



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105253892 A

(43) 申请公布日 2016. 01. 20

(21) 申请号 201410256657. 4

(22) 申请日 2014. 06. 11

(71) 申请人 中国科学院苏州纳米技术与纳米仿生研究所

地址 215000 江苏省苏州市工业园区独墅湖高教区若水路 398 号

(72) 发明人 张学同 王锦

(74) 专利代理机构 南京利丰知识产权代理事务所(特殊普通合伙) 32256

代理人 王锋

(51) Int. Cl.

C01B 33/158(2006. 01)

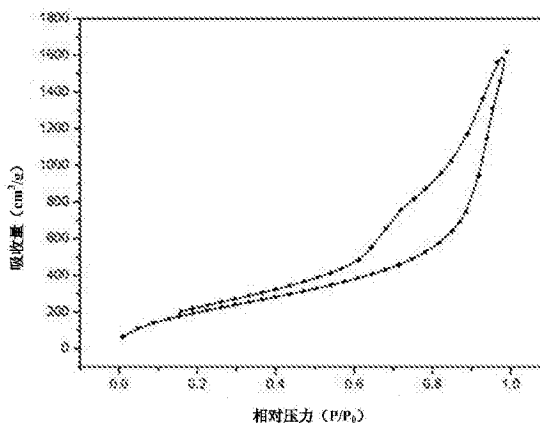
权利要求书2页 说明书7页 附图6页

(54) 发明名称

一种彩色二氧化硅气凝胶及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种彩色二氧化硅气凝胶及其制备方法。本发明以正硅酸酯为原料制成各种聚合度的聚(烷氧基硅氧烷)作为硅源,通过将硅源、染料、醇/酮以及碱催化剂混合均匀,静置凝胶,然后将湿凝胶搅碎,之后用低表面张力的液态烷或氟代烷置换,并使用疏水剂改性,通过常压过滤或离心,最后干燥,从而获得各种颜色的疏水二氧化硅气凝胶粉体。本发明的方法可以实现彩色二氧化硅气凝胶的连续化生产,生产周期短,成本低,节能环保,并且所获二氧化硅气凝胶颜色丰富多样,且具有较为理想的密度、热导率、比表面积等,在满足隔热保温性能的同时,能充分满足大众对美观色彩的追求。



1. 一种彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于包括如下步骤:

(1) 将正硅酸酯部分水解,形成具有不同聚合度的聚(烷氧基硅氧烷);

(2) 将所述聚(烷氧基硅氧烷)与染料、醇或酮、碱催化剂混合均匀,静置形成彩色醇或酮凝胶;

(3) 将所述醇/酮凝胶搅碎至粉末或颗粒状后,与液态烷或氟代烷混合搅拌,置换出所述醇/酮凝胶中的醇/酮,从而获得烷凝胶;

(4) 将所述烷凝胶与疏水剂和液态烷的混合溶液混合搅拌,获得疏水烷凝胶;

(5) 将所述疏水烷凝胶常压干燥,获得彩色疏水化二氧化硅气凝胶;

其中,所述染料能够溶解在所述醇或酮中,但形成烷凝胶后所述染料不溶或微溶于所述液态烷或氟代烷中或所述液态烷或氟代烷不足以洗脱所述烷凝胶中的染料分子。

2. 根据权利要求1所述彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于步骤(1)包括:将正硅酸酯、水及有机溶剂混合,并加入水解催化剂形成混合反应体系,在水解温度下反应0.1h以上,获得所述聚(烷氧基硅氧烷);

其中,正硅酸酯与水的摩尔比为1:0.1~1:2.0,有机溶剂与正硅酸酯的体积比为0.1:1~1:0.1;

所述正硅酸酯包括正硅酸乙酯或正硅酸甲酯,

所述有机溶剂包括醇或酮,

所述水解催化剂包括无机酸或有机酸,所述无机酸包括盐酸、硫酸、磷酸或硝酸,所述有机酸包括醋酸、草酸或柠檬酸,

所述水解温度为室温至所述有机溶剂的回流温度。

3. 根据权利要求1或2所述彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于步骤(1)中所述混合反应体系内水解催化剂的浓度在 $10^{-1}$ mol/L以内。

4. 根据权利要求1所述彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于步骤(2)包括:

将体积比在25:1~0.01:1的醇或酮和聚(烷氧基硅氧烷)与碱催化剂混合均匀,静置形成醇或酮凝胶;

其中,所述醇采用碳原子数少于8的小分子醇,

所述酮采用碳原子数少于8的酮,

所述碱催化剂包括氢氧化钠、氢氧化钾、尿素、氨水或三乙胺。

5. 根据权利要求1或4所述彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于步骤(2)中所述醇或酮凝胶内染料的含量为0.01~2wt%,而所述碱催化剂的用量在所述醇或酮凝胶总体积的15%以内。

6. 根据权利要求1所述彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于步骤(3)包括:将液态烷或氟代烷与醇凝胶按50:1~1:100的体积比混合并搅拌,其中搅拌速度为100~8000rpm,搅拌温度为室温~烷沸点温度,搅拌时间为0.1h以上,置换出所述醇/酮凝胶中的醇/酮,从而获得烷凝胶;

所述液态烷或氟代烷采用碳原子数 $\leq 8$ 的液态烷或氟代烷。

7. 根据权利要求1所述彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于步骤(4)包括:将体积比为50:1~1:100的疏水剂和液态烷的混合溶液与烷凝胶混合搅拌,搅拌速度为10~8000rpm,搅拌温度为室温~烷沸点温度,搅拌时间为0.1h以上,获得所述疏水烷凝

胶。

8. 根据权利要求 1 或 7 所述彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于所述疏水剂和液态烷的混合溶液中疏水剂的体积百分比含量为 0.5% ~ 50%。

9. 根据权利要求 1 或 7 所述彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于所述疏水剂包括甲基三甲氧基硅烷、三甲基甲氧基硅烷、二甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷或六甲基二硅氮(胺)烷。

10. 根据权利要求 1 所述彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,其特征在于步骤(5)中常压干燥的方式包括鼓风干燥或旋转干燥,干燥温度为 80℃ ~ 300℃。

11. 根据权利要求 1-10 中任一项所述方法制备的彩色二氧化硅气凝胶,其特征在于所述彩色二氧化硅气凝胶具有白色、黄色、蓝色、红色、灰色、绿色中的任一种颜色或两种以上颜色的混合色。

12. 根据权利要求 11 所述的彩色二氧化硅气凝胶,其特征在于所述彩色二氧化硅气凝胶具有纳米多孔结构,并且所述彩色二氧化硅气凝胶的密度为 0.020 ~ 0.150g/cm<sup>3</sup>,热导率在 0.0130 ~ 0.0400W/mK 之间,比表面积在 200 ~ 1000m<sup>2</sup>/g 之间。

