿度的控制是提高产品贮存寿命, 也是保证产品可靠性的关键。虽然大气中水蒸气含量相对较低, 但湿度的微小变化却对产品的影响极大, 例如相对过高的湿度会在短时间内直接导致产品发生锈蚀, 进而导致产品功能丧失和性能变差^[1-5]。

表征大气中水蒸气含量的物理参数即是湿度, 常用绝对湿度和相对湿度进行表示。绝对湿度是指在一定气压和一定温度下, 每立方米气体中所含水分的质量; 相对湿度指空气中的绝对湿度与同温度下饱和绝对湿度的比值^[6-8]。

1 吸附除湿的原理和常用材料

1.1 吸附除湿原理

在密闭空间内针对产品的防潮控湿常采用吸附除湿法。吸附除湿的原理是通过吸附材料对水分子产生一定的吸附作用力, 使得水分子从一相转移至另外一相的过程, 从而将密闭空气中的水分含量降低至预期设计的范围内, 达到除湿控湿的目的^[9-12]。吸附除湿根据吸附力性质的不同, 又分为化学吸附和物理吸附 2 大类。化学吸附是指对水分子的吸附力, 是由化学键力产生的, 吸附后吸附材料的化学性质发生一定改变, 整个吸附过程具有不可逆性。物理吸附的吸附力为范德华力, 该力将水分子吸附到吸附材料的表面或分子晶格之间, 吸附过程中吸附材料不发生任何化学反应, 因此吸附过程具有可逆性^[13-14]。

1.2 常用吸附材料

化学吸附材料主要为金属氯化物, 而典型的金属氯化物有氯化钙、氯化锂、氯化镁等。物理吸附材料主要为硅胶、分子筛和活性炭。化学吸附材料中金属氯化物对水的亲和力较强, 吸湿能力强, 缺点是吸附具有不可逆性, 且吸湿后的金属氯化物还有可能会对产品表面产生腐蚀。物理吸附材料中分子筛的基本构成形式为四面体, 通过共用的氧原子结合形成三维网状结构结晶, 利用范德华力在固体骨架表面产生一种表面张力, 使得水分子在表面浓聚, 从而达到除湿控湿的目的。分子筛由于其本身的结构特性, 其在低含水量和低温环境下依旧能保持较强的吸湿能力, 因此常被用于在低温环境下进行深度除湿。分子筛的缺点为价格高, 且循环稳定性较弱。硅胶属于非晶态物质, 具有开放的多孔和高表面积结构, 其通过固体表面的质点与密闭空气中的水分子发生相互吸引, 将其吸附在表面, 达到除湿控湿目的。硅胶的物理和化学性能稳定, 具有较强的吸附性能, 即使在高湿度环境下, 其表面也不会结露, 对产品无腐蚀风险, 因此硅胶作

为典型传统的多孔性物理吸附材料, 在密闭包装容器防潮控湿领域内应用最为广泛, 文中针对特定温度下 A 型细孔球形硅胶的脱附性能展开探讨^[15-17]。

2 细孔球形硅胶脱附性能实验

2.1 细孔球形硅胶材料性能

硅胶制备方法不同, 形成的微孔结构不同, 根据孔径大小可分为 4 种类型, 即 A 型硅胶 (细孔硅胶)、B 型硅胶、C 型硅胶 (粗孔硅胶) 和微球硅胶。文中研究的是以硫酸和硅酸钠为原料制备的优等品细孔球形硅胶。该类硅胶的吸附性能: 在室温 (25 °C) 时, 相对湿度为 20% 的环境下, 对水蒸气的吸附量 (质量分数) 为 11.8%; 在相对湿度为 50% 的环境下, 对水蒸气的吸附量 (质量分数) 为 25.9%; 在相对湿度为 90% 的环境下, 对水蒸气的吸附量 (质量分数) 为 36.2%。

2.2 仪器

实验所用到的仪器有方形搪瓷托盘, 3 件; 量程为 1000 mL 的烧杯, 1 件; 精度为 1 g 的电子称, 1 台; 电热鼓风干燥箱, 1 台; 高低温湿热试验箱, 1 台。主要实验仪器见图 1—2。



