



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103159454 A

(43) 申请公布日 2013. 06. 19

(21) 申请号 201310056513. X

(22) 申请日 2013. 02. 22

(71) 申请人 东台市节能耐火材料厂

地址 224213 江苏省盐城市东台市后港先烈
路 3 号

(72) 发明人 徐广平 宋扬 何江荣 何洁
刘鹏程 宋一华 徐溶

(74) 专利代理机构 北京科亿知识产权代理事务
所（普通合伙） 11350

代理人 刘忠祥

(51) Int. Cl.

C04B 30/02 (2006. 01)

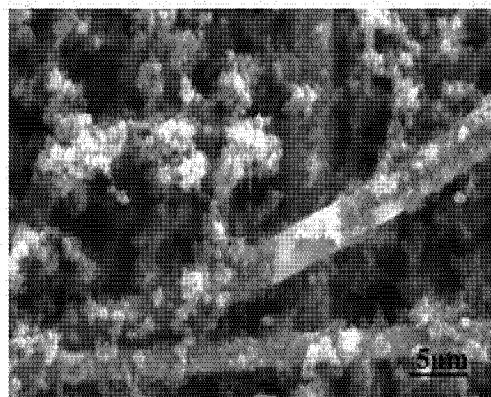
权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材
料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种纳米多孔气凝胶 / 纤维
复合超级绝热材料及其制备方法，该气凝胶 / 纤
维复合超级绝热材料组分包括二氧化硅气凝胶、
氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉；其制
备方法为：有机溶剂、交联剂、有机单体按一定
比例配制成预混液，通过球磨工艺将一定配比的
二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、造孔
剂、悬浮剂、钛白粉配制成浆料，然后经过真空
除泡向浆料中滴加一定量的引发剂、催化剂，通
过凝胶注膜工艺实现复合材料原位固化，再经
过脱模、真空干燥、脱脂排胶。本发明材料具有
纳米多孔 / 增强纤维复合微观结构，其热导率为
 $0.040 \sim 0.046 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ (298K)，抗弯强度高达
 $12 \sim 14 \text{ MPa}$ ；制备工艺简单，易大规模工业化应用；
适于航空航天、军事及苛刻环境下的热防护。



1. 一种纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料, 其特征在于: 该超级绝热材料的原料组分包括二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉, 其重量比为 (0.6~1.3):(2.1~5.0):(1.2~3.3):(0.06~0.52)。

2. 根据权利要求 1 所述的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料, 其特征在于: 所述二氧化硅气凝胶颗粒的平均粒径为 $23.1 \mu\text{m}$ 、热导率在温度为 298K 时为 $0.02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 、平均孔径为 20nm、孔隙率大于 97%、密度约为 0.14 g/cm^3 、比表面积为 857 g/m^2 。

3. 根据权利要求 1 所述的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料, 其特征在于: 所述氧化铝微粉的平均粒径为 $0.51 \mu\text{m}$, 所述氧化铝微粉的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 含量大于 99.9%。

4. 根据权利要求 1 所述的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料, 其特征在于: 所述氧化锆纤维体积密度低于 0.15 g/cm^3 , 所述氧化锆纤维的四方相氧化锆成份大于 99.5%, 所述氧化锆纤维导热系数在温度为 298K 时低于 $0.13 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 。

5. 根据权利要求 1 所述的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料, 其特征在于: 所述遮光剂钛白粉晶型为金红石型, 所述遮光剂钛白粉平均粒径为 $0.30 \mu\text{m}$, 所述遮光剂钛白粉中 TiO_2 的含量高于 98%。

6. 一种以权利要求 1 所述原料制备纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料的方法, 其特征在于: 该制备方法包括以下步骤:

(1) 预混液配制 将有机溶剂、交联剂和有机单体混合搅拌至澄清透明液体, 而制成预混液;

(2) 悬浮浆料配制 向预混液中加入二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉、造孔剂及悬浮剂, 经球磨混料制备出悬浮浆料;

(3) 真空除泡 对上述悬浮浆料进行真空除泡, 除泡后再向该悬浮浆料中先后逐滴加引发剂和催化剂, 同时进行搅拌, 以制成除泡浆料;

(4) 凝胶注膜 将除泡浆料浇注到模具中, 经原位固化而得到凝胶复合体;

(5) 静置脱模 将凝胶复合体在室温下静置 4~8 小时后, 从模具中脱出而得到成型坯料;

(6) 真空干燥 对成型坯料进行真空干燥;

