



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109095883 B

(45) 授权公告日 2021.04.09

(21) 申请号 201810923111.8

(22) 申请日 2018.08.14

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 109095883 A

(43) 申请公布日 2018.12.28

(73) 专利权人 上海康达新能源材料有限公司

地址 201419 上海市奉贤区雷州路1号

(72) 发明人 姚其胜 吴杰

(74) 专利代理机构 上海天翔知识产权代理有限

公司 31224

代理人 吕伴

(51) Int. Cl.

C04B 30/02 (2006.01)

审查员 张春荣

权利要求书3页 说明书6页 附图3页

(54) 发明名称

一种纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料,其特征是,所述复合材料密度范围为 $0.25\sim 0.40\text{g}/\text{cm}^3$,压缩强度20%应变范围能达到 $1\sim 3\text{MPa}$,导热系数范围为 $0.035\sim 0.050\text{W}/\text{mK}$;所述复合材料结构为三维多孔网络状结构。本发明还公开了其制备方法,包括纤维预处理、氧化铝溶胶的制备、纤维与氧化铝-氧化硅溶胶的复合及成型、凝固老化及超临界干燥五个步骤。所制得的纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料,具有密度低和强度高的特性,所用的制备方法工艺简单、原料廉价,可实现大规模制备强度较好的耐高温复合材料,满足各领域应用需求。

1. 一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 纤维的预处理步骤

该步骤是将纤维采用酸处理得到酸处理后的纤维;

(2) 氧化铝溶胶的制备步骤

该步骤是将氧化铝与酸混合后得到氧化铝溶胶;

(3) 纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料复合及成型步骤

该步骤是首先将步骤(2)制备的氧化铝溶胶与碱溶液、氧化硅溶胶混合均匀后得到溶液A;然后将步骤(1)制备的酸处理后的纤维与所述溶液A混合均匀后进行分散得到浆料,接着将浆料倒入成型模具中,压制至氧化铝溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝-氧化硅二元湿凝胶;

(4) 超临界干燥步骤

以乙醇溶剂为干燥介质,将成型好的纤维复合氧化铝-氧化硅二元湿凝胶湿凝放入干燥设备中,预冲1~2MPa的氮气,再以1~ $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速度加热到270 $^{\circ}\text{C}$,保温2小时后,再缓慢释放压力至常压,该放压过程保持温度270 $^{\circ}\text{C}$ 恒定,最后冲扫氮气,冷却至室温后取出即可得纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料。

2. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述纤维的预处理步骤是为除去纤维散棉中的杂质和渣球,将所述纤维置于酸中,搅拌处理,然后过滤、洗涤、烘干后得到酸处理后的纤维。

3. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述酸的摩尔浓度为0.1~2mol/L。

4. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述酸与纤维的质量比为8~20。

5. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述酸处理的时间为12~24h。

6. 如权利要求2所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述洗涤为采用乙醇洗涤2~3次。

7. 如权利要求2所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述烘干为70 $^{\circ}\text{C}$ 。

8. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述的纤维直径为1~10 μm ,纤维长度为10~50mm。

9. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述酸为盐酸溶液。

10. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,所述的纤维为硅酸铝纤维散棉、玄武岩纤维散棉、玻璃纤维散棉、岩棉纤维散棉中的任意一种或两种以上的混合。

11. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(2)中,所述氧化铝溶胶的制备步骤是以氧化铝粉为铝源,将配好的酸倒入容器中搅拌,边搅拌边缓慢加入氧化铝粉,完全加入后将溶液加热至70~90 $^{\circ}\text{C}$,搅拌至

溶液中铝粉完全溶解后形成氧化铝溶胶。

12. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(2)中,所述氧化铝溶胶pH为3.2~4.5。

13. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(2)中,所述的氧化铝与所述酸之间的摩尔比为1:1.1~1.5。

14. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(2)中,所述的酸为硝酸或盐酸中任意一种或两种的混合。

15. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(2)中,所述的氧化铝为200~350目大小的氧化铝粉。

16. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述氧化硅溶胶中的氧化硅、氧化铝溶胶中的氧化铝、碱溶液之间的摩尔比为1:1~8:2.624×10⁻³~5.452×10⁻³。

17. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(3)中所述的碱溶液为NaOH或氨水中的任意一种或两种的混合,用于促进氧化铝的凝胶,缩短凝胶时间。

18. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述将步骤(1)制备的酸处理后的纤维与所述溶液A混合均匀后进行分散得到浆料是指取酸处理后的纤维与溶液A按质量比1:20~40混合形成纤维溶胶,将混合后的纤维溶胶置于分散搅拌器中以2000~3500r/min转速高速搅拌打碎5~10min,将溶胶中的纤维打碎至棉絮状形成浆料。

19. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,所述浆料中的纤维长度为1~10。

20. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述接着将浆料倒入成型模具中,压制至氧化铝溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝的湿凝胶是指把均匀分散的浆料倒入成型模具中,用0.1~1MPa压力压制浆料至氧化铝溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝的湿凝胶。

21. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述的氧化硅溶胶是通过不同硅源制备得到的氧化硅溶胶,所述硅源为正硅酸乙酯(TEOS)、正硅酸甲酯(TMOS)、硅粉中的任意一种或两种以上的混合。

22. 如权利要求1所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(3)中,所述氧化硅溶胶是大连斯诺化学新材料科技有限公司的SS-25型硅溶胶,二氧化硅含量为25%,pH为2.3~3.5,粒径为9~15nm。

23. 如权利要求2至22任一项权利要求所述的一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,其特征在于,在所述步骤(3)和步骤(4)之间增加一凝固老化步骤,该步骤是将步骤(3)制备的纤维复合氧化铝的湿凝胶在室温下用乙醇浸泡24~48h,每8h更换一次乙醇,重复3~6次。

24. 权利要求1至23任一项权利要求所述的一种纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料的制备方法所制备的纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料,其特征在于,该纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料的密度为0.25~0.40g/cm³,压缩强度20%应

变达到1~3MPa,导热系数为0.035~0.050W/mK;结构为三维多孔网络状结构。

一种纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于气凝胶材料技术领域,具体涉及一种纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着航空航天事业的发展,飞行器对隔热材料的要求越来越苛刻,传统的隔热材料在高温段隔热效果或在力学性能方面已经无法满足实际应用的要求,气凝胶作为新型绝热材料,拥有纳米多孔的三维网络结构,具有高比表面积($500\sim 1200\text{m}^2/\text{g}$)、高孔隙率(80~99.8%)、低热导率($0.005\sim 0.02\text{W}/\text{mK}$)、低介电性(1.0~2.0)、低折射率(~ 1.05)等特性,尤其是其所具有的纳米多孔网络结构及其小于50nm的介孔尺寸限制了其内部气体分子的运动,导致它能显著降低固相传热、气相传热及热对流,使得气凝胶具有极低的导热系数,这一特性使得气凝胶在隔热保温方面具有很大的潜力,是保温绝热材料的绝佳选择。这些优异的性能也使得气凝胶在多种领域得到了广泛的应用,如作为高效隔热材料、催化剂及催化剂载体及航空航天材料等。

[0003] 目前,国内外所研究和报道的气凝胶隔热材料中,以二氧化硅气凝胶材料研究最为广泛,但其长期使用温度一般不高于 650°C 。而氧化铝(Al_2O_3)气凝胶不仅具有一般气凝胶的各种特性,而且具有更高的使用温度(长期使用温度高达 950°C),是制备耐高温隔热材料的理想材料,但随着使用温度的继续升高,会产生一系列相变,硅的加入可使其热稳定性提高,氧化铝-氧化硅($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$)气凝胶既能克服纯 SiO_2 气凝胶有效使用温度低的缺点,又能提高氧化铝(Al_2O_3)气凝胶的高温稳定性,而且在一定程度上改善了溶胶的浸渍性。

[0004] 虽然现有的氧化铝-氧化硅($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$)气凝胶虽然耐温性较高,但具有强度低、脆性大的缺点使其很难满足于实际应用,为了更好的适应市场需求和适应一些特殊领域(如航空航天、军事军工等),很有必要制备一种强度较好的纤维增强氧化铝-氧化硅($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$)二元气凝胶复合材料。

发明内容

[0005] 为了克服现有技术存在的上述缺陷,本发明的目的之一在于提供一种纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料,其特征在于,该纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料的密度为 $0.25\sim 0.40\text{g}/\text{cm}^3$,压缩强度20%应变能达到 $1\sim 3\text{MPa}$,导热系数为 $0.035\sim 0.050\text{W}/\text{mK}$;结构为三维多孔网络状结构。

[0006] 本发明的目的之二在于提供一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的制备方法,包括如下步骤:

[0007] (1) 纤维的预处理步骤

[0008] 该步骤是将纤维采用酸处理得到酸处理后的纤维;