## 一种彩色二氧化硅气凝胶及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种二氧化硅气凝胶的制备方法,尤其涉及一种利用常压干燥技术制备具有纳米多孔结构的彩色二氧化硅气凝胶的方法,属于纳米多孔材料技术领域。

### 背景技术

[0002] 气凝胶是一种高度多孔性的纳米材料,通常采用特殊工艺把湿凝胶中的液体置换成气体而不显著改变凝胶的网络结构来制备气凝胶。气凝胶是目前世界上质量最轻、隔热性能最好的固体材料。世界上第一个气凝胶产品是二氧化硅气凝胶,于1931年由美国加州太平洋大学的Kistler教授通过凝胶-溶胶法和超临界干燥制备出来的。由于二氧化硅气凝胶具有高比表面积( $400 \sim 1500\text{m}^2/\text{g}$ )、高孔隙率( $80 \sim 99.8\%$ )、低密度( $0.003 \sim 0.6\text{g}/\text{cm}^3$ )和低热导率( $0.013 \sim 0.038\text{W}/\text{mk}$ )等特点,使得二氧化硅气凝胶在耐高温隔热材料、超低密度材料、声阻抗耦合材料、气体吸附和过滤材料、催化剂载体材料、药物载体材料等领域具有非常广阔的应用前景。

[0003] 目前气凝胶的制备方法主要有超临界干燥、冷冻干燥和常压干燥三种方法,其中冷冻干燥主要用于学术研究方面,而引起产业化兴趣的制备方法主要是超临界干燥和常压干燥。例如CN102583407A和CN102642842B公开了使用超临界干燥制备气凝胶的方法,其通过超临界流体置换掉湿凝胶中的溶剂,最终干燥后能够很好的保持凝胶原有的结构。但是,通常超临界干燥需要用到特殊的设备,在高压高温下操作,一方面使得设备昂贵,操作困难,成本高;另一方面存在重大的安全隐患。为此,CN103073008A、CN101691227B和CN103043673A公开了使用常压干燥制备气凝胶的方法:通过多次和多种溶剂交换将凝胶孔道内的液体交换成为低表面张力的溶剂,如正己烷等,再将孔道的表面由亲水性改性为疏水性,大大减小了凝胶孔道内的毛细管力,从而在干燥的过程中凝胶的收缩很小,基本上可以保持原有形态。由于常压干燥需要多次的凝胶孔道溶剂交换和表面疏水化处理,制备周期长,操作繁琐,很难实现产业化生产。

[0004] 文献1(Solid state sciences2008,10:1113-1116)和文献2(Powder technology2010,197:288-294)分别报道了连续化、大批量常压制备二氧化硅气凝胶粉体的方法,由于文献都采用相对廉价的水玻璃为硅源,制备过程中需要通过离子交换法或大量水洗法去除钠离子,以及醇置换、烷置换、疏水改性等步骤,制备周期长,操作繁琐。

[0005] 另外,以上有关常压干燥法制备气凝胶的文献涉及到的技术所制备的气凝胶都为白色粉末,很难直接进行染色处理。此外,也不能用同样的方法合成出彩色气凝胶粉体,因此很难满足用户对彩色气凝胶的需求。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的之一在于提出一种工艺简单、生产周期短、成本低,且只需简单设备即可施行的常压干燥制备彩色二氧化硅气凝胶的方法,从而克服现有技术中的缺陷。

[0007] 本发明的目的之二在于提供一种具有多种颜色,色彩美观和良好物理化学性能的

彩色二氧化硅气凝胶。

[0008] 为实现上述发明目的,本发明采用了如下技术方案:

[0009] 一种彩色二氧化硅气凝胶的制备方法,包括如下步骤:

[0010] (1) 将正硅酸酯部分水解,形成具有不同聚合度的聚(烷氧基硅氧烷);

[0011] (2) 将所述聚(烷氧基硅氧烷)与染料、醇或酮、碱催化剂混合均匀,静置形成彩色醇或酮凝胶;

[0012] (3) 将所述醇/酮凝胶搅碎至粉末或颗粒状后,与液态烷或氟代烷混合搅拌,置换出所述醇/酮凝胶中的醇/酮,从而获得烷凝胶;

[0013] (4) 将所述烷凝胶与疏水剂和液态烷的混合溶液混合搅拌,获得疏水烷凝胶;

[0014] (5) 将所述疏水烷凝胶常压干燥,获得彩色疏水化二氧化硅气凝胶。

[0015] 其中,所述染料能够溶解在所述醇或酮中,但形成烷凝胶后所述染料不溶或微溶于所述液态烷或氟代烷中或所述液态烷或氟代烷不足以洗脱所述烷凝胶中的染料分子。

[0016] 在一较为优选的实施方案之中,步骤(1)可以包括:将正硅酸酯、水及有机溶剂混合,并加入水解催化剂形成混合反应体系,在水解温度下反应0.1h以上,获得所述聚(烷氧基硅氧烷);

[0017] 进一步的,正硅酸酯与水的摩尔比优选为1:0.1~1:2.0。

[0018] 进一步的,有机溶剂与正硅酸酯的体积比优选为0.1:1~1:0.1;

[0019] 进一步的,所述正硅酸酯可选自但不限于正硅酸乙酯或正硅酸甲酯。

[0020] 进一步的,所述有机溶剂包括醇或酮。

[0021] 进一步的,所述水解催化剂包括无机酸或有机酸。

[0022] 进一步的,所述水解温度优选为室温至所述有机溶剂的回流温度。

[0023] 进一步的,步骤(1)中所述混合反应体系内水解催化剂的浓度优选在 $10^{-1}$ mol/L以内。

[0024] 在一较为优选的实施方案之中,步骤(2)可以包括:

[0025] 将体积比在25:1~0.01:1的醇或酮和聚(烷氧基硅氧烷)与碱催化剂混合均匀,静置形成醇或酮凝胶。

[0026] 进一步的,所述醇优选采用碳原子数少于8的小分子醇。

[0027] 进一步的,所述酮优选采用碳原子数少于8的酮。

[0028] 进一步的,步骤(2)中所述醇或酮凝胶内染料的含量优选为0.01~2wt%。

[0029] 进一步的,步骤(2)中所述碱催化剂的用量优选在所述醇或酮凝胶总体积的15%以内。

[0030] 在一较为优选的实施方案之中,步骤(3)可以包括:将液态烷或氟代烷与醇凝胶按50:1~1:100的体积比混合并搅拌,其中搅拌速度为100~8000rpm,搅拌温度为室温~烷沸点温度,搅拌时间为0.1h以上,置换出所述醇/酮凝胶中的醇/酮,从而获得烷凝胶。