(7) 排胶处理 对真空干燥处理的成型坯料进行加温、保温处理, 以脱除有机溶剂、有机单体、交联剂、造孔剂、悬浮剂、引发剂、催化剂, 而制得纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料成品。

7. 根据权利要求 6 所述的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料的制备方法, 其特征在于: 所述有机溶剂为叔丁醇, 有机单体为丙烯酰胺, 交联剂为 N,N' - 亚甲基双丙烯酰胺。

8. 根据权利要求 7 所述的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料的制备方法, 其特征在于: 所述叔丁醇、丙烯酰胺及 N,N' - 亚甲基双丙烯酰胺三者的重量比为 (170~200):(29~100):(1~10)。

9. 根据权利要求 6 所述的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料的制备方法, 其特征在于: 所述二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉的重量比为 (0.6~1.3):(2.1~5.0):(1.2~3.3):(0.06~0.52)。

10. 根据权利要求 6 或 9 所述的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料的制备方法,

其特征在于：所述造孔剂为聚乙二醇-2000，该聚乙二醇-2000的添加量为二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的1.5~7.5%；所述悬浮剂为三聚磷酸钠，该三聚磷酸钠的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的0.05~3.5%。

11. 根据权利要求6或9所述的纳米多孔气凝胶/纤维复合超级绝热材料的制备方法，其特征在于：所述悬浮浆料的固相含量的体积分数为15~75%。

12. 根据权利要求6所述的纳米多孔气凝胶/纤维复合超级绝热材料的制备方法，其特征在于：所述引发剂为过硫酸铵，该过硫酸铵的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的0.5~5%；所述催化剂为N,N,N',N'-四甲基乙二胺，该催化剂N,N,N',N'-四甲基乙二胺的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的15~45%。

13. 根据权利要求6或12所述的纳米多孔气凝胶/纤维复合超级绝热材料的制备方法，其特征在于：所述真空除泡的温度控制在零下10~55摄氏度。

14. 根据权利要求6所述的纳米多孔气凝胶/纤维复合超级绝热材料的制备方法，其特征在于：所述除泡浆料浇注入模具时模具的温度控制在15~85摄氏度。

15. 根据权利要求6所述的纳米多孔气凝胶/纤维复合超级绝热材料的制备方法，其特征在于：所述成型坯料被置于50~120摄氏度的真空条件下干燥12~36小时。

16. 根据权利要求6所述的纳米多孔气凝胶/纤维复合超级绝热材料的制备方法，其特征在于：所述排胶处理的加温、保温处理过程依次为，将真空干燥的成型坯料在室温条件下静置1小时后，升温至105摄氏度，保温2~3小时；然后以1小时的升温时间将温度升至180摄氏度，保温1~3小时；再以2小时的升温时间将温度升至300摄氏度，保温1~3小时；再以70分钟的升温时间将温度升至370摄氏度，保温1~4小时；再以30分钟的升温时间将温度升至400摄氏度，保温1小时；再以200分钟的升温时间将温度升至500摄氏度，保2~4h；再以200分钟的升温时间将温度升至600摄氏度，保温2~4小时；然后在室温下冷却。

一种纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种高温绝热材料,尤其涉及一种包含有纳米孔气凝胶及纤维质隔热材料的复合超级绝热材料。本发明还涉及该复合绝热材料的制备方法。

背景技术

[0002] 超级绝热材料是指在预定的使用条件下,其热导率低于“无对流空气”热导率($0.026\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, 25°C)的绝热材料。气凝胶是典型的纳米孔超级绝热材料,它包括有硅系、碳系、硫系、金属氧化物系及金属系等等;气凝胶拥有极高孔洞率、极低的密度、高比表面积、超高孔体积率。

[0003] SiO_2 气凝胶被认为是目前绝热性能最佳的固态材料,它是通过溶胶—凝胶工艺和超临界干燥技术制得的具有空间网络结构的轻质纳米多孔材料(如图1所示),其密度低达 $3\text{kg}/\text{m}^3$,孔洞率高达 99%;纳米级多孔网络结构能够有效限制固态热传导和气态热传导,使得 SiO_2 气凝胶具有优异的绝热性能。因此它作为一种轻质高效绝热材料在航空航天、化工、冶金、节能环保等领域具有广泛的应用前景。但 SiO_2 气凝胶强度低、脆性大、韧性差,纳米孔结构在外力作用下易破坏等因素,成为限制其工业化大规模应用的主要难点。

