



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103180242 B

(45)授权公告日 2017.02.08

(21)申请号 201180051075.7

(22)申请日 2011.11.10

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 103180242 A

(43)申请公布日 2013.06.26

(30)优先权数据
MI2010A002160 2010.11.23 IT

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2013.04.23

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2011/069819 2011.11.10

(87)PCT国际申请的公布数据
W02012/069320 EN 2012.05.31

(73)专利权人 工程吸气公司

地址 意大利米兰

(72)发明人 E·里齐 A·费尔尼古拉
P·瓦卡

(74)专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专
利商标事务所 11038

代理人 任宗华

(51)Int.Cl.
C01B 3/00(2006.01)
C01B 3/50(2006.01)

(56)对比文件
W0 2008/148778 A1,2008.12.11,
审查员 张攀

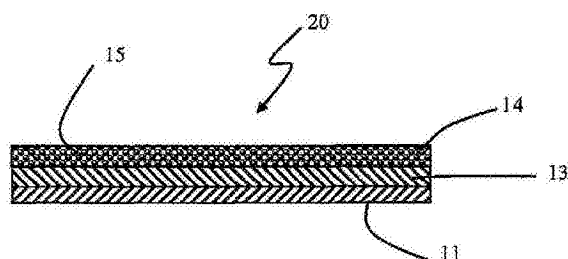
权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54)发明名称

改进的多层复合吸气剂

(57)摘要

本发明公开了一种改进的多层复合吸气剂，及其制造方法和使用该多层复合吸气剂的储存能量的电化学装置。



1. 一种用于除去氢的多层复合吸气剂,其包含具有两个表面(12,12')的基本上由金属吸气剂材料制成的支撑体(11),其中将钯或基于钯的复合物层(13,13')提供于所述表面至少之一上以限定涂覆表面,其中将可渗透氢的聚合物保护层(14,14')提供于该涂覆表面的至少80%的表面上,该多层复合吸气剂的特征在于将一种或多种辅助吸气剂材料(15)分散在该可渗透氢的聚合物保护层中,其重量浓度根据含有该辅助吸气剂材料的聚合物层的总重计介于5重量%至50重量%之间。

2. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该辅助吸气剂材料的重量浓度介于15重量%至30重量%之间。

3. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该钯或基于钯的复合物层与该支撑体直接接触。

4. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中在该钯或基于钯的复合物层与该支撑体之间存在金属层。

5. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中将该钯或基于钯的复合物层提供在基本上由金属吸气剂材料所制成的支撑体的两个表面上。

6. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该钯或基于钯的复合物层只配置在基本上由金属吸气剂材料所制成的支撑体的一个表面上。

7. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该钯或基于钯的复合物层覆盖该涂覆表面的至少80%的表面。

8. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中在25℃、1巴下,该含有辅助吸气剂材料的可渗透氢的聚合物保护层的氢渗透性等于或高于 $10^{-12} \text{cm}^3 \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1} \text{Pa}^{-1}$ 。

9. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该可渗透氢的聚合物保护层由聚硅氧烷、具有羟基(hydroxilic)或胺基(amminic)末端的聚硅氧烷、聚砜、聚烷(poly alkane)、聚醚醚酮、聚吡咯、聚氨酯、聚酯、聚碳酸酯、聚二甲苯所制成。

10. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该吸气剂材料由至少80重量%选自锆、钇、钛的金属制成。

11. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该基于钯的复合物包含至少60重量%的钯,并选自Pd-Ag、Pd-Cu、Pd-V、Pd-Ni。

12. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该基本上由吸气剂材料制成的支撑体的厚度介于20 μm 至500 μm 之间。

13. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该钯或基于钯的复合物层的厚度介于10至2000nm之间。

14. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该可渗透氢的聚合物保护层的厚度介于1 μm 至150 μm 之间。

15. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该辅助吸气剂材料包含一种或多种选自硅铝酸盐、碱土金属氧化物、碱金属氢氧化物、碱土金属氢氧化物的材料。

