

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102602943 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 25

(21) 申请号 201210078461. 1

(22) 申请日 2012. 03. 22

(71) 申请人 陕西盟创纳米新型材料股份有限公司

地址 710075 陕西省咸阳市渭阳西路 63 号

(72) 发明人 陈国 张君

(74) 专利代理机构 西安西交通盛知识产权代理有限公司 61217

代理人 陈翠兰

(51) Int. Cl.

C01B 33/16 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法

(57) 摘要

本发明公开了一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,包括下述步骤:1) 先将有机硅与溶剂按质量比于容器中混合;2) 按照水与催化剂质量比混合后,将该催化剂溶液缓慢加入到搅拌中的前述混合溶液中,搅拌均匀;3) 将步骤 2) 得到的溶液静置至澄清透明,将容器封口等待老化凝胶;4) 将老化后的凝胶移至干燥设备中,干燥,既得二氧化硅气凝胶。该方法使气凝胶的生产成本降低,时间缩短,提高了生产效率,便于推广应用。

1. 一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,其特征在于,该方法包括下述步骤:

1) 先将有机硅与溶剂按质量比为 1-30 : 100 的比例于容器中混合;

2) 按照水与催化剂质量比为 5 : 1 的比例混合后,将该催化剂溶液缓慢加入到搅拌中的前述混合溶液中,搅拌均匀;

3) 将步骤 2) 得到的溶液静置 0.5-1 小时至澄清透明,将容器封口等待老化凝胶 4-8 小时;

4) 将老化后的凝胶移至干燥设备中,于 290-320℃,8-23.5MPa 条件下干燥 10-15 小时,得二氧化硅气凝胶。

2. 根据权利要求 1 所述的一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,其特征在于,所述有机硅包括硅烷、硅酸酯、硅醇盐或硅橡胶。

3. 根据权利要求 2 所述的一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,其特征在于,所述硅烷为八甲基环四硅氧烷或六甲基二硅醚。

4. 根据权利要求 2 所述的一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,其特征在于,所述硅酸酯为正硅酸甲酯或正硅酸乙酯。

5. 根据权利要求 2 所述的一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,其特征在于,所述硅醇盐为甲基硅醇钠。

6. 根据权利要求 2 所述的一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,其特征在于,所述硅橡胶为甲基乙烯基苯基硅橡胶。

7. 根据权利要求 1 所述的一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,其特征在于,所述溶剂为甲醇、乙醇、异丙醇或正丁醇。

8. 根据权利要求 1 所述的一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,其特征在于,所述催化剂为有机酸、有机碱或无机碱的水溶液;所述有机酸是乙酸、柠檬酸或抗坏血酸中的一种或几种;所述有机碱是乙醇胺或甲酰胺;所述无机碱是氨水或氢氧化钠。

9. 根据权利要求 1 或 8 所述的一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,其特征在于,所述催化剂是单纯的碱溶液或按照下述步骤配制的缓和催化剂溶液:

将有机酸中的乙酸、柠檬酸或抗坏血酸中的一种或几种与有机碱中的乙醇胺或甲酰胺或无机碱中的氨水或碳酸钠中的一种或几种,各自配成 1mol/l 的溶液并按照体积比 0.5-1 : 2-3 的比例混合成缓和催化剂溶液。

一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法

技术领域

[0001] 本发明属于材料制备领域,具体涉及一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法。

背景技术

[0002] 现有技术制备二氧化硅湿凝胶主要有以下几种:1. 酸碱两步溶胶-凝胶法;2. 酸一步法制备溶胶凝胶。其中第一种方案需要在加热状态下进行酸解,溶胶过程约需5小时,凝胶老化过程约需5-8天;第二种方案也需要加热,溶胶过程需要3小时,凝胶老化过程约需10-15天。这两种方案制备一批气凝胶,从溶胶-凝胶老化-气凝胶形成需要10-15天时间。这样漫长的生产周期给气凝胶的生产增加了巨大的成本,较低的生产效率也给气凝胶的运用推广带来了阻碍。

发明内容

[0003] 针对现有技术中存在的问题和不足,本发明的目的在于提供一种一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,该方法使气凝胶的生产成本降低,时间缩短,提高了生产效率,便于推广应用。

[0004] 本发明的目的是通过下述技术方案来实现的。

[0005] 一步法快速制备高性能纳米二氧化硅气凝胶的方法,该方法包括下述步骤:

[0006] 1) 先将有机硅与溶剂按质量比为1-30:100的比例于容器中混合;

