



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113683387 B

(45) 授权公告日 2022.11.11

(21) 申请号 202010419274.X

审查员 谢燕婷

(22) 申请日 2020.05.18

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 113683387 A

(43) 申请公布日 2021.11.23

(73) 专利权人 江苏泛亚微透科技股份有限公司

地址 213000 江苏省常州市武进区礼嘉镇
前漕路8号

(72) 发明人 郭兴忠 王凡 雷伟 丁荣华

张云

(74) 专利代理机构 常州格策知识产权代理事务

所(普通合伙) 32481

专利代理师 徐静

(51) Int. Cl.

C04B 30/02 (2006.01)

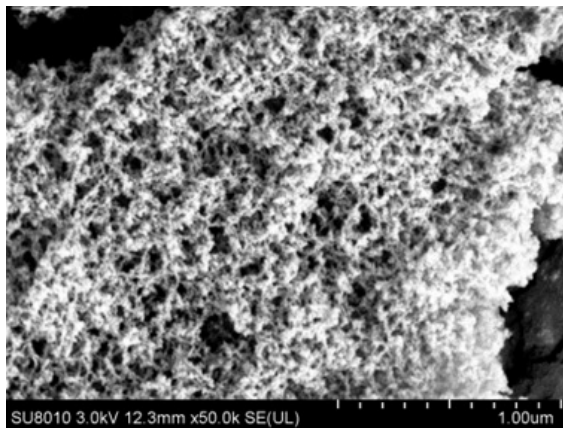
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡及其制备方法,将水玻璃和去离子水搅拌均匀得到混合溶液A;在搅拌状态下将混合溶液A缓慢加入酸性溶液中,直至混合溶液A的达到指定pH值时停止加入,然后加入阻燃剂搅拌均匀后;将含阻燃剂的二氧化硅溶胶快速倒入装有陶瓷纤维毡的模具中,使陶瓷纤维毡完全浸透,室温静置后取出,进行凝胶固化;待凝胶固化的陶瓷纤维毡进行溶剂置换、表面改性、干燥处理得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡。通过上述方式,本发明能够选用廉价的水玻璃为硅源,不仅可以节约成本,添加均匀分散的阻燃剂可以和二氧化硅气凝胶形成阻燃体系,提高阻燃性;表面改性增加了二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的疏水性。



1. 一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1、将水玻璃和去离子水搅拌均匀得到混合溶液A;水玻璃为模数为3.37,质量分数为40%的硅酸钠水溶液;水玻璃与去离子水的体积比为1:4;

S2、在搅拌状态下将混合溶液A缓慢加入酸性溶液中,直至混合溶液A的达到指定pH值时停止加入,然后加入阻燃剂搅拌均匀后,得到含阻燃剂的二氧化硅溶胶;

S3、将含阻燃剂的二氧化硅溶胶快速倒入装有陶瓷纤维毡的模具中,使陶瓷纤维毡完全浸透,室温静置后取出,进行凝胶固化;模具的材质为聚四氟乙烯,陶瓷纤维毡为硅酸铝陶瓷纤维毡,浸渍时间至少10min,采用水浴加热固化,固化温度为40°C-55°C;

S4、待凝胶固化的陶瓷纤维毡进行溶剂置换、表面改性、干燥处理得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡;干燥方式为常压二步干燥,即在55°C-65°C保温7-9 h,再升温至80°C-90°C保温7-9 h。

2. 根据权利要求1所述的疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,其特征在于,在步骤S2中,酸性溶液为磷酸溶液、盐酸溶液、硫酸溶液、硝酸溶液、草酸溶液和醋酸溶液中的一种或多种混合溶液。

3. 根据权利要求1所述的疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,其特征在于,在步骤S2中,混合溶液A的指定pH值为4.5。

4. 根据权利要求1所述的疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,其特征在于,在步骤S2中,阻燃剂为聚磷酸铵和硼酸锌的混合物,阻燃剂与混合溶液A的质量比为1:10。

5. 根据权利要求1所述的疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,其特征在于,在步骤S4的溶剂置换中,将凝胶固化后的陶瓷纤维毡分别依次加入乙醇、正己烷中进行置换,均在40°C-55°C的温度下保温至少12 h,各置换过程重复至少2次。