[0031] 进一步的,所述液态烷或氟代烷优选采用碳原子数 $\leq 8$ 的液态烷或氟代烷。

[0032] 在一较为优选的实施方案之中,步骤(4)可以包括:将体积比为50:1~1:100的疏水剂和液态烷的混合溶液与烷凝胶混合搅拌,搅拌速度为10~8000rpm,搅拌温度为室温~烷沸点温度,搅拌时间为0.1h以上,获得所述疏水烷凝胶。

[0033] 进一步的,所述疏水剂和液态烷的混合溶液中疏水剂的体积百分比含量优选为

0.5%~50%。

[0034] 在一较为优选的实施方案之中,步骤(5)中常压干燥的方式包括鼓风干燥或旋转干燥,干燥温度为80℃~300℃。

[0035] 前述任一种方法制备的彩色二氧化硅气凝胶,它具有白色、黄色、蓝色、红色、灰色、绿色中的任一种颜色或两种以上颜色的混合色。

[0036] 进一步的,所述彩色二氧化硅气凝胶具有纳米多孔结构,并且所述彩色二氧化硅气凝胶的密度范围为0.020~0.150g/cm<sup>3</sup>,热导率在0.0130~0.0400W/mK之间,比表面积在200~1000m<sup>2</sup>/g之间。

[0037] 与现有技术相比,本发明的积极效果包括:(1)染料在溶胶状态加入,使得染料分子与凝胶骨架充分地混合,提高稳定性的同时对气凝胶的比表面积、孔径、孔容等性能不造成影响;(2)选择各种染料、常压法制备了彩色气凝胶粉体,整个制备工艺成本低,周期短、速度快、能耗低,尤其适合大规模生产。

### 附图说明

[0038] 图1a-图1b分别为本发明实施例1所获白色气凝胶的照片及其氮气等温吸脱附曲线图。

[0039] 图2a-图2b分别为本发明实施例2所获粉色气凝胶的照片及其氮气等温吸脱附曲线图。

[0040] 图3a-图3b分别为本发明实施例3所获黄色气凝胶的照片及其氮气等温吸脱附曲线图。

[0041] 图4a-图4b分别为本发明实施例4所获灰白色气凝胶的照片及其氮气等温吸脱附曲线图。

[0042] 图5a-图5b分别为本发明实施例5所获桃红色气凝胶的照片及其氮气等温吸脱附曲线图。

[0043] 图6a-图6b分别为本发明实施例6所获蓝色气凝胶的照片及其氮气等温吸脱附曲线图。

### 具体实施方式

[0044] 鉴于现有技术中的诸多缺陷,本案发明人经长期研究和大量实践,提出了本发明的技术方案,其主要是以正硅酸酯为原料制成各种聚合度的聚(烷氧基硅氧烷)(亦可简称为CS硅油)为硅源,通过将硅源、染料、醇/酮以及碱催化剂混合均匀,静置凝胶,然后将湿凝胶搅碎成颗粒或粉末,之后用低表面张力的液态烷或氟代烷置换,并使用疏水剂改性,通过常压过滤或离心,最后干燥,得到各种颜色的疏水二氧化硅气凝胶粉体。

[0045] 藉由本发明的技术方案,可以实现彩色疏水二氧化硅气凝胶的连续化生产,生产周期短,能源消耗少,对环境影响小,并且所获疏水二氧化硅气凝胶的密度为0.020~0.150g/cm<sup>3</sup>,热导率在0.0130~0.0400W/mK之间,比表面积在200~1000m<sup>2</sup>/g之间,颜色包括白色、黄色、蓝色、红色、灰色和绿色中的任一种或多种的混合色。

[0046] 如下对本发明的技术方案作更为具体的解释说明。

[0047] 本发明的一种彩色二氧化硅气凝胶的制备方法包括如下步骤:

- [0048] (1) 将正硅酸酯部分水解,形成具有不同聚合度的聚(烷氧基硅氧烷);
- [0049] (2) 将所述聚(烷氧基硅氧烷)与染料、醇或酮、碱催化剂混合均匀,静置形成彩色醇或酮凝胶;
- [0050] (3) 将所述醇/酮凝胶搅碎至粉末或颗粒状后,与液态烷或氟代烷混合搅拌,置换出所述醇/酮凝胶中的醇/酮,从而获得烷凝胶;
- [0051] (4) 将所述烷凝胶与疏水剂和液态烷的混合溶液混合搅拌,获得疏水烷凝胶;
- [0052] (5) 将所述疏水烷凝胶常压干燥,获得彩色疏水化二氧化硅气凝胶。
- [0053] 其中,在一较为具体的实施方案之中,该彩色二氧化硅气凝胶的制备方法可以包括:
- [0054] (1) 将正硅酸酯、水解催化剂、醇或丙酮混合搅拌均匀,回流一定时间(例如6-16h),形成各种聚合度的聚(烷氧基硅氧烷)(CS 硅油),储存备用;
- [0055] (2) 将所述 CS 硅油、染料、醇或酮(例如丙酮)、碱催化剂混合均匀,静置形成凝胶,并于室温到所用溶剂的回流温度(例如 60℃)老化一段时间(例如 1h 以上,优选为 1~5h);
- [0056] (3) 将所获醇/酮凝胶机械粉碎,并与液态烷混合搅拌,而后采用离心、过滤等方式将所获凝胶-烷浆料分离为烷凝胶和液态烷;
- [0057] (4) 将所获烷凝胶与液态烷和疏水剂室温或加热搅拌,随后将所获凝胶混合物采用离心、过滤等方式分离为疏水烷凝胶、烷和疏水反应物;
- [0058] (5) 将所获疏水烷凝胶干燥,获得彩色疏水化二氧化硅气凝胶。
- [0059] 其中,所述染料可以是有机染料,也可以是无机染料,也可以是多种染料的混合物。
- [0060] 并且,所述染料应满足以下两个要求:(1) 所述染料可以溶解在醇或酮中;(2) 形成烷凝胶后所述染料不溶或微溶于所述液态烷或氟代烷,或者所述液态烷或氟代烷还不足以洗脱所述烷凝胶中的染料分子。
- [0061] 在一较佳实施方案之中,步骤(1)中在所述正硅酸酯可选用但不限于正硅酸乙酯或正硅酸甲酯等,其与水的摩尔比列优选控制在 1:0.1~1:2.0;所用溶剂可以为醇或酮,用量优选控制在与正硅酸酯的体积比为 0.1:1~1:0.1;水解催化剂可选用但不限于稀盐酸、硫酸、磷酸、硝酸等无机酸或醋酸、草酸、柠檬酸等有机酸,其在水解反应体系中的浓度优选控制在  $10^{-1}$  mol/L 以内;水解温度为室温到所用溶剂的回流温度;水解时间优选在 0.1h 以上,尤其优选在 0.1-50h。
- [0062] 在一较佳实施方案之中,步骤(2)中,所述染料的用量优选控制在所述醇或酮凝胶质量的 0.01~2%;其中所用醇可选用但不限于甲醇、乙醇、丙醇、叔丁醇、正丁醇等碳原子数不大于 8 的小分子醇,所用酮可以选用但不限于丙酮、丁酮或者其它酮溶剂,但酮分子中碳原子数优选小于或等于 8,且所用的醇或酮与 CS 硅油体积比优选在 25:1~0.01:1 之间;其中所用碱催化剂可选用但不限于氢氧化钠、氢氧化钾、尿素、氨水、三乙胺等,用量优选在醇或酮凝胶总体积的 15% 以内。
- [0063] 在一较佳实施方案之中,步骤(3)包括:按 50:1~1:100 的体积比将液态烷或氟代烷与醇凝胶混合并搅拌,搅拌速度优选为 100~8000rpm,搅拌温度优选为室温~烷沸点温度,搅拌时间优选为 0.1~100h,其中所述液态烷或氟代烷的碳原子数应不能大于 8。