[0009] (2) 氧化铝溶胶的制备步骤

- [0010] 该步骤是将氧化铝与酸混合后得到氧化铝溶胶；
- [0011] (3) 纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料复合及成型步骤
- [0012] 该步骤是首先将步骤(2)制备的氧化铝溶胶与碱溶液、氧化硅溶胶混合均匀后得到溶液A；然后将步骤(1)制备的酸处理后的纤维与所述溶液A混合均匀后进行分散得到浆料，接着将浆料倒入成型模具中，压制至氧化铝溶胶凝胶化，得到纤维复合氧化铝-氧化硅二元湿凝胶；
- [0013] (4) 超临界干燥步骤
- [0014] 以乙醇溶剂为干燥介质，将成型好的纤维复合氧化铝-氧化硅二元湿凝胶湿凝放入干燥设备中，预冲1~2MPa的氮气，再以1~2℃/min速度加热到270℃，保温2小时后，再缓慢释放压力至常压，该放压过程保持温度270℃恒定，最后冲扫氮气，冷却至室温后取出即可得纤维增强氧化铝-氧化硅二元气凝胶复合材料。
- [0015] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(1)中，所述纤维的预处理步骤是为除去纤维散棉中的杂质和渣球，将所述纤维置于酸性溶液中，搅拌处理，然后过滤、洗涤、烘干后得到酸处理后的纤维。
- [0016] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(1)中，所述酸溶液的摩尔浓度为0.1~2mol/L。
- [0017] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(1)中，所述酸溶液与纤维的质量比为8~20。
- [0018] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(1)中，所述酸处理的时间为12~24h。
- [0019] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(1)中，所述洗涤为采用乙醇洗涤2~3次。
- [0020] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(1)中，所述烘干为70℃。
- [0021] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(1)中，所述的纤维直径为1~10μm，纤维长度为10~50mm。
- [0022] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(1)中，所述酸溶液为盐酸溶液。
- [0023] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(1)中，所述的纤维为硅酸铝纤维散棉、玄武岩纤维散棉、玻璃纤维散棉、岩棉纤维散棉中的任意一种或两种以上的混合。为制备耐高温(≥1000℃)气凝胶复合材料，优选硅酸铝纤维散棉。
- [0024] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(2)中，所述氧化铝溶胶的制备步骤是以氧化铝粉为铝源，将配好的酸倒入容器中搅拌，边搅拌边缓慢加入氧化铝粉，完全加入后将溶液加热至70~90℃，搅拌至溶液中铝粉完全溶解后形成氧化铝溶胶。
- [0025] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(2)中，所述氧化铝溶胶pH为3.2~4.5。
- [0026] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(2)中，所述的氧化铝与所述酸之间的摩尔比为1:1.1~1.5。
- [0027] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(2)中，所述的酸为硝酸溶液。
- [0028] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(2)中，所述的氧化铝为200~350目大小的氧化铝粉。
- [0029] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(3)中，所述氧化硅溶胶中的氧化硅、氧化铝溶胶中的氧化铝、碱溶液之间的摩尔比为1:1~8:2.624×10⁻³~5.452×10⁻³。
- [0030] 在本发明的一个优选实施例中，步骤(3)中所述的碱溶液为氢氧化钠或氨水中的任何一种或两种的混合，用于促进氧化铝的凝胶，缩短凝胶时间。

[0031] 在本发明的一个优选实施例中,步骤(3)中,所述将步骤(1)制备的酸处理后的纤维与所述溶液A混合均匀后进行分散得到浆料是指取酸处理后的纤维与溶液A按质量比1:20~40混合形成纤维溶胶,将混合后的纤维溶胶置于分散搅拌器中以2000~3500r/min转速高速搅拌打碎5~10min,将溶胶中的纤维打碎至棉絮状形成浆料。

[0032] 在本发明的一个优选实施例中,所述浆料中的纤维长度为1~10mm。

[0033] 在本发明的一个优选实施例中,步骤(3)中,所述接着将浆料倒入成型模具中,压制至氧化铝溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝的湿凝胶是指把均匀分散的浆料倒入成型模具中,用0.1~1MPa压力压制浆料至氧化铝溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝的湿凝胶。

[0034] 在本发明的优选实施例中,步骤(3)中,所述的氧化硅溶胶是通过不同硅源制备得到的氧化硅溶胶,所述硅源为正硅酸乙酯(TEOS)、正硅酸甲酯(TMOS)、硅粉中的任意一种或两种以上的混合。