6. 根据权利要求1所述的疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,其特征在于,在步骤S4的表面改性中,改性溶剂为三甲基氯硅烷,混合溶液A与改性溶剂的体积比为1:2,表面改性工艺是在至少45°C的温度下保温12 h以上,至少重复2次。

7. 一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡,其特征在于,采用权利要求1-6任一所述的方法制备而成。

疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及二氧化硅气凝胶技术领域,特别是涉及一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡及其制备方法。

背景技术

[0002] 多孔二氧化硅气凝胶比表面积大、密度低、热导率低,这些优异特性使得其在很多领域都有巨大的应用前景。二氧化硅气凝胶的平均孔径小于空气中的氮气和氧气分子的平均自由程,孔内气体分子的热对流被阻断,同时三维纳米骨架使得热传导也被减弱,因此二氧化硅气凝胶在隔热材料方面有着巨大的应用潜力。目前,二氧化硅气凝胶的制备方法有超临界干燥和常压干燥。超临界干燥所需的设备昂贵复杂、工艺繁琐、能耗高且具有一定的危险性,而常压干燥制备二氧化硅气凝胶成本低、可操作性强且安全环保。但是通过常压干燥制备的二氧化硅气凝胶多为破碎的块体或粉体,要想获得大块的二氧化硅气凝胶需要和其他材料复合,其中陶瓷纤维毡具有重量轻、耐高温、热稳定性好、导热率低等优点可与二氧化硅气凝胶复合制成隔热材料。

[0003] 目前,制备二氧化硅气凝胶常选择有机硅源,但是有机硅源价格昂贵导致成本较高,而且有机硅源会增加气凝胶中的有机基团,这会增加气凝胶的燃烧性能,存在一定的安全隐患。因此,使用无机硅源可以降低成本,适当改性处理并添加阻燃剂可以增加疏水性和阻燃性,可加大推广应用。目前用无机硅源与陶瓷纤维复合制备二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的方法并不多见,且其阻燃疏水性不高,限制了其应用。

[0004] 关于二氧化硅气凝胶及其制备方法已有相关专利报道。专利CN110697724A公开了一种二氧化硅气凝胶及其制备方法,采用一步法制备二氧化硅湿凝胶,经过快速老化,湿凝胶粉碎,一步溶剂替换、表面改性修饰,再经减压或真空抽滤得到无液滴半干二氧化硅凝胶,最后通过红外、微波干燥制备出具有低密度高比表面积的二氧化硅气凝胶,但是选择的硅源为有机硅源,成本高。

[0005] 专利CN108609621A公开了一种二氧化硅气凝胶的制备方法,以正硅酸乙酯为硅源,甲基三乙氧基硅烷为共前驱体,超声水为反应剂,无水乙醇为溶剂,盐酸和氨水为催化剂,采用酸碱两步催化二次改性常压干燥制备二氧化硅湿凝胶,经过老化、改性获得了性能良好的二氧化硅气凝胶,但是选择有机硅源降低了气凝胶的阻燃性能。

[0006] 专利CN108408730A公开了一种超大孔容二氧化硅气凝胶保温材料的制备方法,以水玻璃为原料,硫酸和氨水为催化剂,再经过过滤、洗涤Na⁺含量低于2%、干燥后得到性能良好的二氧化硅气凝胶。虽然制备步骤简单,获得的二氧化硅气凝胶孔隙率高,孔容大,但降低了气凝胶的疏水阻燃性能。

[0007] 专利CN104556969B公开了一种疏水型二氧化硅气凝胶绝热复合材料的制备方法,以硅氧烷为前驱体,加入有机溶剂、水和酸催化剂,得到二氧化硅溶胶;将阻燃剂、红外阻隔剂加入到二氧化硅溶胶中,搅拌均匀;加入碱催化剂,将无机纤维制品浸入二氧化硅溶胶中,静置、溶剂置换、干燥制备具有整体防水性能、极低的导热系数、优异的高温绝热性能、