[0064] 在一较佳实施方案之中,步骤(4)包括:将体积比为 50:1 ~ 1:100 的液态烷-疏水剂混合液与烷凝胶混合搅拌,搅拌速度优选为 10 ~ 800rpm,搅拌温度优选为室温~烷沸点温度,搅拌时间优选为 0.1 ~ 100h。

[0065] 进一步的,步骤(4)中所述疏水剂在所述液态烷-疏水剂混合液内的体积含量优选为 1% ~ 50%。

[0066] 进一步的,所述疏水剂可选自但不限于甲基三甲氧基硅烷、三甲基甲氧基硅烷、二甲基二氯硅烷、三甲基氯硅烷或六甲基二硅氮(胺)烷等。

[0067] 在一较佳实施方案之中,步骤(5)中所述的常压干燥方式包括鼓风干燥或旋转干燥方法,干燥温度优选为 80 ~ 300°C。

[0068] 利用本发明的方法可以常压干燥制备彩色二氧化硅气凝胶,工艺简单、周期短、成本低、设备简单,特别是,利用本发明的方法可以免除水置换以及现有常压干燥法所需的醇置换,大大缩短了制备周期,节约了资源,而且因不需要醇置换,还可避免醇的大量使用,进一步降低了成本,并减少对环境的影响。

[0069] 另外,本发明所获产品还具有丰富鲜艳的色彩,低热导率、高比表面积、低密度等优异性能,例如,本发明所获彩色疏水二氧化硅气凝胶的密度为 0.020 ~ 0.150g/cm<sup>3</sup>,热导率在 0.0130 ~ 0.0400W/mK 之间,比表面积在 200 ~ 1000m<sup>2</sup>/g 之间,颜色包括白色、黄色、蓝色、红色、灰色和绿色以及各种混合色,在满足隔热保温性能的同时,还能满足大众对美观色彩的追求。

[0070] 以下结合若干实施例及附图对本发明的技术方案作进一步的解释说明。

[0071] 实施例 1

[0072] (1)CS 硅油的制备:将 1 摩尔正硅酸乙酯、1.3 摩尔水的稀酸溶液(10<sup>-1</sup>mol/L)、乙醇(150ml)混合,回流 8 小时后备用。

[0073] (2)彩色凝胶的合成:取 10 份 CS 硅油,12 份乙醇以及 0.1wt% 二氧化钛纳米颗粒于搅拌釜,搅拌下滴入 50 微升氨水,搅拌速度在 50rpm,搅拌 5 分钟后静置形成白色醇凝胶。

[0074] (3)凝胶颗粒溶剂置换及疏水化处理:将醇凝胶粉碎后加入正己烷 100ml,搅拌 4 小时后过滤,再把凝胶颗粒置于 100ml 正己烷当中,并缓慢加入 30ml 三甲基氯硅烷,搅拌 2 小时,过滤得到表面疏水化改性的烷凝胶颗粒。

[0075] (4)湿凝胶颗粒的干燥:表面疏水化改性的凝胶颗粒在鼓风干燥器中干燥,温度控制在 150°C,30 分钟后得到白色疏水气凝胶粉体,经 TEM 等表征,可以发现,该白色疏水气凝胶粉体具有纳米多孔结构,该白色气凝胶粉体的照片及等温细脱附曲线请参阅图 1a-图 1b,其他参数见于表 1。

[0076] 实施例 2

[0077] (1)CS 硅油的制备:将 1 摩尔正硅酸甲酯、1.5 摩尔水的稀酸溶液(浓度 10<sup>-2</sup>mol/L)、乙醇(140ml)混合,回流 16 小时后备用。

[0078] (2)彩色凝胶的合成:取 10 份 CS 硅油、12 份乙醇、以及 1wt% 甲基橙于搅拌釜,搅拌下滴入 60 微升氨水,搅拌速度在 800rpm,搅拌 5 分钟后,静置形成黄色透明醇凝胶。

[0079] (3)凝胶颗粒溶剂置换及疏水化处理:将醇凝胶粉碎后加入正己烷 80ml,搅拌 4 小时后过滤,再把凝胶颗粒置于 80ml 正己烷当中,并缓慢加入 10ml 三甲基氯硅烷,搅拌 2 小时,过滤得到表面疏水化改性的粉红色烷凝胶颗粒。



[0080] (4) 湿凝胶颗粒的干燥 : 表面疏水化改性的凝胶颗粒在鼓风干燥器中干燥, 温度控制在  $80^{\circ}\text{C}$ , 60 分钟后得到具有纳米多孔结构的粉红色疏水气凝胶粉体, 该粉色气凝胶粉体的照片及等温细脱附曲线请参阅图 2a- 图 2b, 其他参数见于表 1。

#### [0081] 实施例 3

[0082] (1) CS 硅油的制备 : 将 1 摩尔正硅酸乙酯、0.8 摩尔水的稀酸溶液 ( $10^3\text{mol/L}$ )、乙醇 (200ml) 混合, 回流 10 小时后备用。

[0083] (2) 彩色凝胶的合成 : 取 10 份 CS 硅油、8 份乙醇、以及 0.5wt% 氯化铜于搅拌釜, 搅拌下滴入 50 微升氨水, 搅拌速度 2000rpm, 搅拌 5 分钟后, 静置形成蓝色不透明醇凝胶。

[0084] (3) 凝胶颗粒溶剂置换及疏水化处理 : 将醇凝胶粉碎后加入正己烷 80ml, 搅拌 4 小时后过滤, 再把凝胶颗粒置于 80ml 正己烷当中, 并缓慢加入 8ml 三甲基氯硅烷, 搅拌 2 小时, 过滤得到表面疏水化改性的黄色烷凝胶颗粒。