[0004] 纤维质隔热材料具有重量轻、熔点和软化点高、隔热性能好、易加工成型等特点,并具有较高的抗拉抗压等力学性能,被广泛用于工业领域的隔热里衬以及航天器的热防护结构中;其中氧化锆纤维是一种韧性好、抗氧化、耐酸碱腐蚀、抗热震性好和隔热性好等优良性能的绝热增强材料(如图2所示)。但纤维质隔热材料不能形成纳米级或微米级孔隙结构,难以达到超级绝热效果。

[0005] 因此,不管是气凝胶,还是纤维质隔热材料,均存在使用上的局限性,从而限制了绝热材料应用范围的拓展;而气凝胶和纤维质隔热材料的简单混合,并不能实现均匀和极高的孔洞率,以及两者间较高的结合强度和整体强度。业界总是力求寻找一种具有优异绝热效果和较高机械强度的复合性能高绝热材料,以此提高绝热材料的应用范围和使用性能。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题是提供一种纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料及其制备方法,它不仅具有高孔洞率、低热导率,而且具有较高的强度和断裂韧性。本发明另一要解决的技术问题是,还要提供一种上述纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料的制备方法。

[0007] 为了解决上述技术问题,本发明的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料,其原料组分包括二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉,其重量比为(0.6-1.3):(2.1-5.0):(1.2-3.3):(0.06-0.52)。

[0008] 所述二氧化硅气凝胶颗粒的平均粒径为 $23.1\mu\text{m}$ 、热导率在温度为 298K 时为 0.02

$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 、平均孔径为 20nm、孔隙率大于 97%、密度约为 0.14 g/cm^3 、比表面积为 857 g/m^2 。

[0009] 所述氧化铝微粉的平均粒径为 $0.51 \mu\text{m}$, 所述氧化铝微粉的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 含量大于 99.9%。

[0010] 所述氧化锆纤维体积密度低于 0.15 g/cm^3 , 所述氧化锆纤维的四方相氧化锆成份大于 99.5%, 所述氧化锆纤维导热系数在温度为 298K 时低于 $0.13 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 。

[0011] 所述遮光剂钛白粉晶型为金红石型, 所述遮光剂钛白粉平均粒径约为 $0.30 \mu\text{m}$, 所述遮光剂钛白粉中 Ti O_2 的含量高于 98%。

[0012] 一种以上述原料制备纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料的方法, 其制备方法包括以下步骤 :

(1) 预混液配制 将有机溶剂、交联剂和有机单体混合搅拌至澄清透明液体, 而制成预混液;

(2) 悬浮浆料配制 向预混液中加入二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉、造孔剂及悬浮剂, 经球磨混料制备出悬浮浆料;

(3) 真空除泡 对上述悬浮浆料进行真空除泡, 除泡后再向该悬浮浆料中先后逐滴加引发剂和催化剂, 同时进行搅拌, 以制成除泡浆料;

(4) 凝胶注膜 将除泡浆料浇注到模具中, 经原位固化而得到凝胶复合体;

(5) 静置脱模 将凝胶复合体在室温下静置 4~8 小时后, 从模具中脱出而得到成型坯料;

(6) 真空干燥 对成型坯料进行真空干燥;

(7) 排胶处理 对真空干燥处理的成型坯料进行加温、保温处理, 以脱除有机溶剂、有机单体、交联剂、造孔剂、悬浮剂、引发剂、催化剂, 而制得纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料成品。

[0013] 所述有机溶剂为叔丁醇, 有机单体为丙烯酰胺, 交联剂为 $\text{N}, \text{N}' - \text{亚甲基双丙烯酰胺}$ 。

[0014] 所述叔丁醇、丙烯酰胺及 $\text{N}, \text{N}' - \text{亚甲基双丙烯酰胺}$ 三者的重量比为(170~200):(29~100):(1~10)。

[0015] 所述二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉的重量比为(0.6~1.3):(2.1~5.0):(1.2~3.3):(0.06~0.52)。

[0016] 所述造孔剂为聚乙二醇 -2000, 该聚乙二醇 -2000 的添加量为二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 1.5~7.5%; 所述悬浮剂为三聚磷酸钠, 该三聚磷酸钠的添加量为二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 0.05~3.5%。

[0017] 所述悬浮浆料的固相含量的体积分数为 15~75%。

[0018] 所述引发剂为过硫酸铵, 该过硫酸铵的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 0.5~5%; 所述催化剂为 $\text{N}, \text{N}, \text{N}', \text{N}' - \text{四甲基乙二胺}$, 该催化剂 $\text{N}, \text{N}, \text{N}', \text{N}' - \text{四甲基乙二胺}$ 的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 15~45%。