不燃性检测达到A1级的二氧化硅气凝胶复合材料。但其原料成本高,工艺复杂。

[0008] 专利CN108083760A公开了一种陶瓷纤维复合型二氧化硅气凝胶保温毡的制备工艺,利用陶瓷纤维毡饱和吸收二氧化硅气凝胶胶液并于特定条件凝胶,超临界流体CO₂干燥形成增强型气凝胶材料。制备的陶瓷纤维复合型二氧化硅气凝胶保温毡具有优良的保温性能、机械性能、防火和防水性能,施工方便。但其原料是正硅酸乙酯,并采用超临界干燥,原料成本和干燥工艺成本高。

发明内容

[0009] 本发明主要解决的技术问题是提供一种成本低,制备工艺简单,疏水阻燃性好的疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡及其制备方法,

[0010] 为解决上述技术问题,本发明采用的一个技术方案是:提供一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,包括以下步骤:

[0011] S1、将水玻璃和去离子水搅拌均匀得到混合溶液A;

[0012] S2、在搅拌状态下将混合溶液A缓慢加入酸性溶液中,直至混合溶液A的达到指定pH值时停止加入,然后加入阻燃剂搅拌均匀后,得到含阻燃剂的二氧化硅溶胶;

[0013] S3、将含阻燃剂的二氧化硅溶胶快速倒入装有陶瓷纤维毡的模具中,使陶瓷纤维毡完全浸透,室温静置后取出,进行凝胶固化;

[0014] S4、待凝胶固化的陶瓷纤维毡进行溶剂置换、表面改性、干燥处理得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡。

[0015] 在本发明一个较佳实施例中,在步骤S1中,水玻璃为模数为3.37,质量分数为40%的硅酸钠水溶液;水玻璃与去离子水的体积比为1:4。

[0016] 在本发明一个较佳实施例中,在步骤S2中,酸性溶液为磷酸溶液、盐酸溶液、硫酸溶液、硝酸溶液、草酸溶液和醋酸溶液中的一种或多种混合溶液。

[0017] 在本发明一个较佳实施例中,在步骤S2中,混合溶液A的指定pH值为4.5。

[0018] 在本发明一个较佳实施例中,在步骤S2中,阻燃剂为聚磷酸铵和硼酸锌的混合物,阻燃剂与混合溶液A的质量比为1:10。

[0019] 在本发明一个较佳实施例中,在步骤S3中,模具的材质为聚四氟乙烯,陶瓷纤维毡为硅酸铝陶瓷纤维毡,浸渍时间至少10min,采用水浴加热固化,固化温度为40℃-55℃。

[0020] 在本发明一个较佳实施例中,在步骤S4的溶剂置换中,将凝胶固化后的陶瓷纤维毡分别依次加入乙醇、正己烷中进行置换,均在40℃-55℃的温度下保温至少12 h,各置换过程重复至少2次。

[0021] 在本发明一个较佳实施例中,在步骤S4的表面改性中,改性溶剂为三甲基氯硅烷,混合溶液A与改性溶剂的体积比为1:2,表面改性工艺是在至少45℃的温度下保温12 h以上,至少重复2次。

[0022] 在本发明一个较佳实施例中,将步骤S4中表面改性后的陶瓷纤维毡进行干燥,干燥方式为常压二步干燥,即在55℃-65℃保温7-9 h,再升温至80℃-90℃保温7-9 h。

[0023] 为解决上述技术问题,本发明采用的另一个技术方案是:提供一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡,采用上述权利要求任一所述的方法制备而成。

[0024] 本发明的有益效果是:本发明选用廉价的水玻璃为硅源,不仅可以节约成本,同时

还避免了使用有机硅源增加二氧化硅气凝胶中有机基团的可能;添加均匀分散的阻燃剂可以和二氧化硅气凝胶形成阻燃体系,提高阻燃性;通过将二氧化硅气凝胶与轻质耐火的陶瓷纤维复合,通过凝胶固化可以获得二氧化硅气凝胶与陶瓷纤维毡紧密结合的大的块体复合毡;通过常压分级干燥的方式获得二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡,降低成本,工艺简单,安全环保。

附图说明

[0025] 为了更清楚地说明本发明实施例中的技术方案,下面将对实施例描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其它的附图,其中:

[0026] 图1是实施例1制备的疏水阻燃二氧化硅气凝胶材料的SEM照片;

[0027] 图2是实施例1制备的疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的SEM照片。

具体实施方式

[0028] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。通常在此处附图中描述和示出的本发明实施例的组件可以以各种不同的配置来布置和设计。