[0085] (4) 湿凝胶颗粒的干燥 : 表面疏水化改性的凝胶颗粒在鼓风干燥器中干燥, 温度控制在  $150^{\circ}\text{C}$ , 30 分钟后得到具有纳米多孔结构的黄色疏水气凝胶粉体, 该黄色气凝胶粉体的照片及等温细脱附曲线请参阅图 3, 其他参数见于表 1。

#### [0086] 实施例 4

[0087] (1) CS 硅油的制备 : 将 1 摩尔正硅酸乙酯、1.3 摩尔水的稀酸溶液 ( $10^3\text{mol/L}$ )、乙醇 (180ml) 混合, 回流 16 小时后备用。

[0088] (2) 彩色凝胶的合成 : 取 10 份 CS 硅油、10 份乙醇、以及 1wt% 氯化亚铁于搅拌釜, 搅拌下滴入 50 微升氨水, 搅拌速度 4500rpm, 搅拌 5 分钟后, 静置形成黄色醇凝胶。

[0089] (3) 凝胶颗粒溶剂置换及疏水化处理 : 将醇凝胶粉碎后加入正己烷 80ml, 搅拌 4 小时后过滤, 再把凝胶颗粒置于 80ml 正己烷当中, 并缓慢加入 5ml 三甲基氯硅烷, 搅拌 2 小时, 过滤得到表面疏水化改性的灰白色烷凝胶颗粒。

[0090] (4) 湿凝胶颗粒的干燥 : 表面疏水化改性的凝胶颗粒在鼓风干燥器中干燥, 温度控制在  $200^{\circ}\text{C}$ , 30 分钟后得到具有纳米多孔结构的灰白色疏水气凝胶粉体, 该灰白色气凝胶粉体的照片及等温细脱附曲线请参阅图 4, 其他参数见于表 1。

#### [0091] 实施例 5

[0092] (1) CS 硅油的制备 : 将 1 摩尔正硅酸甲酯、1.6 摩尔水的稀酸溶液 ( $10^4\text{mol/L}$ )、乙醇 (180ml) 混合, 回流 15 小时后备用。

[0093] (2) 彩色凝胶的合成 : 取 10 份 CS 硅油、12 份乙醇、以及 0.8wt% 罗丹明 B 于搅拌釜, 搅拌下滴入 100 微升氨水, 搅拌速度在 5000rpm, 搅拌 5 分钟后, 静置形成红色醇凝胶。

[0094] (3) 凝胶颗粒溶剂置换及疏水化处理 : 将醇凝胶粉碎后加入正己烷 100ml, 搅拌 4 小时后过滤, 再把凝胶颗粒置于 80ml 正己烷当中, 并缓慢加入 12ml 三甲基氯硅烷, 搅拌 2 小时, 过滤得到表面疏水化改性的桃红色烷凝胶颗粒。

[0095] (4) 湿凝胶颗粒的干燥 : 表面疏水化改性的凝胶颗粒在鼓风干燥器中干燥, 温度控制在  $150^{\circ}\text{C}$ , 30 分钟后得到具有纳米多孔结构的桃红色疏水气凝胶粉体, 该桃红色气凝胶粉体的照片及等温细脱附曲线图请参阅图 5, 其他参数见于表 1。

#### [0096] 实施例 6

[0097] (1) CS 硅油的制备 : 将 1 摩尔正硅酸乙酯、1.6 摩尔水的稀酸溶液 ( $10^5\text{mol/L}$ )、乙醇 (180ml) 混合, 回流 16 小时后备用。

[0098] (2) 彩色凝胶的合成:取 10 份 CS 硅油、15 份乙醇、以及 0.1wt% 维多利亚蓝 B 于搅拌釜,搅拌下滴入 80 微升氨水,搅拌速度 6000rpm,搅拌 5 分钟后,静置形成蓝色醇凝胶。

[0099] (3) 凝胶颗粒溶剂置换及疏水化处理:将醇凝胶粉碎后加入正己烷 100ml,搅拌 4 小时后过滤,再把凝胶颗粒置于 100ml 正己烷当中,并缓慢加入 12ml 六甲基二硅氮烷,搅拌 3 小时,过滤得到表面疏水化改性的蓝色烷凝胶颗粒。

[0100] (4) 湿凝胶颗粒的干燥:表面疏水化改性的凝胶颗粒在鼓风干燥器中干燥,温度控制在 150℃,30 分钟后得到具有纳米多孔结构的蓝色疏水气凝胶粉体,该蓝色气凝胶粉体的照片及等温细脱附曲线请参阅图 6,其他参数见于表 1。

[0101] 表 1. 实施例 1-6 中所获疏水二氧化硅气凝胶的结构和性能参数

[0102]

项目	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6
密度(kg/m <sup>3</sup> )	81.5	58.6	105.0	58.1	49.5	81.7
比表面积(m <sup>2</sup> /g)	804.64	756.62	736.76	851.35	288.83	201.32
平均孔径(nm)	12.21	17.88	8.77	11.15	9.17	8.00
热导率(W/mk)	0.0271	0.0221	0.0356	0.0248	0.0298	0.0374

[0103] 应当理解,以上说明及在图纸上所示的实施例,不可解析为限定本发明的设计思想。在本发明的技术领域里持有相同知识者可以将本发明的技术性思想以多样的形态改良变更,这样的改良及变更,以及以此方法制备其他种颜色的气凝胶应理解为属于本发明的保护范围内。