[0019] 所述真空除泡的温度控制在零下 10~55 摄氏度。

[0020] 所述除泡浆料浇注入模具时模具的温度控制在 15~85 摄氏度。

[0021] 所述成型坯料被置于 50~120 摄氏度的真空条件下干燥 12~36 小时。

[0022] 所述排胶处理的加温、保温处理过程依次为,将真空干燥的成型坯料在室温条件下静置1小时后,升温至105摄氏度,保温2~3小时;然后以1小时的升温时间将温度升至180摄氏度,保温1~3小时;再以2小时的升温时间将温度升至300摄氏度,保温1~3小时;再以70分钟的升温时间将温度升至370摄氏度,保温1~4小时;再以30分钟的升温时间将温度升至400摄氏度,保温1小时;再以200分钟的升温时间将温度升至500摄氏度,保温2~4小时;再以200分钟的升温时间将温度升至600摄氏度,保温2~4小时;然后在室温下冷却。

[0023] 本发明与现有技术相比具有如下显著优点:

1、由于采用本发明组分和含量的制备原料,在复合后保证了成品具有低热导率、高强度、高断裂韧性、优异的抗热震性能及长寿命的优点。从组织结构方面看:二氧化硅气凝胶所独有的低密度、高孔洞率、微观形貌富赋整个复合材料优异的隔热特性;氧化锆纤维在复合材料中引起的裂纹偏转、纤维拔出、纤维脱粘、微裂纹增韧、相变增韧及纤维桥接效应使得整个材料的抗压强度与断裂韧性得以显著提高;氧化铝微粉在整个复合材料中是作为骨料及合成莫来石(莫来石:3Al₂O₃·2SiO₂)所必需的原料添加的,它不仅能够提高整个复合材料的使用温度及使用寿命,而且能够提高材料的抗热冲击性能;钛白粉作为遮光剂具有遮光性能稳定、持久,化学稳定性好的特性,不与复合材料中的其他原料参加反应,钛白粉能够吸收热辐射中大量的红外波段的射线,进一步提高复合材料的隔热性能。

[0024] 2、本发明制备方法运用了凝胶注模成型工艺,通过悬浮浆料中的有机单体在温度或引发剂诱导的作用下形成凝胶网络,把二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉、造孔剂聚合在一起而实现原位固化成型。有机单体与造孔剂在催化剂和引发剂的作用下缩聚形成密集的高分子网状结构,将氧化铝微粉、氧化锆纤维、钛白粉等原料“束缚”在原来的位置上,实现原位凝固、成型,从而得到较高强度的坯体材料的成型方法,防止原料之间因迁移、扩散引起的团聚及杂质的出现,进而减少复合材料内部缺陷,实现材料的近净尺寸成型。在本发明制备方法的凝胶注模过程中通过对温度的精确控制实现原位固化的速率及原位固化的程度,进而能够控制高分子网络的缩聚速率及聚合度,最终能够实现复合材料微观形貌的可控可调性;凝胶注模能够实现原位固化以保证气凝胶本有的微观形貌不被破坏。

[0025] 3、本发明的制备方法使成品具有纤细的纳米孔结构,实现热导率极低,比表面积极大。绝热材料成品中的纳米孔是成品材料具有高绝热性的重要条件,这些纳米级孔的来源有两个方面,一是气凝胶本身所具有的;二是在制备过程中形成的,它通过在浆料中引入造孔剂,在后续的排胶工艺中,在造孔剂分子脱除的位置上留下纳米级的气孔。造孔剂聚乙二醇-2000的水溶性很好,能溶于水和有机溶剂中,在凝胶注模浆料中聚乙二醇-2000溶于有机溶剂叔丁醇,当浆料原位固化之后,聚乙二醇-2000以其高分子网络的结构形式存在,这时除了气凝胶本征所具备的纳米气孔之外,并没有其他纳米孔存在,经过排胶处理工艺之后,聚乙二醇-2000被分解、排除掉,在聚乙二醇-2000原有的位置上留下了高分子级别的空隙,即纳米孔,因此最终产品中所形成的也是纳米孔。

[0026] 4、本发明采用了凝胶注模胶态成型工艺,有机溶剂、交联剂、造孔剂、悬浮剂、引发剂及催化剂之间分子级别的均匀度,并且原料组分可控性及可调性强,工艺灵活度大。由于低粘度、高固相含量的浆料呈液态,可以流动并填充模具,因此可以制备出复杂形状的部件