[0035] 在本发明的一个最优选实施例中,步骤(3)中,所述氧化硅溶胶是大连斯诺化学新材料科技有限公司的SS-25型硅溶胶,二氧化硅含量为25%,pH为2.3~3.5,粒径为9~15nm。

[0036] 在本发明的一个优选实施例中,在所述步骤(3)和步骤(4)之间增加一凝固老化步骤,该步骤是将步骤(3)制备的纤维复合氧化铝的湿凝胶在室温下用乙醇浸泡24~48h,每8h更换一次乙醇,重复3~6次。

[0037] 本发明提供一种纤维增强氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料及其制备方法有如下创新点:

[0038] 1.通过控制纤维散棉的含量、硅溶胶的含量及成型工艺,来控制氧化硅-氧化铝二元气凝胶复合材料的密度和强度;

[0039] 2.该方法的制备工艺和成型工艺简单、原料廉价,可大规模制备强度较好的耐高温复合材料,从而满足各领域应用需求。

附图说明

[0040] 图1a为实施例1的硅酸铝纤维增强 $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 二元气凝胶复合材料俯视图,图中从左至右硅铝摩尔比依次是1:4、1:6、1:8;

[0041] 图1b为实施例1的硅酸铝纤维增强 $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 二元气凝胶复合材料侧视图,图中从左至右硅铝摩尔比依次是1:4、1:6、1:8;

[0042] 图2a为实施例1中硅酸铝纤维/ $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 二元气凝胶复合材料的SEM微观形貌图,放大倍数为350 \times ,标尺为100 μm ;

[0043] 图2b为实施例1中硅酸铝纤维/ $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 二元气凝胶复合材料的SEM微观形貌图,放大倍数为5000 \times ,标尺为10 μm ;

[0044] 图3为实施例1中硅酸铝纤维/ $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 二元气凝胶复合材料的吸附-脱附曲线和孔径分布图;

[0045] 图4为实施例1中硅酸铝纤维/ $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 二元气凝胶复合材料压缩应力-应变曲线。

具体实施方式

[0046] 以下通过实施例对本发明作进一步的说明。

[0047] 实施例1:

[0048] 将15g硅酸铝纤维散棉置于150g物质的量浓度为0.5mol/L盐酸溶液中,搅拌12h进行酸处理,然后将纤维过滤、乙醇洗涤3次,将纤维在70℃下烘干待使用,得到酸处理后的纤维。

[0049] 称量102g (1mol) 氧化铝粉 (250目),取250mL物质的量浓度为1mol/L的硝酸溶液倒入容器中搅拌,边搅拌边缓慢加入氧化铝粉,完全加入后将溶液加热至80℃,搅拌至溶液中铝粉完全溶解后形成铝溶胶。得到的铝溶胶pH为4~5,氧化铝物质的量浓度为4.1mol/L,溶胶粒径为12nm。

[0050] 按照摩尔比氧化硅:氧化铝:氨水溶液=1:4:4.036×10⁻³同时倒入容器中,用搅拌器快速混合搅拌得到溶液A。取8.5g预处理好的纤维散棉,按质量比纤维散棉:溶液A=1:30混合,将混合后纤维溶胶置于分散搅拌器中以3000r/min转速高速搅拌打碎10min,将溶胶中的纤维打碎至棉絮状,且均匀分散在溶胶中,把均匀分散的浆料倒入成型模具中,用0.3MPa压力压制浆料至混合溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝/氧化硅的湿凝胶,得到的复合湿凝胶在室温下用乙醇浸泡老化48h。

[0051] 以乙醇溶剂为干燥介质,将成型好的湿凝胶放入干燥设备中,预冲1.5MPa的氮气,再以1℃/min速度加热到270℃,保温2小时,再以1MPa/h速度缓慢释放压力至常压,该放压过程保持温度270℃恒定,最后冲扫氮气20分钟,冷却至室温后取出即可得SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料,如图1a、图1b所示。

[0052] 用钨灯丝扫描电子显微镜观察SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料微观形貌,结果如图2a、图2b所示;用固体密度计测试超临界干燥得到的硅酸铝纤维/氧化铝气凝胶复合材料,获得密度为0.332g/cm³;用全自动比表面及孔隙分析仪测试气凝胶的比表面积及孔径分布,吸附-脱附曲线和孔径分布如图3所示,得到比表面积为101.36m²/g;用万能试验机测试其抗压强度,应力-应变曲线如图4所示,得到压缩强度20%应变为1.43MPa。

[0053] 实施例2:

[0054] 将15g硅酸铝纤维散棉置于150g物质的量浓度为0.5mol/L盐酸溶液中,搅拌12h进行酸处理,然后将纤维过滤、乙醇洗涤3次,将纤维在70℃下烘干待使用,得到酸处理后的纤维。

[0055] 称量102g (1mol) 氧化铝粉 (250目),取250mL物质的量浓度为1mol/L的硝酸溶液倒入容器中搅拌,边搅拌边缓慢加入氧化铝粉,完全加入后将溶液加热至80℃,搅拌至溶液中铝粉完全溶解后形成铝溶胶。得到的铝溶胶pH为4~5,氧化铝物质的量浓度为4.1mol/L,溶胶粒径为12nm。

[0056] 按照摩尔比氧化硅:氧化铝:氨水溶液=1:2:3.284×10⁻³同时倒入容器中,用搅拌器快速混合搅拌得到溶液A。取8.5g预处理好的纤维散棉,按质量比纤维散棉:溶液A=1:30混合,将混合后纤维溶胶置于分散搅拌器中以3000r/min转速高速搅拌打碎10min,将溶胶中的纤维打碎至棉絮状,且均匀分散在溶胶中,把均匀分散的浆料倒入成型模具中,用0.3MPa压力压制浆料至混合溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝/氧化硅的湿凝胶,得到的复合湿凝胶在室温下用乙醇浸泡老化48h。

[0057] 以乙醇溶剂为干燥介质,将成型好的湿凝胶放入干燥设备中,预冲1.5MPa的氮气,再以1°C/min速度加热到270°C,保温2小时,再以1MPa/h速度缓慢释放压力至常压,该放压过程保持温度270°C恒定,最后冲扫氮气20分钟,冷却至室温后取出即可得SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料。

[0058] 用钨灯丝扫描电子显微镜观察SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料微观形貌;用固体密度计测试超临界干燥得到的硅酸铝纤维/氧化铝气凝胶复合材料,获得密度为0.350g/cm³;用全自动比表面及孔隙分析仪测试气凝胶的比表面积及孔径分布,得到比表面积为210.46m²/g;用万能试验机测试其抗压强度,得到压缩强度20%应变为1.96MPa。

[0059] 实施例3:

[0060] 将15g硅酸铝纤维散棉置于150g物质的量浓度为0.5mol/L盐酸溶液中,搅拌12h进行酸处理处理,然后将纤维过滤、乙醇洗涤3次,将纤维在70°C下烘干待使用,得到酸处理后的纤维。

[0061] 称量102g(1mol)氧化铝粉(250目),取250mL物质的量浓度为1mol/L的硝酸溶液倒入容器中搅拌,边搅拌边缓慢加入氧化铝粉,完全加入后将溶液加热至80°C,搅拌至溶液中铝粉完全溶解后形成铝溶胶。得到的铝溶胶pH为4~5,氧化铝物质的量浓度为4.1mol/L,溶胶粒径为12nm。

[0062] 按照摩尔比氧化硅:氧化铝:氨水溶液=1:1:2.624×10⁻³同时倒入容器中,用搅拌器快速混合搅拌得到溶液A。取8.5g预处理好的纤维散棉,按质量比纤维散棉:溶液A=1:30混合,将混合后纤维溶胶置于分散搅拌器中以3000r/min转速高速搅拌打碎10min,将溶胶中的纤维打碎至棉絮状,且均匀分散在溶胶中,把均匀分散的浆料倒入成型模具中,用0.3MPa压力压制浆料至混合溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝/氧化硅的湿凝胶,得到的复合湿凝胶在室温下用乙醇浸泡老化48h。

[0063] 以乙醇溶剂为干燥介质,将成型好的湿凝胶放入干燥设备中,预冲1.5MPa的氮气,再以1°C/min速度加热到270°C,保温2小时,再以1MPa/h速度缓慢释放压力至常压,该放压过程保持温度270°C恒定,最后冲扫氮气20分钟,冷却至室温后取出即可得SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料。

[0064] 用钨灯丝扫描电子显微镜观察SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料微观形貌;用固体密度计测试超临界干燥得到的硅酸铝纤维/氧化铝气凝胶复合材料,获得密度为0.360g/cm³;用全自动比表面及孔隙分析仪测试气凝胶的比表面积及孔径分布,得到比表面积为250.65m²/g;用万能试验机测试其抗压强度,得到压缩强度20%应变为2.62MPa。

[0065] 实施例4:

[0066] 将15g硅酸铝纤维散棉置于150g物质的量浓度为0.5mol/L盐酸溶液中,搅拌12h进行酸处理处理,然后将纤维过滤、乙醇洗涤3次,将纤维在70°C下烘干待使用,得到酸处理后的纤维。

[0067] 称量102g(1mol)氧化铝粉(250目),取250mL物质的量浓度为1mol/L的硝酸溶液倒入容器中搅拌,边搅拌边缓慢加入氧化铝粉,完全加入后将溶液加热至80°C,搅拌至溶液中铝粉完全溶解后形成铝溶胶。得到的铝溶胶pH为4~5,氧化铝物质的量浓度为4.1mol/L,溶胶粒径为12nm。

[0068] 按照摩尔比氧化硅:氧化铝:氨水溶液=1:6:4.854×10⁻³同时倒入容器中,用搅拌

器快速混合搅拌得到溶液A。取8.5g预处理好的纤维散棉,按质量比纤维散棉:溶液A=1:30混合,将混合后纤维溶胶置于分散搅拌器中以3000r/min转速高速搅拌打碎10min,将溶胶中的纤维打碎至棉絮状,且均匀分散在溶胶中,把均匀分散的浆料倒入成型模具中,用0.3MPa压力压制浆料至混合溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝/氧化硅的湿凝胶,得到的复合湿凝胶在室温下用乙醇浸泡老化48h。

[0069] 以乙醇溶剂为干燥介质,将成型好的湿凝胶放入干燥设备中,预冲1.5MPa的氮气,再以1°C/min速度加热到270°C,保温2小时,再以1MPa/h速度缓慢释放压力至常压,该放压过程保持温度270°C恒定,最后冲扫氮气20分钟,冷却至室温后取出即可得SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料,如图1a、图1b所示。

[0070] 用钨灯丝扫描电子显微镜观察SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料微观形貌;用固体密度计测试超临界干燥得到的硅酸铝纤维/氧化铝气凝胶复合材料,获得密度为0.310g/cm³;用全自动比表面及孔隙分析仪测试气凝胶的比表面积及孔径分布,得到比表面积为91.46m²/g;用万能试验机测试其抗压强度,得到压缩强度20%应变为1.23MPa。

[0071] 实施例5:

[0072] 将15g硅酸铝纤维散棉置于150g物质的量浓度为0.5mol/L盐酸溶液中,搅拌12h进行酸处理,然后将纤维过滤、乙醇洗涤3次,将纤维在70°C下烘干待使用,得到酸处理后的纤维。

[0073] 称量102g(1mol)氧化铝粉(250目),取250mL物质的量浓度为1mol/L的硝酸溶液倒入容器中搅拌,边搅拌边缓慢加入氧化铝粉,完全加入后将溶液加热至80°C,搅拌至溶液中铝粉完全溶解后形成铝溶胶。得到的铝溶胶pH为4~5,氧化铝物质的量浓度为4.1mol/L,溶胶粒径为12nm。

[0074] 按照摩尔比氧化硅:氧化铝:氨水溶液=1:8:5.452×10⁻³同时倒入容器中,用搅拌器快速混合搅拌得到溶液A。取8.5g预处理好的纤维散棉,按质量比纤维散棉:溶液A=1:30混合,将混合后纤维溶胶置于分散搅拌器中以3000r/min转速高速搅拌打碎10min,将溶胶中的纤维打碎至棉絮状,且均匀分散在溶胶中,把均匀分散的浆料倒入成型模具中,用0.3MPa压力压制浆料至混合溶胶凝胶化,得到纤维复合氧化铝/氧化硅的湿凝胶,得到的复合湿凝胶在室温下用乙醇浸泡老化48h。

[0075] 以乙醇溶剂为干燥介质,将成型好的湿凝胶放入干燥设备中,预冲1.5MPa的氮气,再以1°C/min速度加热到270°C,保温2小时,再以1MPa/h速度缓慢释放压力至常压,该放压过程保持温度270°C恒定,最后冲扫氮气20分钟,冷却至室温后取出即可得SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料,如图1a、图1b所示。

[0076] 用钨灯丝扫描电子显微镜观察SiO₂-Al₂O₃气凝胶复合材料微观形貌;用固体密度计测试超临界干燥得到的硅酸铝纤维/氧化铝气凝胶复合材料,获得密度为0.291g/cm³;用全自动比表面及孔隙分析仪测试气凝胶的比表面积及孔径分布,得到比表面积为81.52m²/g;用万能试验机测试其抗压强度,得到压缩强度20%应变为1.12MPa。