[0029] 因此,以下对在附图中提供的本发明的实施例的详细描述并非旨在限制要求保护的本发明的范围,而是仅仅表示本发明的选定实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0030] 应注意到:相似的标号和字母在下面的附图中表示类似项,因此,一旦某一项在一个附图中被定义,则在随后的附图中不需要对其进行进一步定义和解释。

[0031] 在本发明的描述中,需要说明的是,术语“前”、“后”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,或者是该发明产品使用时惯常摆放的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。此外,术语“第一”、“第二”等仅用于区分描述,而不能理解为指示或暗示相对重要性。

[0032] 在本发明的描述中,还需要说明的是,除非另有明确的规定和限定,术语“设置”、“连接”应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或一体地连接;可以是机械连接,也可以是电连接;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通。对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0033] 在本发明中,除非另有明确的规定和限定,第一特征在第二特征之上或之下可以包括第一和第二特征直接接触,也可以包括第一和第二特征不是直接接触而是通过它们之间的另外的特征接触。而且,第一特征在第二特征之上、上方和上面包括第一特征在第二特征正上方和斜上方,或仅仅表示第一特征水平高度高于第二特征。第一特征在第二特征之

下、下方和下面包括第一特征在第二特征正下方和斜下方,或仅仅表示第一特征水平高度小于第二特征。

[0034] 请参阅图1和图2,本发明实施例包括:

[0035] 实施例1:

[0036] 一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,包括如下步骤:

[0037] S1、将水玻璃模数为3.37、质量分数为40%的水玻璃和去离子按体积比为1:4的方式进行配比,搅拌均匀得到混合溶液;

[0038] S2、在搅拌状态下将S1中的混合溶液缓慢加入磷酸溶液中,直至pH值达到4.5时停止加入,然后按阻燃剂与混合溶液的质量比是1:10的比例加入聚磷酸铵和硼酸锌混合物阻燃剂,搅拌均匀得到含阻燃剂的二氧化硅溶胶;

[0039] S3、将S2中的溶胶快速倒入装有尺寸为300mm*300mm*50mm的硅酸铝陶瓷纤维毡的模具中,浸透陶瓷纤维毡,室温静置10min,然后在45℃温度下凝胶固化6 h得到浸渍溶胶的陶瓷纤维毡;

[0040] S4、待凝胶固化后取出S3中的陶瓷纤维毡加入乙醇中,在45℃水浴中置换12h,重复两次,再将陶瓷纤维毡加入正己烷中,在45℃水浴中置换12h,重复两次;

[0041] S5、将溶剂置换后的陶瓷纤维毡,按表面改性剂与混合溶液的体积比为2:1的比例加入三甲基氯硅烷表面改性剂,在45℃水浴中置换12h,将改性后的陶瓷纤维毡;

[0042] S6、将S4中表面改性后的陶瓷纤维毡在60℃保温8 h,再升温至80℃保温8 h制备得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡。

[0043] 实施例2:

[0044] 一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,包括如下步骤:

[0045] S1、将水玻璃模数为3.37、质量分数为40%的水玻璃和去离子按体积比为1:4的方式进行配比,搅拌均匀得到混合溶液;

[0046] S2、在搅拌状态下将S1中的混合溶液缓慢加入盐酸溶液中,直至pH值达到4.5时停止加入,然后按阻燃剂与混合溶液的质量比是1:10的比例加入聚磷酸铵和硼酸锌混合物阻燃剂,搅拌均匀得到含阻燃剂的二氧化硅溶胶;

[0047] S3、将S2中的溶胶快速倒入装有尺寸为300mm*300mm*50mm的硅酸铝陶瓷纤维毡的模具中,浸透陶瓷纤维毡,室温静置15min,然后在40℃温度下凝胶固化6 h得到浸渍溶胶的陶瓷纤维毡;

[0048] S4、待凝胶固化后取出S3中的陶瓷纤维毡加入乙醇中,在40℃水浴中置换14h,重复两次,再将陶瓷纤维毡加入正己烷中,在45℃水浴中置换14h,重复两次;

[0049] S5、将溶剂置换后的陶瓷纤维毡,按表面改性剂与混合溶液的体积比为2:1的比例加入三甲基氯硅烷表面改性剂,在43℃水浴中置换13h,将改性后的陶瓷纤维毡;