16. 如权利要求1的多层复合吸气剂,其中该辅助吸气剂材料以离散形式使用。

17. 如权利要求16的多层复合吸气剂,其中该呈离散形式的辅助吸气剂材料为呈最大2 μm 的颗粒形式。

18. 如权利要求17的多层复合吸气剂,其中该可渗透氢的聚合物保护层的厚度为该呈

颗粒状形式的辅助吸气剂材料的最大尺寸的至少两倍。

19.一种能量储存电化学装置,其含有包封在气密容器(41;51)中的电解质和一或多种如权利要求1的多层复合吸气剂(10)。

20.如权利要求19的能量储存电化学装置,其中该可渗透氢的聚合物保护层不渗透电解质。

21.如权利要求19的能量储存电化学装置,其中该多层复合吸气剂在下列位置之一或多个中排列:中央部分、沿着表面壁、底部或上部部分。

22.如权利要求19的能量储存电化学装置,其中该装置为锂电池。

23.如权利要求19的能量储存电化学装置,其中该装置为超电容器。

24.如权利要求19的能量储存电化学装置,其中该装置为电解电容器。

改进的多层复合吸气剂

技术领域

[0001] 本发明涉及一种改进的多层复合吸气剂、其制造方法和使用该多层复合吸气剂的储存能量的电化学装置。

背景技术

[0002] 用于除去气态杂质的吸气剂材料的使用已在许多领域中发现得到应用,诸如用于半导体装置的处理室、处理工艺气体的纯化和抽空室的泵送构件。然而,使用吸气剂材料尤其其受到认同的领域之一是从气密或密封装置的内部容积中除去有害物种,其中这些有害物种的存在危害该装置的操作。

[0003] 在此情况下,使该装置的功能性受损的机制基本上为两种类型,第一类是因该有害物种与该装置的一或多个组件相互发生化学作用,该相互作用改变该组件的性质,因此危害其功能。这些相互作用的实例尤其可能是光学装置丧失透明性或通过改变它们的电阻使该组件的电特性劣化,因此使其功能劣化。在第一类情况下,非常重要通常是通常为气体形式的有害物种的浓度应尽可能低。

[0004] 第二种劣化机制并非由于过度加压所致的装置破裂的风险相关联;而是该问题在于装置中的有害物种主要为气态形式,且其产生与该装置本身的操作相关联。在此种情况下,容器机械性破裂的风险及因此也存在安全问题是与该装置的故障相关联。

[0005] 在用于能量储存的目前本领域中已知为能量储存装置的电化学装置领域中尤其感受到此问题。

[0006] 在宽范围及多样的用于能量储存的电化学装置中,可区分为非常重要的三大类:可充电电池,尤其指锂电池;电解电容器,尤其指该领域中已知为“铝电容器”的那些;以及“超电容器”。在该技术领域,前面所列举的后两类装置之间的主要差别在于累积的电容量级不同。尤其是,在小型电解电容器的情况中,电容量在微法拉(μF)等级,然而在超电容器的情况下,电容量也可达10,000倍或更高。

[0007] 已以各种方式处理这些装置中存在气态杂质的问题。例如,公开专利申请案W02007/066372及W02008/148778(二者均为以本申请人的名义)使用具有分散在适用聚合物中的吸气剂材料且利用可渗透有害物种但不渗透电解质的保护聚合物层防止与该电解质接触及相互作用的聚合多层系统。

[0008] 描述于专利申请案W02007/080614及W02008/148781(二者均为以本申请人的名义)的另一解决方案教导了包封在可渗透有害物种但不渗透电解质的聚合物容器中的吸气剂材料的使用。

[0009] 最后,专利申请案W02008/033560(也是以本申请人的名义)开发了完全不同的途径以及描述了将金属吸气剂多层用于从能量储存所用的电化学装置中除去氢的用途,尤其是指包含贵金属制成的外层材料的用途。

[0010] 上述后者的解决方案似乎是并且在本领域中被如此认为是关于去除 H_2 方面优于先前的那些解决方案,其原因在于使用聚合物多层必然限制可使用的吸气剂材料的量,因

此在该吸气剂材料所占用的同等体积下,造成较低电容量。而且,根据其中吸气剂材料包封在聚合物容器中的解决方案已证实其固有的脆性,尤其是在容器的连接区。除了这些问题之外,根据前两个解决方案还存在聚合物层通常显示使氢吸附变慢的事实,然而在诸如以本申请人名义的国际公开W02006/089068中所述的多层金属吸气剂具有被认为使其与该应用兼容的特征。