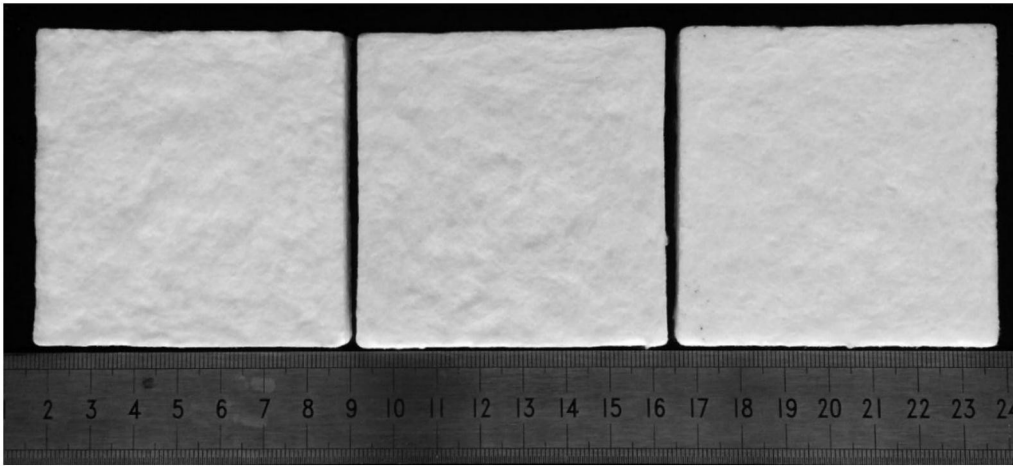


图1a

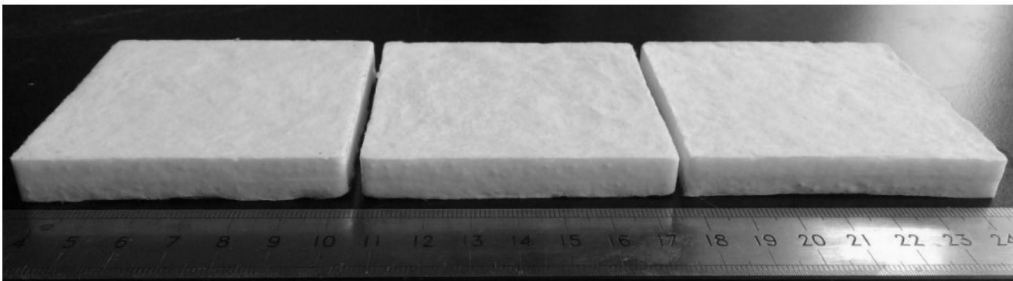


图1b

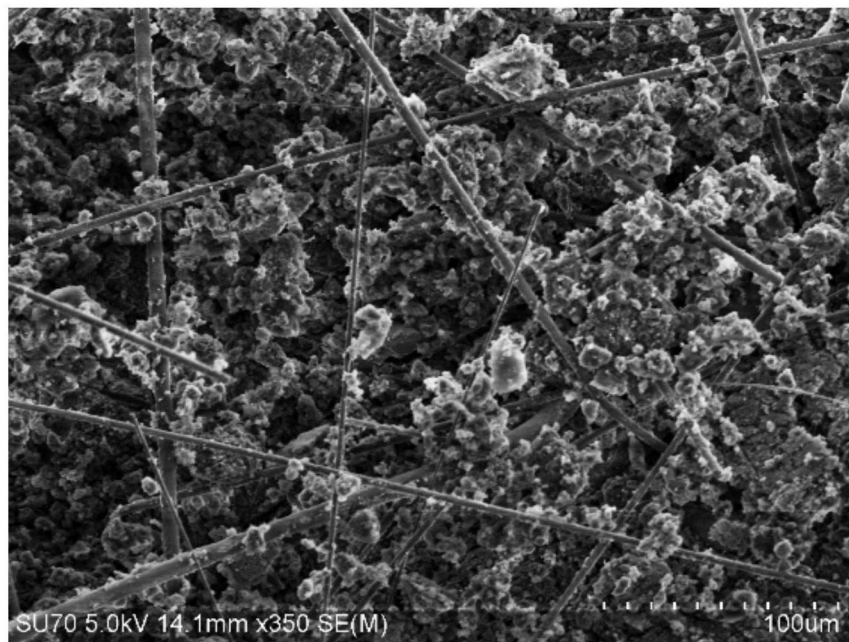


图2a