[0007] 2) 按照水与催化剂质量比为5:1的比例混合后,将该催化剂溶液缓慢加入到搅拌中的前述混合溶液中,搅拌均匀;

[0008] 3) 将步骤2)得到的溶液静置0.5-1小时至澄清透明,将容器封口等待老化凝胶4-8小时;

[0009] 4) 将老化后的凝胶移至干燥设备中,于290-320℃,8-23.5MPa条件下干燥10-15小时,得二氧化硅气凝胶。

[0010] 本发明进一步的特征在于:

[0011] 所述有机硅包括硅烷、硅酸酯、硅醇盐或有机硅橡胶。所述硅烷为八甲基环四硅氧烷或六甲基二硅醚;所述硅酸酯为正硅酸甲酯或正硅酸乙酯;所述硅醇盐为甲基硅醇钠;所述硅橡胶为甲基乙烯基苯基硅橡胶。

[0012] 所述溶剂为甲醇、乙醇、异丙醇或正丁醇。

[0013] 所述催化剂为有机酸、有机碱或无机碱的水溶液;所述有机酸是乙酸、柠檬酸或抗坏血酸中的一种或几种;所述有机碱是乙醇胺或甲酰胺;所述无机碱是氨水或氢氧化钠。

[0014] 所述催化剂是单纯的碱溶液或按照下述步骤配制的缓和催化剂溶液:

[0015] 将有机酸中的乙酸、柠檬酸或抗坏血酸中的一种或几种与有机碱中的乙醇胺或甲酰胺或无机碱中的氨水或碳酸钠中的一种或几种,各自配成1mol/l的溶液并按照体积比0.5-1:2-3的比例混合成缓和催化剂溶液。

[0016] 本发明制备优质的二氧化硅气凝胶原料的选择是很重要的,通过主要对有机硅、溶剂、催化剂等进行选择,其中有机硅主要以硅烷和硅酸酯以及硅醇盐或硅橡胶等为主,如八甲基环四硅氧烷、六甲基二硅醚、正硅酸乙酯、硅橡胶、硅树脂等;溶剂的选择视硅源水解的产物而定,在低分子醇中选择,如甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇等等;催化剂的选择主要根据溶胶凝胶过程决定的,选择有机酸或(和)有机(无机)碱和水,有机酸可以是乙酸、柠檬酸、抗坏血酸中的一种或几种;碱可以是各类有机胺类或常见的无机碱,其中必不可少的是水,因为溶胶的过程实际上是水解的过程,而凝胶的过程是缩合的过程,要得到高品质的气凝胶,溶胶的过程很关键,其决定凝胶的过程是否顺利以及形成的凝胶的品质。

[0017] 本发明的有益效果以生产 10 公斤气凝胶为例:传统技术需要溶剂 80-100 升,有机硅 30 公斤,辅材 5 公斤左右,溶胶凝胶过程耗时 5-8 天,其中在溶胶凝胶过程中的能耗约 100 千瓦时,人工约 3 个工时。使用本发明同样生产 10 公斤气凝胶,需要溶剂 80-100 升,有机硅 30 公斤,辅材 1 公斤左右,溶胶凝胶过程耗时 3 小时,其中在溶胶凝胶过程中的能耗约 1 千瓦时,人工约 0.1 个工时。其改进之处在于将现有技术的溶胶凝胶时间缩短,节约了时间,提高了生产效率。

[0018] 在产品性能方面,使用传统方法生产的气凝胶其常温导热系数是 0.015-0.02w/m.k,而使用本发明生产的气凝胶常温导热系数在 0.006-0.015w/m.k。

具体实施方式

[0019] 下面结合具体实施例对纳米氧化硅气凝胶的性能进行说明。

[0020] 实施例 1

[0021] 将 100 升乙醇加入到 30 升正硅酸甲酯或正硅酸乙酯中,充分搅拌,再将 5 公斤水稀释的 1 公斤 30% 的氨水缓慢加入到搅拌中的前述溶液中,加完后继续搅拌直到整个溶液澄清透明(约一小时),将容器封口等待凝胶(约 8 小时)。将老化好的凝胶转移到超临界干燥设备中去进行超临界干燥,其干燥条件是:温度 290℃;压力 23.5MPa(干燥约 10 小时)。经测定该气凝胶密度 80kg/m³,导热系数(25℃)为 0.015w/m.k,气凝胶属于疏水气凝胶。