[0011] 尤其是,虽然该解决方案在用于能量储存的电化学装置内使用的正常条件下对于除去氢非常有效,但在一些特定使用条件下已令人惊异地显示意料外的缺点,其中原本想除去氢的材料本身已成为气体来源,因此导致该装置破裂。

[0012] 导致在电解电容器及尤其在铝电容器中的该相反表现的主要原因是存在对正常操作而言反向极性的电流。该状况可能因为该装置连接及安装期间的人为错误而具有显著与安全性相关的风险,其由于可能在短时间内产生大量气体,或当该装置内部温度超过电容器的正常温度时(其在该领域中通常定义为该装置的“额定温度”)所致,因为在该情况下产生二次交流电流(在该领域中定义为“脉动电流”),其反分量是对该装置有害的分量。更多参考及细节可见各种出版公开文件,如1970年出版的Electronic Fundamentals & Applications一书。该现象的强度及因此相关联的气体产生与温度成正比;尤其是当该装置温度超过规定的额定温度5%时该现象开始变得明显。

[0013] 此问题由于以本申请人名义的国际专利申请案PCT/EP2010/056872的教导而已有效解决,该申请案公开了多层吸气剂系统,其中在吸气剂材料的至少一表面上沉积由钯或基于钯的复合材料所制成的保护层,且其中在涂覆钯或其复合物的一个或多个表面的至少80%表面积上提供可渗透氢的保护聚合物层。

发明内容

[0014] 本发明目的是克服现有技术关于多层金属吸气剂材料或如在PCT/EP2010/056872中所公开的教导的情况下仍存在的缺点,以改善多层金属吸气剂材料的特征,尤其是但不局限于其在用于能量储存的电化学装置中的用途。

[0015] 在其第一方面,本发明为用于除去氢的多层复合吸气剂,其包含具有两个表面的实质上由金属吸气剂材料所形成的支撑体,其中钯或基于钯的复合物的第一层提供于该表面至少之一上以限定经涂覆的表面,其中将可渗透氢的聚合物保护层提供于该经涂覆的表面中至少80%的表面上,其特征在于将一或多种辅助吸气剂材料分散在该可渗透氢的聚合物保护层中,其重量浓度根据含有该辅助吸气剂材料的聚合物层的总重计介于5重量%至50重量%之间。

[0016] 该辅助吸气剂材料在聚合物保护层中的重量浓度优选占15重量%至30重量%之间。

[0017] “辅助吸气剂材料”一词意在更好地指示对于用作本发明多层复合吸气剂的支撑体的吸气剂层而言存在附加的吸气剂材料,然而措辞“基于钯的复合物材料”是指含有至少60重量%钯的材料。优选的钯复合物为钯-钒、钯-镍化合物,更优选的为钯-铜或钯-银化合物。在更优选的具体实施方案中,该钯复合物为合金的形式。

附图说明

[0018] 下面参考附图更好地描述本发明,其中:

- [0019] -图1表示本发明多层复合吸气剂的断面视图；
- [0020] -图2表示本发明多层复合吸气剂的替代的实施方案；
- [0021] -图3表示本发明多层复合吸气剂的第三实施方案；
- [0022] -图4表示用于能量储存的包含本发明改进的多层复合吸气剂的电化学装置的第一实施方案；
- [0023] -图5表示用于能量储存的包含本发明多层复合吸气剂的电化学装置的第二实施方案；和
- [0024] -图6表示用于能量储存的包含本发明的多层复合吸气剂的电化学装置的第三实施方案。
- [0025] 在附图中，一些组件的大小及尺寸比，尤其是但不局限于形成该多层复合吸气剂的层的厚度已有改变以免妨碍该附图的参阅。
- [0026] 鉴于本发明中关于国际申请案PCT/EP2010/056872公开内容所述的改进，因存在分散于其中的辅助吸气剂材料，聚合物膜也在除去对于该装置的操作有害的气态物种中具有有效作用。尤其非常有利的是使该膜功能化以使其吸附氢以外的有害物种诸如例如 H_2O 及 CO_2 ，由此给该多层吸气剂系统提供附加的功能。
- [0027] 尤其是， H_2O 的存在对于电解质不是由水溶液制成的电化学装置（诸如超电容器及电池等）有害，其中即使存在如20–50ppm数量等级的水也可能明显改变该装置的电特性。另一特别相关的情况是有关电解电容器，尤其是指“铝电容器”，其中因电解质本身降解及老化反应而产生水，最初存在电解质中的水量在装置使用期间有增加的倾向。水的产生使该装置的电特性改变。至于 CO_2 ，其存在于气密装置（诸如电化学装置）内部的有害作用类似于存在氢那样的有害作用，即存在 CO_2 可能产生或导致在该装置内部产生过压的状况，造成先前讨论的缺点及风险。
- [0028] 图1显示根据本发明所制成的改进的多层复合吸气剂10，其中在由金属吸气剂制成的层11的可用表面12,12'二者上提供其上具有可渗透氢的聚合材料的保护层14,14'的钯或基于钯的复合物层13,13'。
- [0029] 金属吸气剂层11用作其他层的支撑体且由于这一方面的原因，在一些替代性的实施方案中，沿着该吸气剂层的整体表面可能不存在钯或基于钯的复合物层及其上的聚合物层。在该情况下，重要的是钯或基于钯的复合物层覆盖该吸气剂材料层表面积的至少20%。
- [0030] 总之，至关重要的是该保护聚合物层覆盖该多层吸气剂系统的整体金属表面的至少80%是要作为未被钯或基于钯的复合物覆盖的吸气剂材料的表面积及钯或基于钯的复合物的表面积的一部分。
- [0031] 重要的是要注意在由吸气剂材料制成的支撑体11的两个可能表面上具有两个钯或基于钯的复合物涂层的实施方案中，该表面以表面12及12'表示，外聚合膜可具有不同特性。例如，在图1所示的实施方案中，膜14含有辅助吸气剂材料15的粉末，然而膜14'不含辅助吸气剂材料。
- [0032] 其他替代性实施方案可如此构建为膜14含有多种不同辅助吸气剂材料的粉末，且包含在膜14及14'中的辅助吸气剂材料可相同或彼此不同，因此提供该膜选择性性能表现或使其适于除去特定的有害物种。
- [0033] 替代性的实施方案示于图2中，其中由钯或基于钯的复合物制成的层13只提供在

该支撑吸气剂层11的表面之一上,其中聚合材料层14位于该层13上且具有分散于其中的辅助吸气剂材料。还在此情况下,辅助吸气剂材料显示为呈颗粒状形式的离散吸气剂材料。前述关于钯或基于钯的复合物层表面积可能减少的相同考虑也适用于此情况。尤其在该实施方案中,优选含有吸气剂材料的保护聚合物层覆盖只是涂覆钯或基于钯的复合物的表面的表面积至少80%。在此情况下,实际上该多层复合吸气剂通常是通过将未涂覆表面排列设置在该装置壁上来使用,以该方式作为屏蔽,如此保护该吸气剂材料和使在该表面接触该气密/密封装置壁的其他涂层成为多余和不必要。

[0034] 该实施方案的其他种类显示于图3,其中在该情况下明确显示吸气剂材料的可用金属表面积的小部分35未被含有辅助吸气剂材料15的聚合物层14涂覆,该情况中也显示为呈分散颗粒的离散形式。

[0035] 本发明中,重要的是含有辅助吸气剂材料的可渗透氢的聚合材料层涂覆暴露于其中安装该多层吸气剂系统的该装置的内部氛围中的金属表面的至少80%。

[0036] 在25℃、1巴下,该保护聚合层的氢渗透性优选等于或高于 $10^{-12} \text{cm}^3 \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1} \text{Pa}^{-1}$ 。该渗透性值不应指保护聚合层本身的性质,而是指含有辅助吸气剂材料的聚合物层。

[0037] 至于可渗透氢的聚合材料的保护层,可使用下列聚合物:聚硅氧烷,诸如聚二甲基硅氧烷、聚(甲基辛基硅氧烷)、聚氧(二甲基)亚甲硅、聚(甲基-1-亚戊烯)、具有羟基末端或胺基末端(hydroxilic or amminic termination)的聚硅氧烷、聚砜、聚烷,其中包括具有不同密度的聚乙烯、聚醚醚酮、聚吡咯、聚氨酯、聚酯、聚碳酸酯、聚二甲苯。