[0050] S6、将S4中表面改性后的陶瓷纤维毡在55℃保温7 h,再升温至80℃保温7 h制备得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡。

[0051] 实施例3:

[0052] 一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,包括如下步骤:

[0053] S1、将水玻璃模数为3.37、质量分数为40%的水玻璃和去离子按体积比为1:4的方式进行配比,搅拌均匀得到混合溶液;

[0054] S2、在搅拌状态下将S1中的混合溶液缓慢加入硫酸溶液中,直至pH值达到4.5时停止加入,然后按阻燃剂与混合溶液的质量比是1:10的比例加入聚磷酸铵和硼酸锌混合物阻燃剂,搅拌均匀得到含阻燃剂的二氧化硅溶胶;

[0055] S3、将S2中的溶胶快速倒入装有尺寸为300mm*300mm*50mm的硅酸铝陶瓷纤维毡的模具中,浸透陶瓷纤维毡,室温静置15min,然后在45℃温度下凝胶固化6 h得到浸渍溶胶的陶瓷纤维毡;

[0056] S4、待凝胶固化后取出S3中的陶瓷纤维毡加入乙醇中,在50℃水浴中置换15h,重复两次,再将陶瓷纤维毡加入正己烷中,在50℃水浴中置换15h,重复两次;

[0057] S5、将溶剂置换后的陶瓷纤维毡,按表面改性剂与混合溶液的体积比为2:1的比例加入三甲基氯硅烷表面改性剂,在50℃水浴中置换14h,将改性后的陶瓷纤维毡;

[0058] S6、将S4中表面改性后的陶瓷纤维毡在55℃保温7 h,再升温至85℃保温7h制备得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡。

[0059] 实施例4:

[0060] 一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,包括如下步骤:

[0061] S1、将水玻璃模数为3.37、质量分数为40%的水玻璃和去离子按体积比为1:4的方式进行配比,搅拌均匀得到混合溶液;

[0062] S2、在搅拌状态下将S1中的混合溶液缓慢加入硝酸溶液中,直至pH值达到4.5时停止加入,然后按阻燃剂与混合溶液的质量比是1:10的比例加入聚磷酸铵和硼酸锌混合物阻燃剂,搅拌均匀得到含阻燃剂的二氧化硅溶胶;

[0063] S3、将S2中的溶胶快速倒入装有尺寸为300mm*300mm*50mm的硅酸铝陶瓷纤维毡的模具中,浸透陶瓷纤维毡,室温静置20min,然后在40℃温度下凝胶固化6 h得到浸渍溶胶的陶瓷纤维毡;

[0064] S4、待凝胶固化后取出S3中的陶瓷纤维毡加入乙醇中,在55℃水浴中置换13h,重复两次,再将陶瓷纤维毡加入正己烷中,在50℃水浴中置换13h,重复三次;

[0065] S5、将溶剂置换后的陶瓷纤维毡,按表面改性剂与混合溶液的体积比为2:1的比例加入三甲基氯硅烷表面改性剂,在55℃水浴中置换15h,将改性后的陶瓷纤维毡;

[0066] S6、将S4中表面改性后的陶瓷纤维毡在65℃保温9 h,再升温至90℃保温9 h制备得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡。

[0067] 实施例5:

[0068] 一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,包括如下步骤:

[0069] S1、将水玻璃模数为3.37、质量分数为40%的水玻璃和去离子按体积比为1:4的方式进行配比,搅拌均匀得到混合溶液;

[0070] S2、在搅拌状态下将S1中的混合溶液缓慢加入草酸溶液中,直至pH值达到4.5时停止加入,然后按阻燃剂与混合溶液的质量比是1:10的比例加入聚磷酸铵和硼酸锌混合物阻燃剂,搅拌均匀得到含阻燃剂的二氧化硅溶胶;

[0071] S3、将S2中的溶胶快速倒入装有尺寸为300mm*300mm*50mm的硅酸铝陶瓷纤维毡的模具中,浸透陶瓷纤维毡,室温静置10min,然后在45℃温度下凝胶固化6 h得到浸渍溶胶的陶瓷纤维毡;