[0022] 实施例 2

[0023] 将 100 升甲醇加入到 20 升八甲基环四硅氧烷中,充分搅拌,再将 5 公斤水溶解的 1 公斤市售氢氧化钠,缓慢的加入到搅拌的前述溶液中,调节溶液 pH 值为 11,继续搅拌直到整个溶液澄清透明(约一小时),将容器封口等待凝胶(凝胶老化过程约需 4 小时)。将老化好的凝胶转移到超临界干燥设备中去进行超临界干燥,其干燥条件是:温度 290℃;压力 15MPa(干燥约 12 个小时)。经测定该气凝胶密度 60kg/m³,导热系数(25℃)为 0.012w/m.k,气凝胶属于疏水气凝胶。

[0024] 实施例 3

[0025] 将 100 升异丙醇加入到 10 升六甲基二硅醚中,充分搅拌,再将 5 公斤水溶解的 1 公斤乙醇胺,缓慢的加入到搅拌的前述溶液中,调节溶液 pH 值为 9,继续搅拌直到整个溶液澄清透明(约一小时),将容器封口等待凝胶(凝胶老化过程约需 4 小时)。将老化好的凝胶转移到超临界干燥设备中去进行超临界干燥,其干燥条件是:温度 320℃;压力 22MPa(干燥约 12 个小时)。经测定该气凝胶密度 30kg/m³,导热系数(25℃)为 0.010w/m.k,气凝胶

属于疏水气凝胶。

[0026] 实施例 4

[0027] 将 100 升正丁醇加入到 5 升甲基硅醇钠中,充分搅拌,再将用 5 公斤水溶解的 1 公斤甲酰胺,缓慢的加入到搅拌的前述溶液中,调节溶液 pH 值为 8,继续搅拌直到整个溶液澄清透明(约一小时),将容器封口等待凝胶(凝胶老化过程约需 4 小时)。将老化好的凝胶转移到超临界干燥设备中去进行超临界干燥,其干燥条件是:温度 290℃;压力 23.5MPa(干燥约 10 个小时)。经测定该气凝胶密度 15kg/m³,导热系数(25℃)为 0.009w/m.k,气凝胶属于疏水气凝胶。

[0028] 实施例 5

[0029] 将 100 升乙醇加入到 1 升甲基乙烯基苯基硅橡胶中,充分搅拌,再将用 5 公斤水溶解的 1 公斤 30%的氨水,缓慢的加入到搅拌的前述溶液中,调节溶液 pH 值为 9,继续搅拌直到整个溶液澄清透明(约半小时),将容器封口等待凝胶(凝胶老化过程约需 4 小时)。将老化好的凝胶转移到超临界干燥设备中去进行超临界干燥,其干燥条件是:温度 300℃;压力 8MPa(干燥约 15 个小时)。经测定该气凝胶密度 3kg/m³,导热系数(25℃)为 0.006w/m.k,气凝胶属于疏水气凝胶。

[0030] 实施例 6

[0031] 将 100 升乙醇加入到 1 升甲基硅醇钠中,充分搅拌,将 1mol/l 的乙酸 0.5 升和 1mol/l 的柠檬酸 3 升混合成缓和催化剂溶液。缓慢的加入到搅拌的前述溶液中,调节溶液 pH 值为 7.8,继续搅拌直到整个溶液澄清透明(约 1 小时),将容器封口等待凝胶(凝胶老化过程约需 4 小时)。将老化好的凝胶转移到超临界干燥设备中去进行超临界干燥,其干燥条件是:温度 300℃;压力 8MPa(干燥约 15 个小时)。经测定该气凝胶密度 3kg/m³,导热系数(25℃)为 0.006w/m.k,气凝胶属于疏水气凝胶。

[0032] 实施例 7

[0033] 将 100 升乙醇加入到 1 升甲基硅醇钠中,充分搅拌,将 1mol/l 的柠檬酸 1 升和 1mol/l 的氨水 3 升混合成缓和催化剂溶液。缓慢的加入到搅拌的前述溶液中,调节溶液 pH 值为 7.8,继续搅拌直到整个溶液澄清透明(约 1 小时),将容器封口等待凝胶(凝胶老化过程约需 4 小时)。将老化好的凝胶转移到超临界干燥设备中去进行超临界干燥,其干燥条件是:温度 300℃;压力 10MPa(干燥约 15 个小时)。经测定该气凝胶密度 3kg/m³,导热系数(25℃)为 0.006w/m.k,气凝胶属于疏水气凝胶。

[0034] 以上所述,仅为本发明较佳的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。