图 1 电热鼓风干燥箱

Fig.1 Electrothermal blast drying box



图 2 高低温湿热试验箱

Fig.2 High and low temperature, humidity and heat test box

2.3 方法

2.3.1 吸附实验过程

首先，用 1 L 的烧杯称量 3 份 500 mL 的细孔球形硅胶，将 3 份硅胶均匀平铺于方形托盘中，并进行编号，为 1[#]、2[#]和 3[#]。其次将编号的方形托盘放置于高低温湿热试验箱中，试验箱温度设定为 25 ℃，相对湿度设定为 80%。随后将编号为 1[#]、2[#]和 3[#]的细孔球形硅胶在设定的环境下进行充分吸湿，每隔一定时间对样品进行称重，直至细孔球形硅胶吸湿趋近稳定，达到饱和状态。

2.3.2 脱附实验过程

将编号为 1[#]、2[#]、3[#]饱和状态下的细孔球形硅胶放置在电热鼓风干燥箱中，在设定的特定温度工况下进行脱附实验。电热鼓风干燥箱在温度稳定后，工作时长设定为 8 h，每隔 1 h 采用电子称对细孔球形硅胶进行称重并记录质量。实验结束后，将编号为 1[#]、2[#]、3[#]的细孔球形硅胶再次放入高低温湿热试验箱中，重复上述吸附实验过程，进行充分吸湿。

2.3.3 脱附实验分组和状态

实验一共分为 8 组，每组实验样品数量为 3 份，样品进行脱附实验的状态：细孔球形硅胶体积为 500 mL，充分吸湿后质量约为 (540±5) g，在方形托盘内的放置状态为 2 层堆积状态，在实际使用中硅胶都不会以单层堆积状态出现，因此文中选择 2 层堆积状态的硅胶进行实验。具体的实验分组和脱附环境温度参数设定见表 1。

表 1 实验分组和参数设定
Tab.1 Experimental grouping and parameter setting

实验组别	细孔球形硅胶编号	烘箱设定温度/℃
1组	1 [#] 、2 [#] 、3 [#]	140
2组	1 [#] 、2 [#] 、3 [#]	130
3组	1 [#] 、2 [#] 、3 [#]	120
4组	1 [#] 、2 [#] 、3 [#]	110
5组	1 [#] 、2 [#] 、3 [#]	100
6组	1 [#] 、2 [#] 、3 [#]	90
7组	1 [#] 、2 [#] 、3 [#]	80
8组	1 [#] 、2 [#] 、3 [#]	70

2.4 实验结果

按上述吸附和脱附实验方法进行实验，编号为 1[#]、2[#]、3[#]的细孔球形硅胶在温度为 140、130、120、110、100 ℃环境下，脱附量随时间的变化曲线见图 3。

3 实验结果分析

3.1 脱附曲线分析

由图 3a 可知，当脱附温度为 140 ℃时，2 层堆积状态下的细孔球形硅胶水分被快速脱附，水分脱附量在 1 h 内快速趋于稳定，硅胶质量就由 545 g 左右降低至 405 g 左右，水分脱附质量分数为 34.6%。

由图 3b 可知，当脱附温度为 130 ℃时，细孔球形硅胶在 1 h 内水分被快速脱附，硅胶质量由 545 g 左右降低至 430 g 左右，此时水分脱附质量分数为 26.7%。在 2 h 后，硅胶的水分脱附量趋于稳定，硅胶质量就由 430 g 左右降低至 410 g 左右，1~2 h 内水分脱附质量分数为 4.9%，硅胶总的水分脱附质量分数为 32.9%。

由图 3c 可知，当脱附温度为 120 ℃时，细孔球形硅胶在 1 h 内水分出现快速脱附现象，硅胶质量由 545 g 左右降低至 440 g 左右，水分脱附质量分数为 23.9%。在 2 h 后，硅胶的脱附量趋于稳定，硅胶质量就由 440 g 左右降低至 410 g 左右，1~2 h 内水分脱附质量分数为 7.3%，硅胶总的脱附质量分数为 32.9%。

由图 3d 可知，当脱附温度为 110 ℃时，细孔球形硅胶在 1 h 内出现水分快速脱附现象，硅胶质量由 545 g 左右降低至 450 g 左右，此时间段内水分脱附质量分数为 21.1%。在 4 h 后，硅胶的水分脱附量趋于稳定，硅胶质量就由 450 g 左右降低至 410 g 左右，此时间段内水分脱附质量分数为 9.8%，硅胶总的脱附质量分数为 32.9%。