,部件的复杂程度取决于模具的制造水平,同时该工艺制备出的生坯强度高,可进行机械深加工,可真正实现近净尺寸成型。由于预混液中除可排出的溶剂外,有机单体等可以全部使用有机物,且有机物含量很低(低于3wt%),利于克服排胶造成的缺陷。因此,烧结后的部件杂质含量很低,纯净度较高。凝胶定型过程与注模操作是完全分离的,同时凝胶注模成型的定型过程是靠料浆中有机单体原位聚合形成交联网状结构的凝胶体来实现的,所以成型坯体组分与密度皆均匀、缺陷少、烧结后坯体收缩很小。

[0027] 5、本发明还可以通过调整工艺参数,调节和控制浆料粘度、成型时间、坯体强度等,实现成型过程的连续化和机械化生产。本发明的制备方法生产成本,生产效率高安全性好,易于工业化大规模应用。

附图说明

[0028] 图1为二氧化硅气凝胶的扫描电子显微镜照片;

图2为氧化锆增韧连续纤维的扫描电子显微镜照片;

图3为本发明纳米多孔气凝胶/纤维复合超级绝热材料的扫描电子显微镜照片。

具体实施方式

[0029] 以下通过实施例对本发明做进一步说明,且本发明技术方案不局限于以下所列举具体实施方式,其保护范围不受这些实施例的限制。

[0030] 凝胶注模制备纳米多孔气凝胶/纤维复合超级绝热材料的方法,是按下述步骤进行的:(1)将有机溶剂叔丁醇、有机单体丙烯酰胺、交联剂N,N'-亚甲基双丙烯酰胺充分搅拌混合24~48小时配置成预混液,其中叔丁醇、丙烯酰胺及N,N'-亚甲基双丙烯酰胺,三者的重量比为工作(170~200):(29~100):(1~10)。(2)向步骤(1)中的预混液中加入二氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉、造孔剂聚乙二醇-2000及悬浮剂三聚磷酸钠,行星球磨混料4~8小时,制备出固相含量(体积分数)为15~75%的悬浮浆料,其中氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉,四者的重量比为(0.6~1.3):(2.1~5.0):(1.2~3.3):(0.06~0.52),造孔剂聚乙二醇-2000的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的1.5~7.5%,悬浮剂三聚磷酸钠的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的0.05~3.5%。(3)将步骤(2)得到的悬浮浆料进行真空除泡15~45分钟,然后向悬浮浆料中先后逐滴加入一定量的引发剂过硫酸铵、催化剂N,N,N',N'-四甲基乙二胺,同时进行磁力搅拌及温度控制而制成除泡浆料,其中真空除泡过程的温度宜控制在零下10~55摄氏度,引发剂过硫酸铵的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的0.5~5%,催化剂N,N,N',N'-四甲基乙二胺的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的15~45%。(4)将步骤(3)中得到的除泡浆料浇注到适宜温度下的模具中,进而实现气凝胶/纤维复合材料的原位固化得到凝胶复合体,其中凝胶注模时模具的温度控制在15~85摄氏度。(5)将步骤(4)得到的凝胶复合体室温下静置4~8小时后从模具中脱出而得到成型坯料。(6)将脱出后的成型坯料置于50~120摄氏度的真空干燥箱中12~36小时。(7)在特定温度制度下将真空干燥后的成型坯料置于烧结炉中进行排胶处理工艺,以脱除有机溶剂、单体、交联剂、造孔剂、悬浮剂、引发剂、催化剂等有机物;该特定温度制度的排胶处理的加温、保温处理过程依次为,将真空干燥的成

型坯料在室温条件下静置 1 小时后, 升温至 105 摄氏度, 保温 2~3 小时; 然后以 1 小时的升温时间将温度升至 180 摄氏度, 保温 1~3 小时; 再以 2 小时的升温时间将温度升至 300 摄氏度, 保温 1~3 小时; 再以 70 分钟的升温时间将温度升至 370 摄氏度, 保温 1~4 小时; 再以 30 分钟的升温时间将温度升至 400 摄氏度, 保温 1 小时; 再以 200 分钟的升温时间将温度升至 500 摄氏度, 保 2~4h; 再以 200 分钟的升温时间将温度升至 600 摄氏度, 保温 2~4 小时; 然后在室温下冷却, 最终得到具有高机械强度、低热导率的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料, 其显微组织如图 3 所示的。