[0072] S4、待凝胶固化后取出S3中的陶瓷纤维毡加入乙醇中,在45℃水浴中置换12h,重

复两次,再将陶瓷纤维毡加入正己烷中,在45℃水浴中置换12h,重复两次;

[0073] S5、将溶剂置换后的陶瓷纤维毡,按表面改性剂与混合溶液的体积比为2:1的比例加入三甲基氯硅烷表面改性剂,在45℃水浴中置换12h,将改性后的陶瓷纤维毡;

[0074] S6、将S4中表面改性后的陶瓷纤维毡在60℃保温8 h,再升温至80℃保温8 h制备得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡。

[0075] 实施例6:

[0076] 一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,包括如下步骤:

[0077] S1、将水玻璃模数为3.37、质量分数为40%的水玻璃和去离子按体积比为1:4的方式进行配比,搅拌均匀得到混合溶液;

[0078] S2、在搅拌状态下将S1中的混合溶液缓慢加入醋酸溶液中,直至pH值达到4.5时停止加入,然后按阻燃剂与混合溶液的质量比是1:10的比例加入聚磷酸铵和硼酸锌混合物阻燃剂,搅拌均匀得到含阻燃剂的二氧化硅溶胶;

[0079] S3、将S2中的溶胶快速倒入装有尺寸为300mm*300mm*50mm的硅酸铝陶瓷纤维毡的模具中,浸透陶瓷纤维毡,室温静置20min,然后在55℃温度下凝胶固化6 h得到浸渍溶胶的陶瓷纤维毡;

[0080] S4、待凝胶固化后取出S3中的陶瓷纤维毡加入乙醇中,在40℃水浴中置换12h,重复两次,再将陶瓷纤维毡加入正己烷中,在40℃水浴中置换12h,重复两次;

[0081] S5、将溶剂置换后的陶瓷纤维毡,按表面改性剂与混合溶液的体积比为2:1的比例加入三甲基氯硅烷表面改性剂,在45℃水浴中置换14h,将改性后的陶瓷纤维毡;

[0082] S6、将S4中表面改性后的陶瓷纤维毡在60℃保温8 h,再升温至90℃保温9h制备得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡。

[0083] 实施例7:

[0084] 一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的制备方法,包括如下步骤:

[0085] S1、将水玻璃模数为3.37、质量分数为40%的水玻璃和去离子按体积比为1:4的方式进行配比,搅拌均匀得到混合溶液;

[0086] S2、在搅拌状态下将S1中的混合溶液缓慢加入盐酸溶液和硫酸溶液的混合溶液中,直至pH值达到4.5时停止加入,然后按阻燃剂与混合溶液的质量比是1:10的比例加入聚磷酸铵和硼酸锌混合物阻燃剂,搅拌均匀得到含阻燃剂的二氧化硅溶胶;

[0087] S3、将S2中的溶胶快速倒入装有尺寸为300mm*300mm*50mm的硅酸铝陶瓷纤维毡的模具中,浸透陶瓷纤维毡,室温静置15min,然后在40℃温度下凝胶固化6 h得到浸渍溶胶的陶瓷纤维毡;

[0088] S4、待凝胶固化后取出S3中的陶瓷纤维毡加入乙醇中,在40℃水浴中置换12h,重复两次,再将陶瓷纤维毡加入正己烷中,在45℃水浴中置换12h,重复两次;

[0089] S5、将溶剂置换后的陶瓷纤维毡,按表面改性剂与混合溶液的体积比为2:1的比例加入三甲基氯硅烷表面改性剂,在45℃水浴中置换12h,将改性后的陶瓷纤维毡;

[0090] S6、将S4中表面改性后的陶瓷纤维毡在60℃保温9 h,再升温至88℃保温8h制备得到疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡。

[0091] 对实施例1-7进行性能测试,结果如下:

[0092]

	导热系数/w/(m·k)	密度/g/cm ³	接触角/°	比表面积/m ² /g	孔体积/cm ³ /g
--	--------------	----------------------	-------	------------------------	------------------------

实施例1	0.0251	0.2603	128	699.419	3.303
实施例2	0.0294	0.2591	127	652.532	3.185
实施例3	0.0301	0.2712	120	627.894	2.989
实施例4	0.0278	0.2437	130	689.145	3.204
实施例5	0.0317	0.2659	125	615.489	3.025
实施例6	0.0285	0.2483	131	637.654	3.126
实施例7	0.0298	0.2547	124	665.671	3.145