图 1a

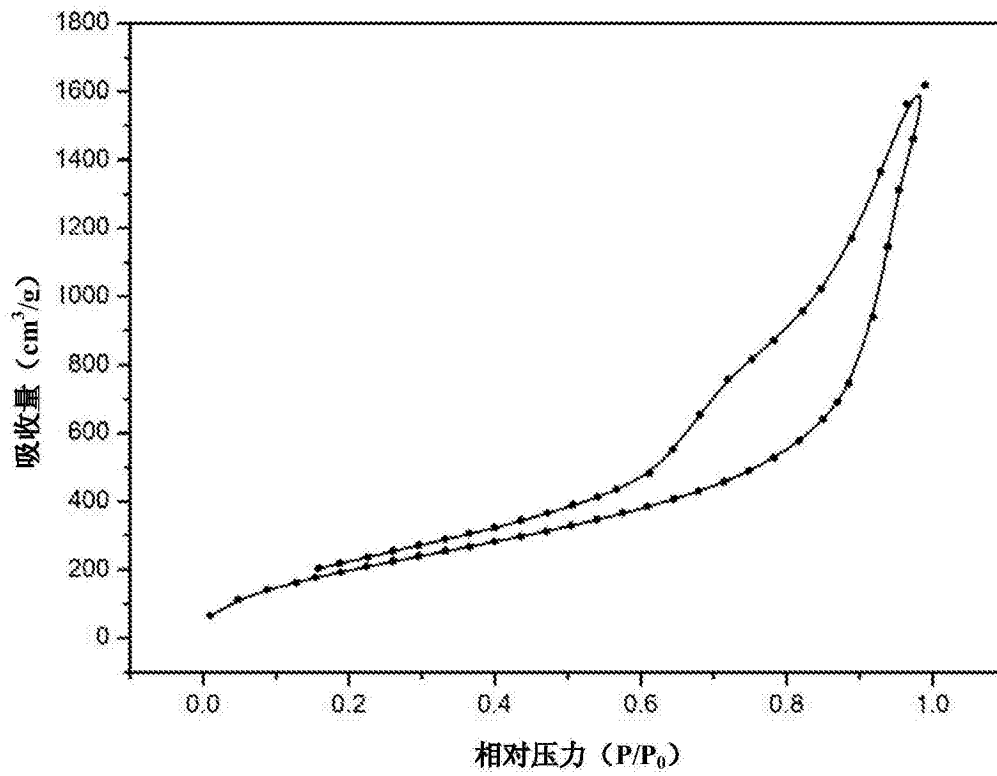


图 1b

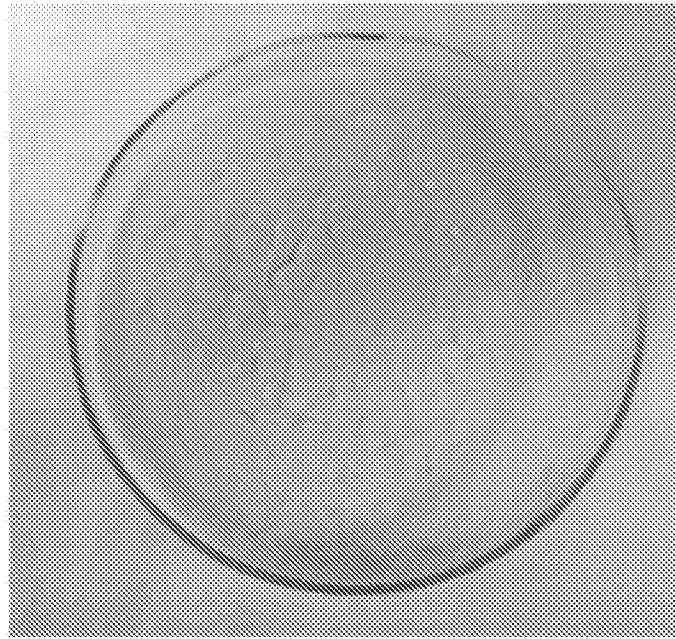


图 2a

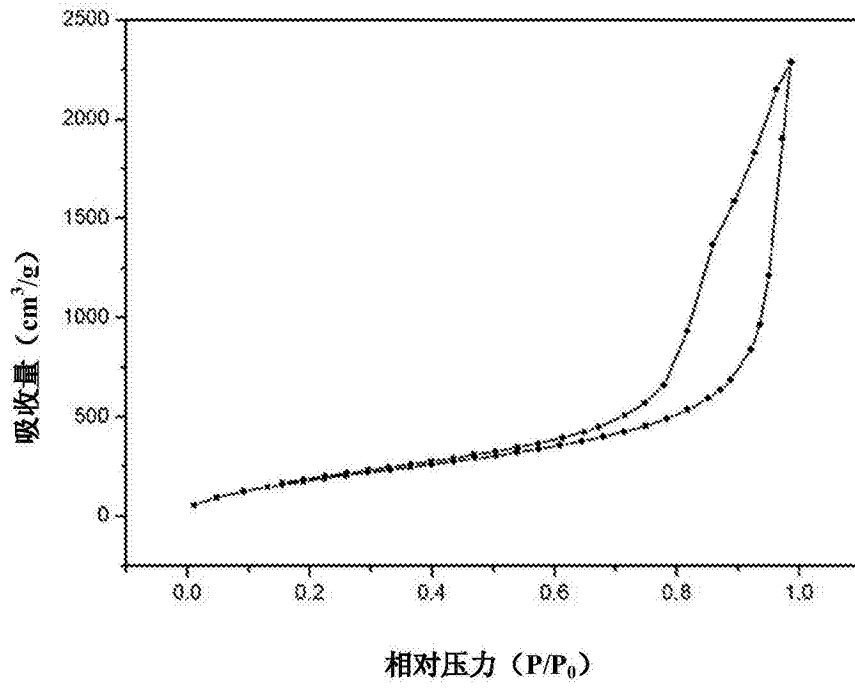


图 2b

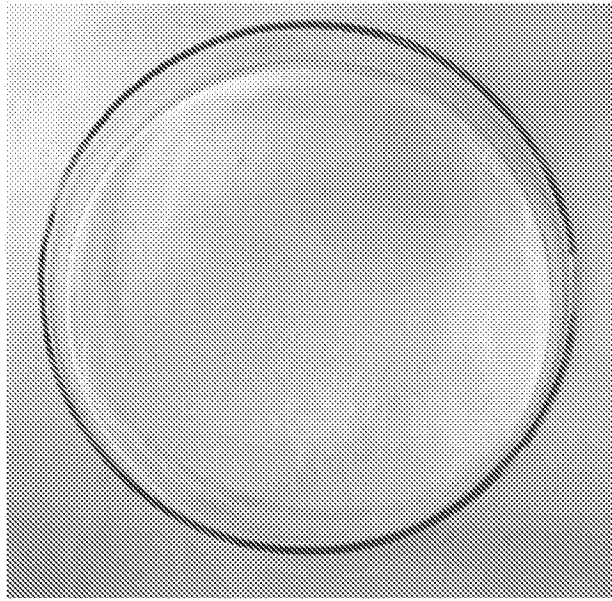