[0031] 实施方式 1

(1) 将有机溶剂叔丁醇、有机单体丙烯酰胺、交联剂 N,N'-亚甲基双丙烯酰胺充分搅拌混合 25 小时配置成预混液, 其中叔丁醇、丙烯酰胺及 N,N'-亚甲基双丙烯酰胺, 三者的重量比为 180:37:3.5; (2) 向步骤(1)中的预混液中加入氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉、造孔剂聚乙二醇 -2000 及悬浮剂三聚磷酸钠, 行星球磨混料 5 小时, 制备出固相含量(体积分数)为 19% 的浆料, 其中氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉, 四者的重量比为 0.7:2.3:1.4:0.08, 造孔剂聚乙二醇 -2000 的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 2.7%, 悬浮剂三聚磷酸钠的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 0.08%; (3) 将步骤(2)得到的浆料进行真空除泡 18 分钟, 然后向浆料中先后逐滴加入一定量的引发剂过硫酸铵、催化剂 N,N,N',N'-四甲基乙二胺, 同时进行磁力搅拌及温度控制, 其中真空除泡过程的温度宜控制在 18 摄氏度, 引发剂过硫酸铵的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 0.7%, 催化剂 N,N,N',N'-四甲基乙二胺的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 21%; (4) 将步骤(3)中得到的浆料浇注到适宜温度下的模具中, 进而实现气凝胶 / 纤维复合材料的原位固化得到凝胶复合体, 其中凝胶注模时模具的温度控制在 21 摄氏度; (5) 将步骤(4)得到的凝胶复合体室温下静置 4 小时后从模具中脱出成型坯料; (6) 将脱出后的复合体材料(成型坯料)置于 55 摄氏度的真空干燥箱中 14 小时; (7) 在特定温度制度下将真空干燥后的复合体材料置于电炉中进行排胶处理工艺, 以脱除有机溶剂、单体、交联剂、造孔剂、悬浮剂、引发剂、催化剂等有机物, 其中特定温度制度设定为室温下 1 小时升温至 105 摄氏度, 保温 2 小时; 1 小时升至 180 摄氏度, 保温 1 小时; 2 小时升至 300 摄氏度, 保温 1 小时; 70 分钟升至 370 摄氏度, 保温 1 小时; 30 分钟升至 400 摄氏度, 保温 1 小时; 200 分钟升至 500 摄氏度, 保 2 小时; 200 分钟升至 600 摄氏度, 保温 2 小时, 最终得到块体完整、具有高机械强度(抗压强度达 12.7Mpa)、低热导率($\lambda = 0.045 \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, 298K) 的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料。

[0032] 实施方式 2

(1) 将有机溶剂叔丁醇、有机单体丙烯酰胺、交联剂 N,N'-亚甲基双丙烯酰胺充分搅拌混合 25 小时配置成预混液, 其中叔丁醇、丙烯酰胺及 N,N'-亚甲基双丙烯酰胺, 三者的重量比为 175:32:2; (2) 向步骤(1)中的预混液中加入氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉、造孔剂聚乙二醇 -2000 及悬浮剂三聚磷酸钠, 行星球磨混料 4 小时, 制备出固相含量(体积分数)为 21% 的浆料, 其中氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉, 四者的重量比为 1.1~1.3:2.8:3~3.3:0.14, 造孔剂聚乙二醇 -2000 的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 1.5~4.5%, 悬浮剂三聚磷酸钠

的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 0.15~2.5% ;(3)将步骤(2)得到的浆料进行真空除泡 23 分钟,然后向浆料中先后逐滴加入一定量的引发剂过硫酸铵、催化剂 N,N,N',N' - 四甲基乙二胺,同时进行磁力搅拌及温度控制,其中真空除泡过程的温度宜控制在 26 摄氏度,引发剂过硫酸铵的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 0.6~2.5%,催化剂 N,N,N',N' - 四甲基乙二胺的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 18~25%;(4)将步骤(3)中得到的浆料浇注到适宜温度下的模具中,进而实现气凝胶 / 纤维复合材料的原位固化得到凝胶复合体,其中凝胶注模时模具的温度控制在 40 摄氏度;(5)将步骤(4)得到的凝胶复合体室温下静置 4.5 小时后从模具中脱出成型坯料;(6)将脱出后的复合体材料置于 55 摄氏度的真空干燥箱中 14 小时;(7)在特定温度制度下将真空干燥后的复合体材料置于电炉中进行排胶处理工艺,以脱除有机溶剂、单体、交联剂、造孔剂、悬浮剂、引发剂、催化剂等有机物,其中特定温度制度设定为室温下 1 小时升温至 105 摄氏度,保温 2.5 小时;1 小时升至 180 摄氏度,保温 1.5 小时;2 小时升至 300 摄氏度,保温 1.5 小时;70 分钟升至 370 摄氏度,保温 1 小时;30 分钟升至 400 摄氏度,保温 1 小时;200 分钟升至 500 摄氏度,保 2 小时;200 分钟升至 600 摄氏度,保温 2 小时,最终得到块体完整、具有高机械强度(抗压强度达 13.1Mpa)、低热导率($\lambda = 0.044 \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, 298K)的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料。