由图 3e 可知，当脱附温度为 100 ℃时，细孔球形硅胶在 2 h 内水分脱附虽较为快速，但前 1 h 内的水分脱附速率明显快于后 1 h 内的水分脱附速率，硅胶质量由 545 g 左右降低至 420 g 左右，水分脱附质量分数为 29.8%。在 2~4 h 的时间段内，硅胶的脱附量趋于稳定，硅胶质量就由 420 g 左右降低至 410 g 左右，水分脱附质量分数为 2.4%，硅胶总的脱附质量分数为 32.9%。

由图 3f 可知，当脱附温度为 90 ℃时，细孔球形硅胶在 2 h 内水分脱附较为快速，且脱水速率在该时间段上几乎成线性变化，硅胶质量由 545 g 左右降低至 440 g 左右，水分脱附质量分数为 23.9%。随后硅胶的水分脱附量趋于稳定，硅胶质量由 440 g 左右降低至 425 g 左右，水分脱附质量分数为 3.5%，硅胶总的脱附百分比为 28.2%。

由图 3g 可知，当脱附温度为 80 ℃时，细孔球形硅胶在 3 h 内水分的脱附相对较快，脱水速率相对平缓，硅胶重质由 545 g 左右降低至 430 g 左右，水分脱附质量分数为 26.7%。在 3~5 h 的时间段内，硅胶