[0038] 上述聚合物优选用于进行本发明,原因在于其与在所使用且同时为最重要(即,在用于能量储存的电化学装置中使用)的材料的相容性方面具有主要限制的应用相容。

[0039] 关于保护聚合膜中存在的辅助吸气剂材料,其可由颗粒粒度不大于 $2\mu\text{m}$ 的粉末来嵌入。尤其是也可有利地使用具有纳米尺寸的吸气剂材料,即最大尺寸介于30nm至500nm之间。

[0040] 使用“最大尺寸”一词的原因在于该吸气剂颗粒的形状通常为不规则的和非球形的。

[0041] 在适于进行本发明的辅助吸气剂材料中有硅酸铝,尤其是分子筛或沸石,其也具有例如由胺官能化而改性的结构;碱土金属氧化物;碱金属氢氧化物,尤其是氢氧化锂,或碱土金属氢氧化物。

[0042] 作为适于制造支撑层11的吸气剂材料,可使用锆、钇或钛,其中优选使用钛。这些金属也可含有少量不会明显改变该支撑层的特性的其他金属元素;通常,所述其他金属的含量必须不超过20重量%。

[0043] 在优选的实施方案中,该钯或基于钯的复合物直接涂覆在用作该多层系统的支撑体的吸气剂支撑体表面,因此它们之间直接接触。在替代的实施方案中,也可能在该吸气剂材料层与钯或基于钯的复合物涂层之间插入中间金属层。该层的作用是要加强该钯或基于钯的复合物层的附着性,尤其是当使用用于钯或基于钯的复合物电化学沉积方法时。此类中间层优选由Ni、Cu、Pt制成,且厚度通常等于或小于50nm。

[0044] 至于该多层复合吸气剂层的厚度,也具有用于该改进的多层吸气剂系统的支撑体功能的吸气剂材料层的厚度可介于20至 $500\mu\text{m}$ 之间,优选介于100至300微米(μm)之间。至于钯或基于钯的复合物的层,该层厚度可介于10至2000纳米(nm)之间,优选介于20至250纳米

之间。

[0045] 至于由聚合材料制成的外层的厚度,其必须介于1至150 μm 之间以免因该多层复合吸气剂有损于氢的吸附速度以及确保不存在于异常操作条件(即存在具有相反极性的电流)下可能导致氢产生的未经涂覆的区域。

[0046] 总之,当使用呈离散形式(即,呈颗粒状形式)的辅助吸气剂材料时,其中分散有辅助吸气剂材料的保护聚合物层的厚度必须为该颗粒最大尺寸的至少两倍。

[0047] 在本发明第二方面中,本发明涉及制造本发明多层复合吸气剂的方法,其中保护该钡或基于钡的复合物层的沉积物的可渗透氢的聚合物层为由从该聚合物及该辅助吸气剂材料的混合物开始经旋涂、刮刀涂布或丝网印刷来沉积。

[0048] 通常,可使用不同技术以将含有该辅助吸气剂材料的保护聚合物层沉积在钡或基于钡的复合物层上。与该技术相关的重要方面除了确保钡或基于钡的复合物层与该聚合层之间的充分附着性之外,这些技术可确保该聚合物层的充分均匀度和规整性。

[0049] 旋涂、刮刀涂布及丝网印刷技术为在具有所需特性的聚合沉积物的制备中最适用的技术。由于这些技术已为本技术领域人员所已知,所以本文中未描述这些技术。

[0050] 至于形成钡或基于钡的复合物所制成的中间层的方法,尤其有利的方法为溅射、热蒸发或经由电子束蒸发、电化学沉积法,或者替代地该领域中称为“无电沉积”的不需要电流通过的化学沉积法,或使用溶液中含有钡或基于钡的复合物的特殊油墨的方法。

[0051] 在本发明的第三方面中,本发明涉及含有电解质及根据本发明的多层复合吸气剂的用于能量储存的电化学装置。

[0052] 在该情况中,保护聚合物层必须不溶于该电解溶剂且不渗透该电解质及其组分。

[0053] 在一优选的实施方案中,该聚合层的氢渗透性必须高于该电解质或其组分的渗透性高至少一个量级。又在该情况下,必须对于该含有辅助吸气剂材料的聚合层提出该性能。