[0033] 实施方式 3

(1)将有机溶剂叔丁醇、有机单体丙烯酰胺、交联剂 N,N' - 亚甲基双丙烯酰胺充分搅拌混合 24~48 小时配置成预混液,其中叔丁醇、丙烯酰胺及 N,N' - 亚甲基双丙烯酰胺,三者的重量比为 174:39~40:6~9;(2)向步骤(1)中的预混液中加入氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉、造孔剂聚乙二醇 -2000 及悬浮剂三聚磷酸钠,行星球磨混料 4.5 小时,制备出固相含量(体积分数)为 35% 的浆料,其中氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉,四者的重量比为 0.7~1.0:2.5~4.0:1.8~3.1:0.12~0.23,造孔剂聚乙二醇 -2000 的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 4.6%,悬浮剂三聚磷酸钠的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 0.08~1.5%;(3)将步骤(2)得到的浆料进行真空除泡 16 分钟,然后向浆料中先后逐滴加入一定量的引发剂过硫酸铵、催化剂 N,N,N',N' - 四甲基乙二胺,同时进行磁力搅拌及温度控制,其中真空除泡过程的温度宜控制在零下 33 摄氏度,引发剂过硫酸铵的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 0.8~2.5%,催化剂 N,N,N',N' - 四甲基乙二胺的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 22%;(4)将步骤(3)中得到的浆料浇注到适宜温度下的模具中,进而实现气凝胶 / 纤维复合材料的原位固化得到凝胶复合体,其中凝胶注模时模具的温度控制在 45 摄氏度;(5)将步骤(4)得到的凝胶复合体室温下静置 4.5 小时后从模具中脱出;(6)将脱出后的复合体材料置于 65~80 摄氏度的真空干燥箱中 30 小时;(7)在特定温度制度下将真空干燥后的复合体材料置于电炉中进行排胶处理工艺,以脱除有机溶剂、单体、交联剂、造孔剂、悬浮剂、引发剂、催化剂等有机物,其中特定温度制度设定为室温下 1 小时升温至 105 摄氏度,保温 2~3 小时;1 小时升至 180 摄氏度,保温 1~2 小时;2 小时升至 300 摄氏度,保温 1~2 小时;70 分钟升至 370 摄氏度,保温 1~3 小时;30 分钟升至 400 摄氏度,保温 1 小时;200 分钟升至 500 摄氏度,保 2~3h;200 分钟升至 600 摄氏度,保温 2~3 小时,最终得到块体完整、具有高机械强度(抗压强度达 13.8Mpa)、低热导率($\lambda = 0.046 \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$,