图 3a

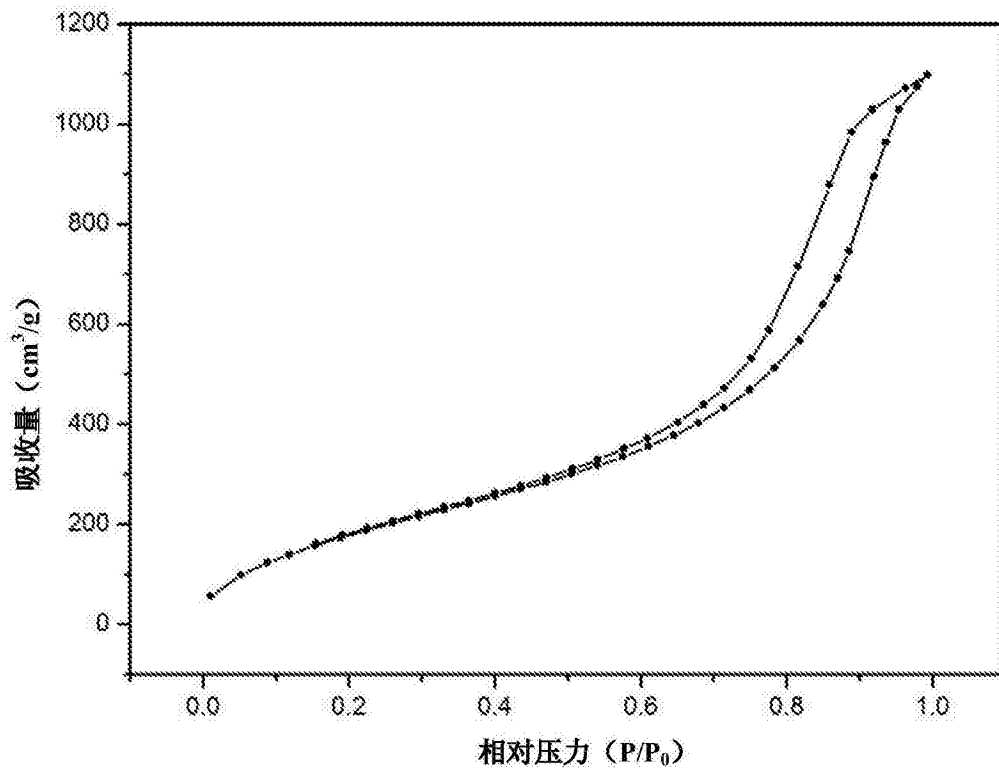


图 3b

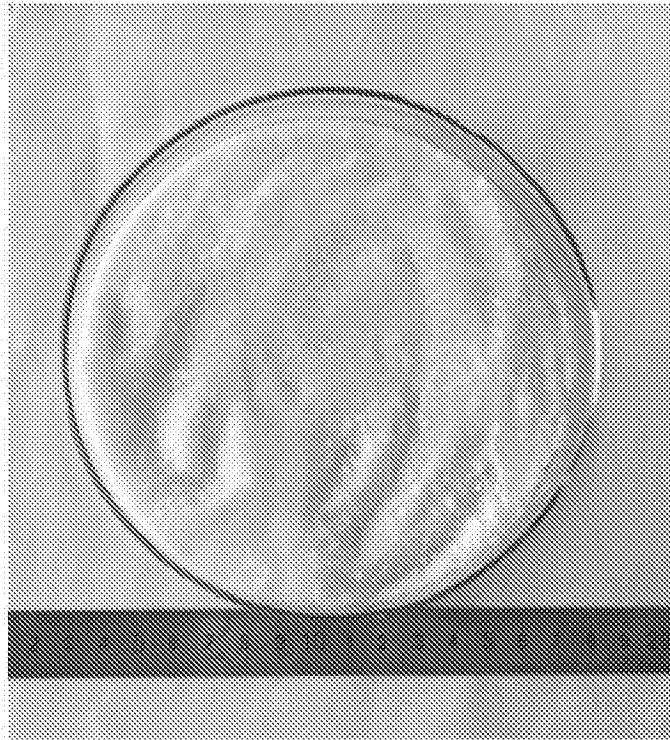


图 4a

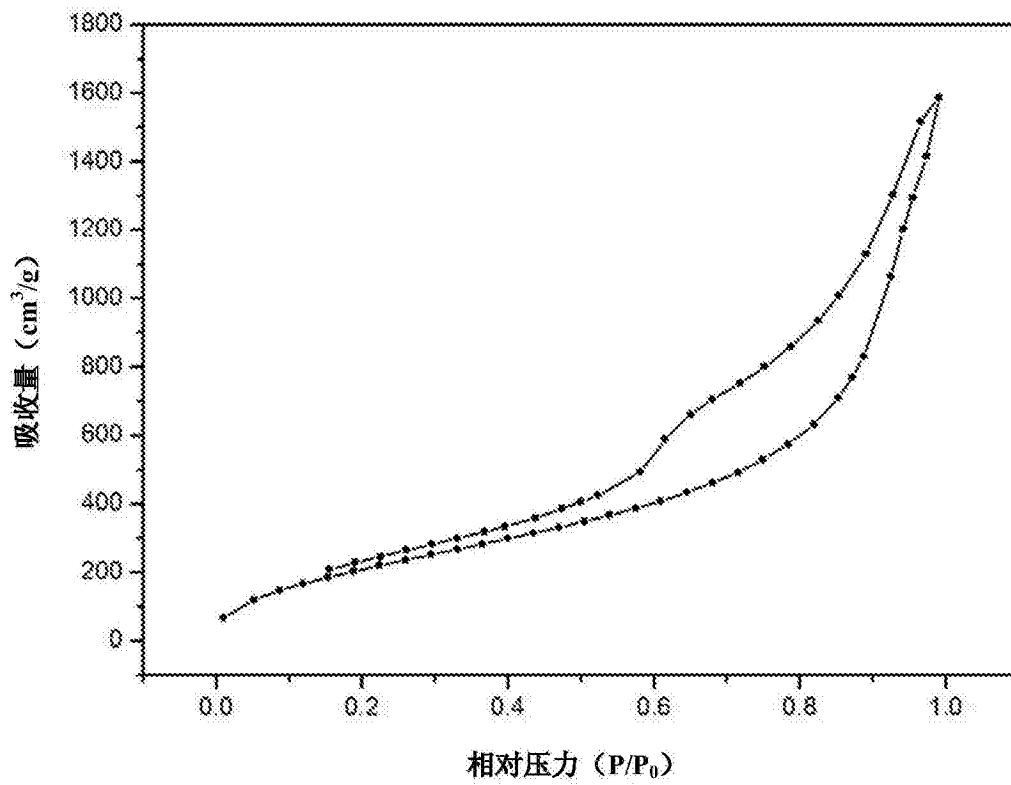


图 4b