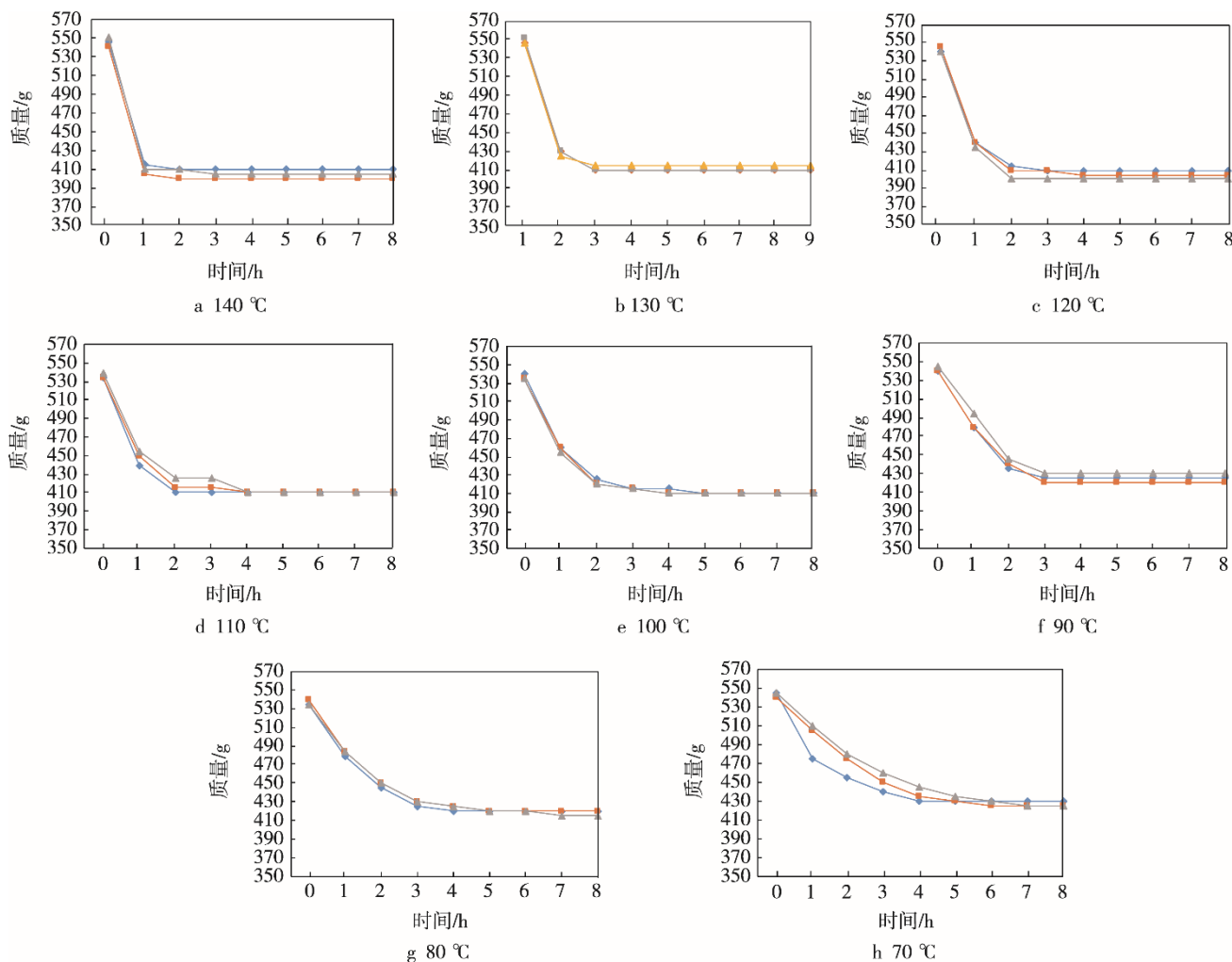


图3 特定温度下细孔球形硅胶的脱附曲线

Fig.3 Desorption curve of the fine porous spherical silica gel at specific temperature

的水分脱附量趋于稳定, 硅胶质量由 430 g 左右降低至 425 g 左右, 脱附质量分数为 1.2%, 硅胶总的水分脱附质量分数为 26.7%。

由图 3h 可以看出, 当脱附温度为 70 °C 时, 细孔球形硅胶在 5 h 内水分脱附较为匀速, 脱水速率平缓, 硅胶质量由 545 g 左右降低至 430 g 左右, 水分脱附质量分数为 26.7%。在 5~7 h 的时间段内, 硅胶的水分脱附量趋于稳定, 硅胶质量就由 430 g 左右降低至 425 g 左右, 水分脱附质量分数为 1.2%, 硅胶总的水分脱附质量分数为 26.7%。

3.2 脱附活化状态分析

基于上述对硅胶脱附曲线的分析可以进一步得出, 当脱附温度为 100~140 °C 时, 细孔球形硅胶能够被完全脱附活化, 硅胶的水分脱附质量分数为 32.9% 左右。当脱附温度在 70~100 °C 时, 即使细孔球形硅胶的水分脱附量趋于稳定, 但其依旧不能够被完全脱附活化, 脱附质量分数为 26.7% 左右。硅胶在不同温度下水分脱附质量分数见表 2。

表2 硅胶在不同温度下的水分脱附质量分数

Tab.2 Water desorption mass fraction of silica gel at different temperatures

实验组别	温度/°C	水分脱附质量分数/%
1	140	34.6
2	130	32.9
3	120	32.9
4	110	32.9
5	100	32.9
6	90	28.2
7	80	26.7
8	70	26.7

3.3 脱附的温度和时间分析

基于上述对脱附曲线的分析也可进一步得出, 2 层堆积状态下的细孔球形硅胶在 140 °C 下, 1 h 即可快速达到完全活化状态; 在 130, 120 °C 时, 细孔球形硅胶均能在 2 h 达到完全活化状态; 在 110, 100 °C 时, 细孔球形硅胶能够在 4 h 达到完全活化状态。结

合脱附时间和活化效率等因素, 认为 120~130 °C 是 2 层堆积状态下细孔球形硅胶最佳的脱附活化温度区间。

4 结语

通过实验研究了吸湿饱和状态下细孔球形硅胶在设定温度下的脱附性能。通过对实验结果进行对比分析, 得出了 2 层堆积状态下细孔球形硅胶被完全脱附活化的温度设定区间, 即 120~130 °C 为最佳脱附活化温度区间。同时, 以脱附实验曲线作为依据, 可筛选出最优的细孔球形硅胶脱附温度和脱附时间组合, 为硅胶活化工艺参数的设定提供一定参考价值。

参考文献:

- [1] FADAR A E. Novel Process for Performance Evaluation of a Solar Continuous Adsorption Cooling System[J]. Energy, 2016, 114: 10—23.
- [2] 蔡建, 詹永富, 胡秉飞. 复合材料密封包装容器干燥控湿设计研究[J]. 包装工程, 2014, 35(3): 112—116.
CAI Jian, ZHAN Yong-fu, HU Bing-fei. Moisture-proof Humidity-control Design of Sealed Composite Packages. Packaging Engineering[J]. 2014, 35(3): 112—116.
- [3] GJB 145—1993, 防护包装规范[S].
GJB 145—1993, Protective Packaging Specification[S].
- [4] SAHA B B, KOYAMA S, LEE J B, et al. Performance Evaluation of a Low Temperature Waste Heat Driven Multi-bed Adsorption Chiller[J]. International Journal of Multiphase Flow, 2017, 132: 172—179.
- [5] 梁杰灿, 叶进聪, 熊贤斌, 等. 煤气化汽提系统阀门选材研究[J]. 流体机械, 2017, 45(5): 51—53.
LIANG Jie-can, YE Jin-cong, XIONG Xian-bin, et al. Study on Valve Selection of Coal Gasification Stripping Unit[J]. Fluid Machinery, 2017, 45(5): 51—53.
- [6] GB/T 5048—1985, 防潮包装[S].
GB/T 5048—1985, Moisture-proof Packaging[S].
- [7] 刘岩, 马春元, 张梦. 硅胶和改性硅胶的吸附解吸特性[J]. 离子交换与吸附, 2018, 34(4): 289—297.
LIU Yan, MA Chun-yuan, ZHANG Meng. Adsorption and Desorption Properties of Silica Gel and Modified Silica Gel[J]. Ion Exchange and Adsorption, 2018, 34(4): 289—297.
- [8] MITRA S, KUMAR P, SRINIVASAN K, et al. Performance Evaluation of a Two-stage Silica Gel+water Adsorption based Cooling-cum-desalination System[J]. International Journal of Refrigeration, 2015, 58: 186—198.
- [9] 许峰, 吴宣楠, 葛天舒, 等. 基于硅胶干燥剂的多孔基材性能测试[J]. 制冷学报, 2018, 39(6): 64—72.
XU Feng, WU Xuan-nan, GE Tian-shu, et al. Performance Test on Porous Substrate Materials Based on Silica Gel Desiccant[J]. Journal of Refrigeration, 2018, 39(6): 64—72.
- [10] 赵振国. 吸附作用应用原理[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
ZHAO Zhen-Guo. Application Principle of Adsorption [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005.
- [11] 胡雷鸣, 葛天舒, 江宇, 等. 金属基复合吸附剂的吸湿性能测试[J]. 制冷学报, 2014, 35(2): 69—75.
HU Lei-ming, GE Tian-shu, JIANG Yu, et al. Hygroscopic Property of Metal Matrix Composite Desiccant[J]. Journal of Refrigeration, 2014, 35(2): 69—75.
- [12] 朱斌祥, 孙李, 喻志强, 等. 太阳能驱动吸收式与吸附式制冷技术的比较分析研究[J]. 流体机械, 2016, 44(1): 81—86.
ZHU Bin-xiang, SUN Li, YU Zhi-qiang, et al. Comparison and Analytical Investigation of Solar Powered Absorption Refrigeration and Adsorption Refrigeration[J]. Fluid Machinery, 2016, 44(1): 81—86.
- [13] GE T S, LI Y, WANG R A, et al. A Review of the Mathematical Models for Predicting Rotary Desiccant Wheel[J]. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2008, 12(6): 1485—1528.
- [14] 何贤培. 干燥剂吸湿率测试方法的探讨[J]. 广东化工, 2019, 9(46): 85—86.
HE Xian-pei. Test Method of Water Absorption of Desiccant[J]. Guangdong Chemical Industry, 2019, 9(46): 85—86.
- [15] 龚丽霞, 王如竹, 陈传涓. 复合吸附剂的基质选择与动态吸附性能测试[J]. 化工学报, 2010, 61(S2): 25—29.
GONG Li-xia, WANG Ru-zhu, CHEN Chuan-juan. Matrix Selection and Experimental Study on Kinetics of Composite Adsorption Employing Lithium Chloride in Silica Gel[J]. CIESC Journal, 2010, 61(S2): 25—29.
- [16] ZHENG X, GE T S, WANG R A, et al. Performance Study of Composite Silica Gels with Different Pore Sizes and Different Impregnating Hygroscopic Salts[J]. Chemical Engineering Science, 2014, 120: 1—9.
- [17] 辛凤, 苑中显, 王文超. 变色硅胶与 ZSM-5 沸石分子筛的吸附脱附特性[J]. 化工进展, 2015, 34(6): 1730—1736.
XIN Feng, YUAN Zhong-xian, WANG Wen-chao. Adsorption and Desorption Characteristics of Chromotropic Silica Gel and ZSM-5 Zeolite[J]. Chemical Industry and Engineering Process, 2015, 34(6): 1730—1736.