[0054] 用于能量储存的电化学装置当中尤其引入注意的装置为锂电池和电解电容器,尤其指“铝电容器”和“超电容器”。

[0055] 此外,该特定应用中使用聚二甲基硅氧烷是非常有利的。

[0056] 图4显示在包含气密容器41的用于能量储存的电化学装置40内使用改进的多层复合吸气剂10的第一种方式,该用于能量储存的电化学装置40的电极为呈缠绕形成螺旋42的浸渍以电解质(未图示)的薄片形式(断面图以紧密垂直的平行线表示)。电触点44,44'使该电极与气密容器的外部连接。该改进的多层复合吸气剂10排列在该电容器的中央部分。图4中显示的电化学装置具有圆柱形几何形状,但当实施本发明时并不局限于该几何形状。例如,平行管状是具有用于吸附位于该装置中央部分的杂质的器具的电容器的另一优选的几何形状。

[0057] 图5显示用于能量储存的电化学装置50的第二实施方案。在该情况下,装置50的结构包含形成螺旋52且浸渍以电解质溶液(未图示)的缠绕电极,这些组件包封在气密容器51中。将本发明改进的多层复合吸气剂10在该电容器的一侧上排列。

[0058] 在图5的实施方案中,该改进的多层复合吸气剂为沿着该装置的整体内边缘排列,但在更常见的实施方案中,也可使其只沿着该装置的一部分排列。

[0059] 此外,在一些特定情况中,该装置可含有更多本发明的复合吸气剂组件。例如,这些可存在于该装置的中央部分及内周边二者部分。另一种非常引入注意的改变是图6的实

施方案,其显示了如何使该改进的多层吸气剂10可排列在电化学装置60的气密容器51的底部部分63中。

[0060] 该实施方案并不限于圆柱形几何形状,而是也可使用其他几何形状,例如棱形或平行管状。

具体实施方式

[0061] 实施例1

[0062] 为了获得在吸气剂箔上的填充的10w/w%的膜(样品A),将3.0g的纳米沸石(300nm颗粒大小)分散在21.8g的基于二甲基硅氧烷的、二甲基乙烯基为末端的树脂中,且对形成的混合物进行机械搅拌15分钟。然后,施加10-20mm汞柱残压30分钟以便促进该材料脱气。最后,加入2.2g的二甲基甲基氢硅氧烷和再将该混合物机械混合额外的10分钟。

[0063] 使用自动式刮刀在为箔形状且两个表面均对H₂具有活性的吸气剂样品上浇注沉积该混合物。其典型尺寸为约2cm×5cm。该金属吸气剂为两个表面均覆盖有25nm Pd的300微米厚的Ti箔。该20微米厚且含有辅助吸气剂材料的聚合物保护层(为简明起见称为“膜”)覆盖整体可用表面。

[0064] 铺展之后,在120℃下固化该层1小时以促进该树脂聚合。接着,在该支撑体的第二层上重复该沉积工艺,并实施在120℃下的附加的固化步骤1小时。使该样品在真空中于200℃下进一步退火2小时以使该膜固结,并于H₂吸附测试之前使其曝露于大气中。这使得湿气填充该膜,以具有用于该样品的保存性条件(大气湿气造成的膜包藏)。

[0065] 使用6.6g的纳米沸石于26.4g树脂中或10.8g于25.2g吸气剂箔中的用量类似地获得在吸气剂箔上的填充的20w/w%及30w/w%的膜(分别为样品B及C)。

[0066] 实施例2

[0067] 为了获得在吸气剂箔上的填充的5w/w%的膜(样品D),将1.0g的微米沸石(2μm颗粒尺寸)分散在19.0g单程硅胶(one-past silicone gel)中,且对形成的混合物进行机械搅拌30分钟。然后,施加10-20mm Hg残压30分钟以便促进该材料脱气。

[0068] 将该混合物浇注沉积在吸气剂样品的第一表面上。铺展之后,在150℃下固化该层1小时以促进该树脂聚合。接着,在该支撑体的第二层上重复该沉积工艺,并实施在150℃下的附加的固化步骤1小时。

[0069] 使用2.0g沸石于18.0g凝胶(类似地,4.0g于16.0g、6.0g于14.0g或10.0g于10.0g),类似地获得在吸气剂箔上的填充的10w/w%、20w/w%、30w/w%及50w/w%的膜(分别为样品E、F、G和H)。将各样品(A至H)单独地安装至吸附台,并且在短抽空时间(约1分钟)之后开始吸附测试。该吸附测试进行几乎24小时。在室温、8托恒定压力下,在该样品上进行测试。