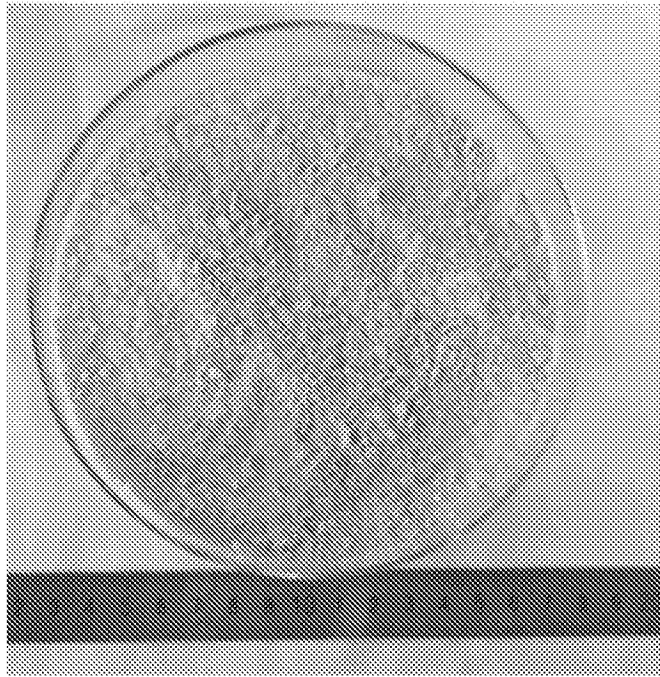


图 5a

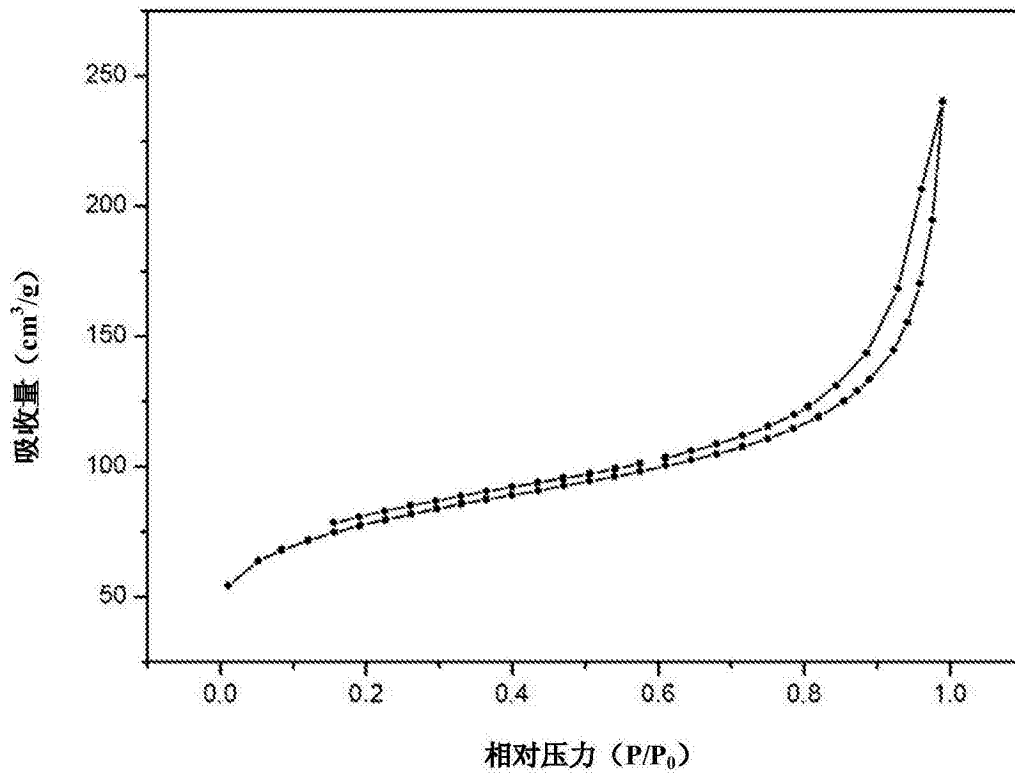


图 5b

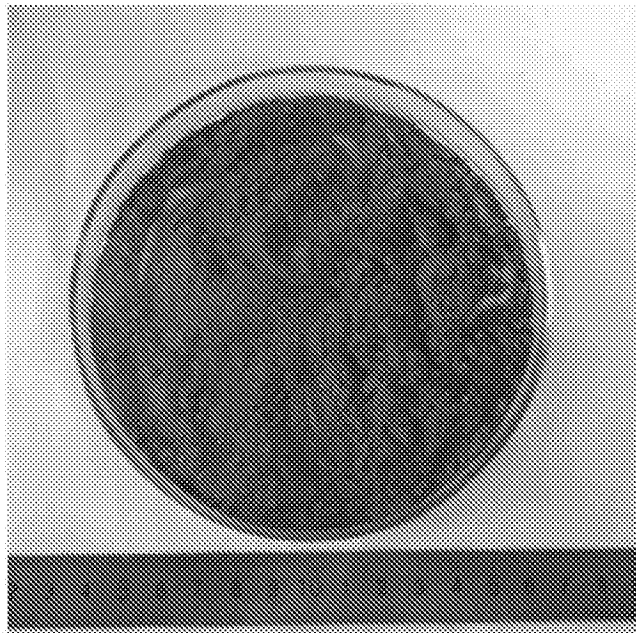


图 6a

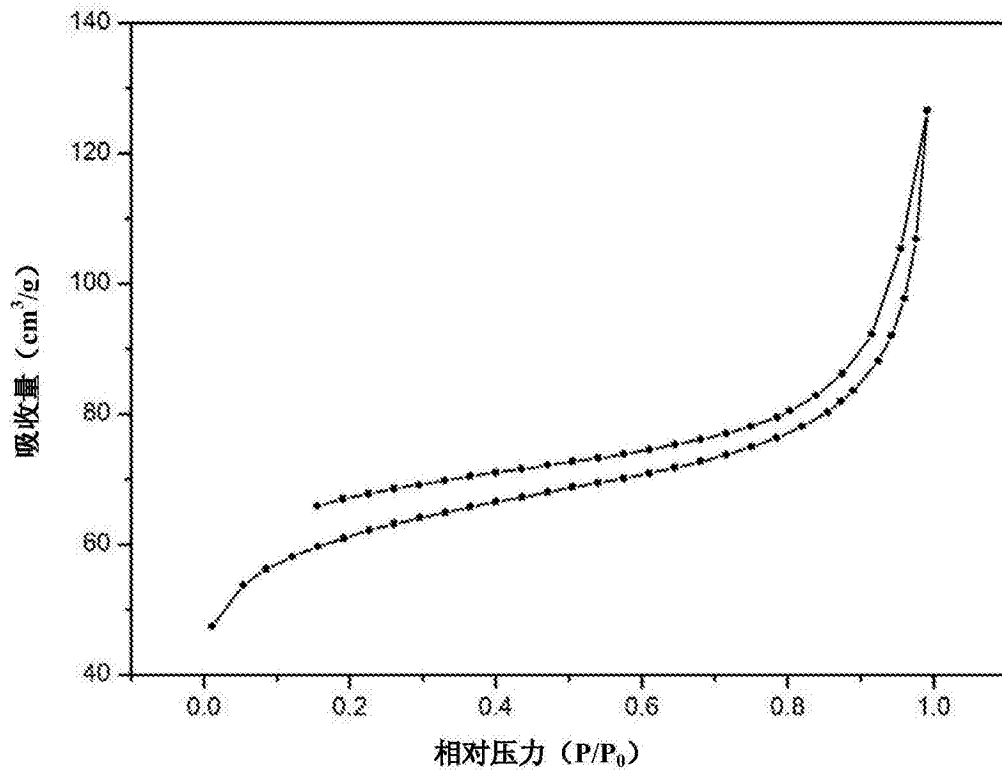


图 6b