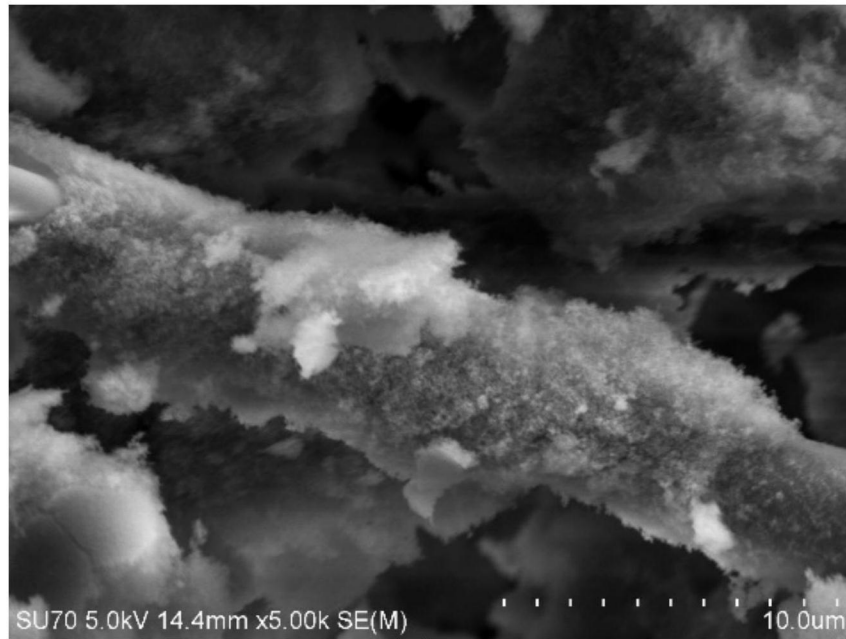


图2b

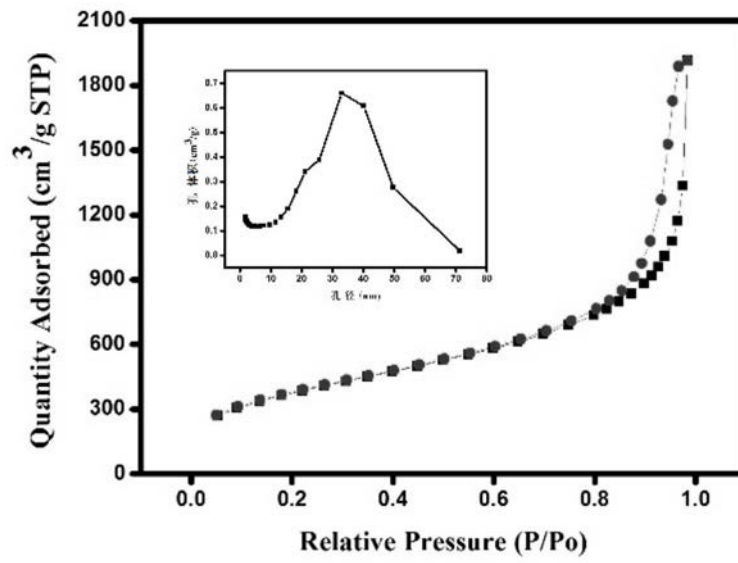


图3

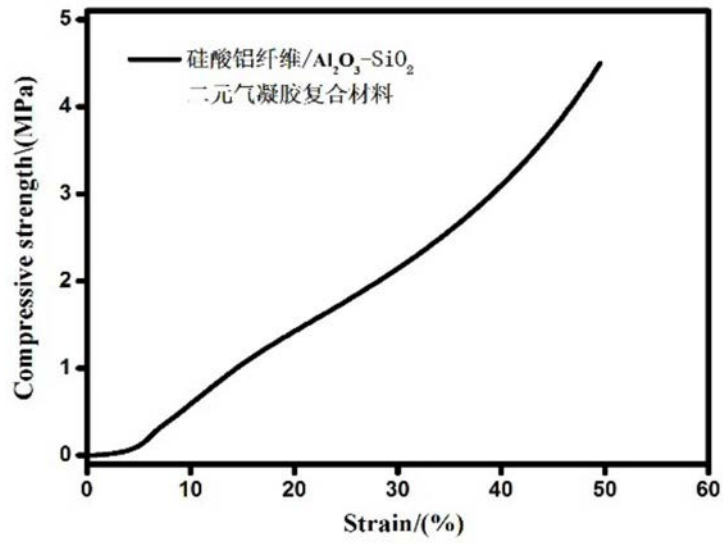


图4