298K) 的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料。

[0034] 实施方式 4

(1) 将有机溶剂叔丁醇、有机单体丙烯酰胺、交联剂 N,N'-亚甲基双丙烯酰胺充分搅拌混合 36 小时配置成预混液, 其中叔丁醇、丙烯酰胺及 N,N'-亚甲基双丙烯酰胺, 三者的重量比为 180~200:29~90:1~4; (2) 向步骤(1) 中的预混液中加入氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉、造孔剂聚乙二醇 -2000 及悬浮剂三聚磷酸钠, 行星球磨混料 6 小时, 制备出固相含量(体积分数) 为 20% 的浆料, 其中氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维、遮光剂钛白粉, 四者的重量比为 0.7~1.1:2.6~4.2:1.8~2.3:0.11~0.32, 造孔剂聚乙二醇 -2000 的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 3.5%, 悬浮剂三聚磷酸钠的添加量为氧化硅气凝胶、氧化铝微粉、氧化锆纤维及遮光剂钛白粉总重量的 0.25~1.5%; (3) 将步骤(2) 得到的浆料进行真空除泡 20 分钟, 然后向浆料中先后逐滴加入一定量的引发剂过硫酸铵、催化剂 N,N,N',N'-四甲基乙二胺, 同时进行磁力搅拌及温度控制, 其中真空除泡过程的温度宜控制在 18 摄氏度, 引发剂过硫酸铵的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 0.7~3.5%, 催化剂 N,N,N',N'-四甲基乙二胺的添加量为有机单体丙烯酰胺重量的 24%; (4) 将步骤(3) 中得到的浆料浇注到适宜温度下的模具中, 进而实现气凝胶 / 纤维复合材料的原位固化得到凝胶复合体, 其中凝胶注模时模具的温度控制在 33 摄氏度; (5) 将步骤(4) 得到的凝胶复合体室温下静置 5 小时后从模具中脱出; (6) 将脱出后的复合体材料置于 80~110 摄氏度的真空干燥箱中 30 小时; (7) 在特定温度制度下将真空干燥后的复合体材料置于电炉中进行排胶处理工艺, 以脱除有机溶剂、单体、交联剂、造孔剂、悬浮剂、引发剂、催化剂等有机物, 其中特定温度制度设定为室温下 1 小时升温至 105 摄氏度, 保温 2~3 小时; 1 小时升至 180 摄氏度, 保温 1 小时; 2 小时升至 300 摄氏度, 保温 2~3 小时; 70 分钟升至 370 摄氏度, 保温 2~4 小时; 30 分钟升至 400 摄氏度, 保温 1 小时; 200 分钟升至 500 摄氏度, 保 3~4h; 200 分钟升至 600 摄氏度, 保温 3~4 小时, 最终得到块体完整、具有高机械强度(抗压强度达 12.8Mpa)、低热导率($\lambda = 0.043W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$, 298K) 的纳米多孔气凝胶 / 纤维复合超级绝热材料。

[0035] 在上述的实施例中, 有机溶剂除采用叔丁醇外, 还可以采用邻苯二甲酸酯、高沸点的石油类溶剂等长链醇替代; 引发剂除过硫酸铵外, 还可以用过氧化苯二酰。

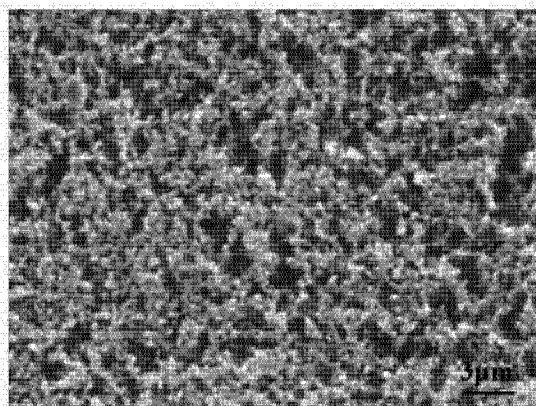


图 1

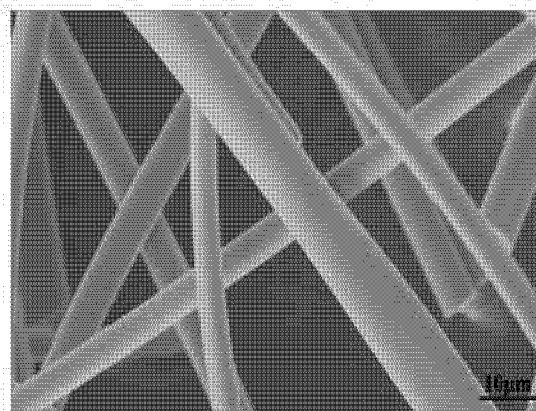


图 2

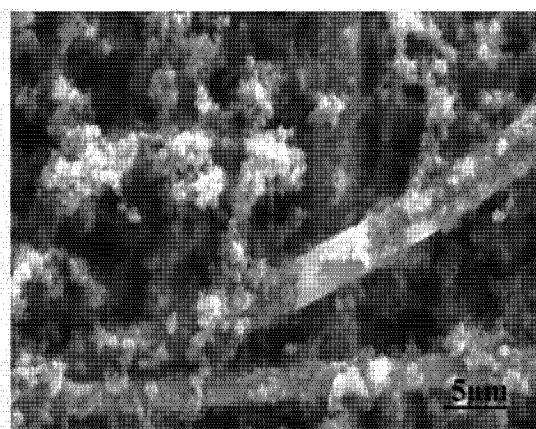


图 3