[0070] 将根据本发明制备的所有样品的斜率(为该吸附测试开始时该吸气剂系统的吸附速度)及24小时之后所吸附的氢量记录于表1中。吸附性能与该膜的不同填充的函数关系显示了在20w/w%浓度下的意外的最大值以及最高达50w/w%浓度的可接受值。

[0071]

样品	斜率 ($10^{-3} \text{ m}^3 \cdot \text{Pa} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$)	总吸附量 (24 小时之后) ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3$)
A(纳米, 10%)	13.3	1163
B(纳米, 20%)	17	1519
C(纳米, 30%)	9.5	1000
D(微米, 5%)	14.4	1232
E(微米, 10%)	10.8	825
F(微米, 20%)	18.3	1512
G(微米, 30%)	15.7	1313
H(微米, 50%)	7.8	737

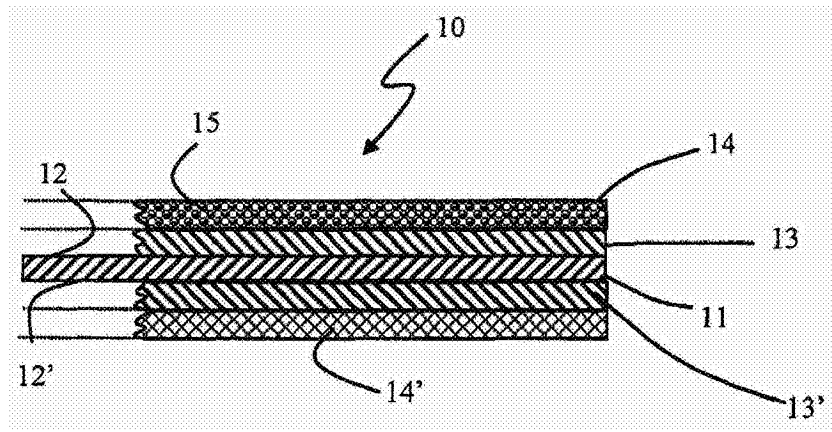


图1

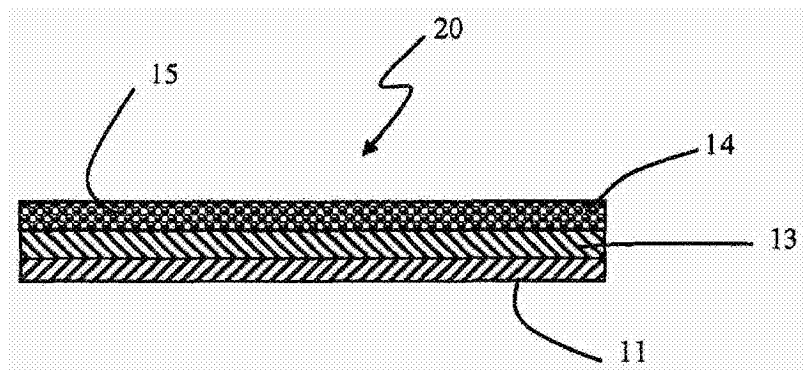


图2

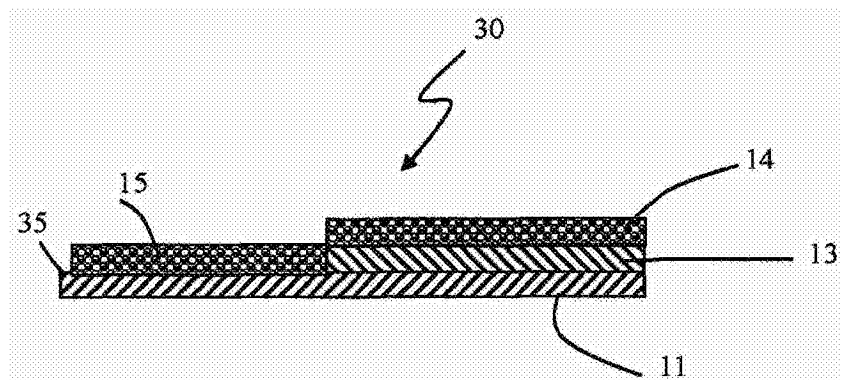


图3

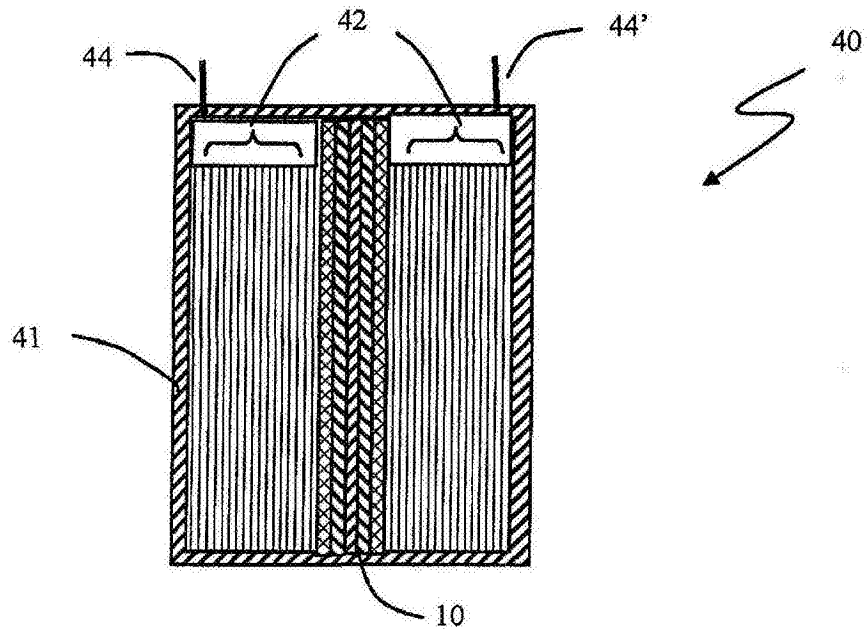


图4

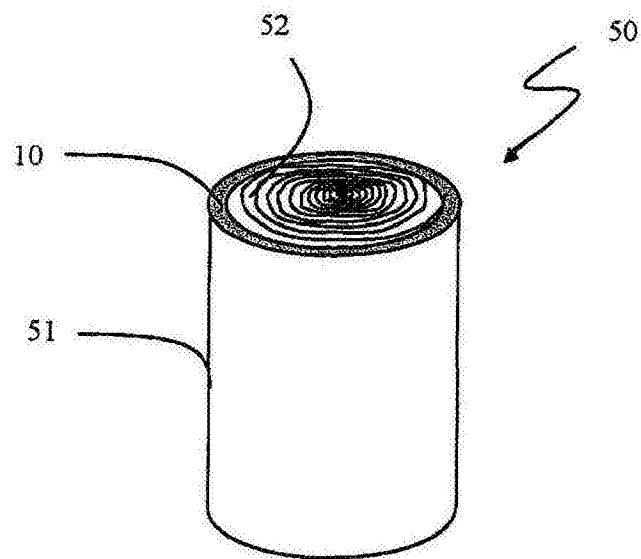


图5

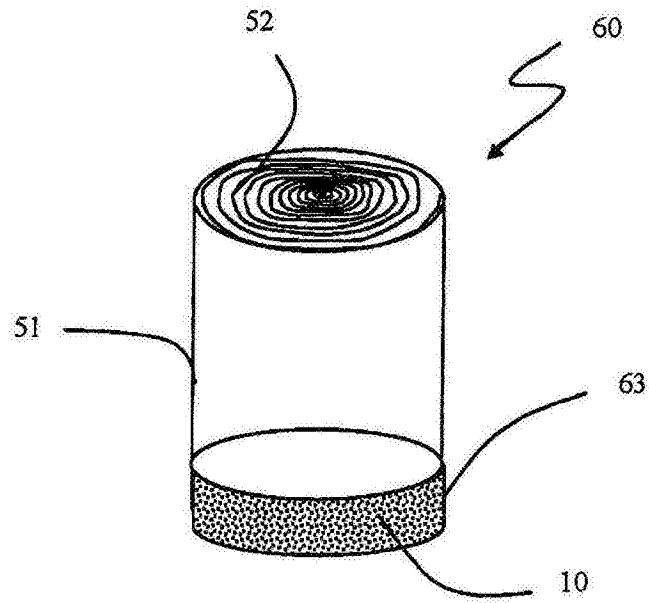


图6