[0093] 本发明还涉及一种疏水阻燃二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡,采用上述实施例的方法制备而成。

[0094] 本发明选用廉价的水玻璃为硅源,不仅可以节约成本,同时还避免了使用有机硅源增加二氧化硅气凝胶中有机基团的可能。

[0095] 本发明添加均匀分散的阻燃剂可以和二氧化硅气凝胶形成阻燃体系,提高阻燃性;表面改性增加了二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡的疏水性。

[0096] 本发明通过将二氧化硅气凝胶与轻质耐火的陶瓷纤维复合,通过凝胶固化可以获得二氧化硅气凝胶与陶瓷纤维毡紧密结合的大的块体复合毡。

[0097] 本发明通过常压分级干燥的方式获得二氧化硅气凝胶陶瓷纤维毡,降低成本,工艺简单,安全环保。

[0098] 以上所述仅为本发明的实施例,并非因此限制本发明的专利范围,凡是利用本发明说明书内容所作的等效结构或等效流程变换,或直接或间接运用在其它相关的技术领域,均同理包括在本发明的专利保护范围内。

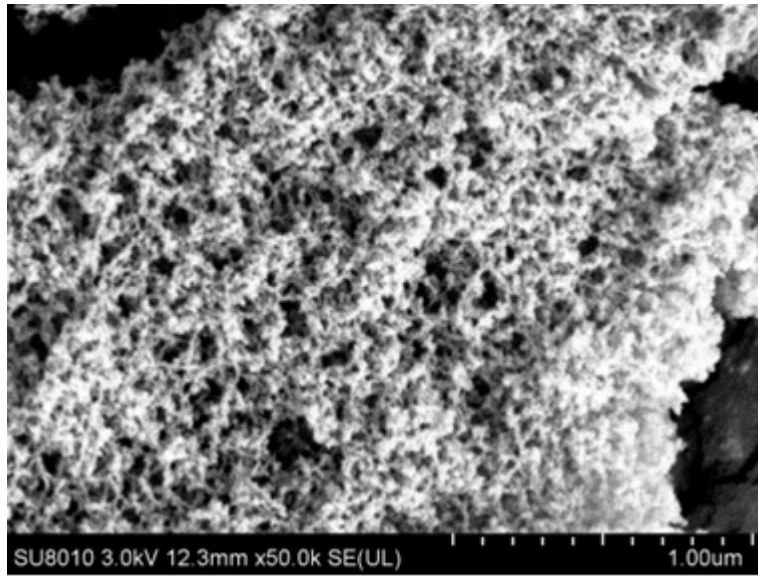


图1

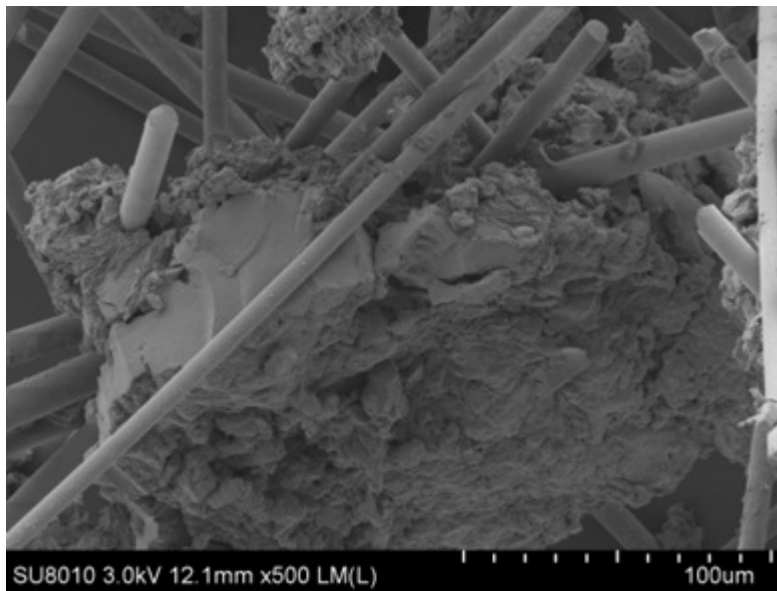


图2