



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102898118 A

(43) 申请公布日 2013. 01. 30

(21) 申请号 201210411928. X

(22) 申请日 2012. 10. 25

(71) 申请人 中国地质大学 (北京)

地址 100083 北京市海淀区学院路 29 号

(72) 发明人 吴小文 罗炳程

(51) Int. Cl.

C04B 32/00 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 3 页

(54) 发明名称

一种粉煤灰增强泡沫炭材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明系一种粉煤灰增强泡沫炭材料及制备方法,具体包括如下几个步骤:(1) 将粉煤灰放入振动磨中研磨,然后放入球磨机中球磨,处理后粉煤灰的粒径小于 200 目。(2) 将步骤 (1) 处理后的粉煤灰添加到酚醛树脂中,磁力搅拌,然后依次加入碳酸氢钠、吐温-80 和对甲苯磺酸,搅拌,将混合物放入烘箱中在 80℃ 下干燥 30min,发泡,制得粉煤灰增强酚醛泡沫。(3) 对步骤 (2) 得到的粉煤灰增强酚醛泡沫进行炭化预处理,具体如下:将样品在氮气炉中 500℃ 烧结 3h,然后,将样品在 900℃ 下再烧结 3h,取出,再在 1200℃ 下 4h 烧成,升温速率为 0.5℃ /min,自然冷却,得到粉煤灰增强泡沫炭样品。该材料具有密度低、热导率低、强度高、成本低等优点。

1. 一种粉煤灰增强泡沫炭材料及其制备方法,其特征在于:该方法包括如下几个步骤:

(1) 粉煤灰的预处理

首先,将粉煤灰放入振动磨中研磨 15 ~ 20s,然后放入球磨机中球磨 1 ~ 2h,处理后粉煤灰的粒径小于 200 目。

(2) 粉煤灰增强酚醛泡沫的制备

将粉煤灰添加到酚醛树脂中,添加比例为酚醛树脂质量的 3 ~ 12wt%,利用磁力搅拌器进行搅拌,为了避免颗粒的聚集,粉煤灰的加入采用少量多次的方法,然后依次加入碳酸氢钠、吐温-80 和对甲苯磺酸,三者的添加比例分别为酚醛树脂质量的 7wt%,5wt%和 25wt%,搅拌 3 ~ 5min,将混合物放入烘箱中在 80℃下干燥 30min,发泡,制得粉煤灰增强酚醛泡沫。

(3) 炭化热处理

首先,对粉煤灰增强酚醛泡沫进行炭化预处理,具体如下:将样品在氮气炉中 500℃烧结 3h,然后,将样品在 900℃下再烧结 3h,取出。将炭化预处理后的样品放入氮气炉中,在 1200℃下 4h 烧成,为了减少样品在热膨胀过程中由于粉煤灰与酚醛树脂的热膨胀系数不同引起的裂纹、骤缩及破裂要求升温速率为 0.5℃/min,然后进行自然冷却,得到粉煤灰增强泡沫炭样品。

2. 根据权利要求 1 所述的一种粉煤灰增强泡沫炭材料及其制备方法,其特征在于:制备酚醛泡沫所用的该树脂是液态的热固性酚醛树脂。

3. 根据权利要求 1 所述的一种粉煤灰增强泡沫炭材料及其制备方法,其特征在于:制备酚醛泡沫所用的该表明活性剂是吐温-80。

4. 根据权利要求 1 所述的一种粉煤灰增强泡沫炭材料及其制备方法,其特征在于:制备酚醛泡沫所用的该发泡剂是碳酸氢钠。

5. 根据权利要求 1 所述的一种粉煤灰增强泡沫炭材料及其制备方法,其特征在于:制备酚醛泡沫所用的该固化剂是对甲苯磺酸。

6. 根据权利要求 1 所述的一种粉煤灰增强泡沫炭材料及其制备方法,其特征在于:制备酚醛泡沫所用的添加剂是粉煤灰,粒径在 20 ~ 30 μm。

一种粉煤灰增强泡沫炭材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明提供一种粉煤灰增强泡沫炭材料的制备方法,属于炭基复合材料技术领域。

背景技术

[0002] 泡沫炭材料是一种具有三维网状结构的新型多孔材料,由于其密度低、耐温度高、热膨胀系数低、热导率分布范围广等特点,在热控材料、高温隔热和航空航天等领域有着广泛的应用前景。酚醛树脂因其在热解后具有残碳率高的特点,成为热解制备泡沫炭材料较为理想的炭前驱体物质,但是,以此制得的泡沫炭材料力学性能低,这使其应用范围受到很大限制。研究者尝试通过向泡沫炭中引入不同类型添加剂以提高其力学性能。罗瑞盈等通过向液态甲阶酚醛树脂中添加短切碳纤维制备出具有较高力学性能炭泡沫预制体增强炭基复合材料,专利公开号为CN101671192。但是,作为隔热材料使用时,我们希望泡沫炭材料的力学性能得到提升的同时热导率要降低。

[0003] 粉煤灰是工业固体废弃物的一种,又称为飞灰,是煤炭在燃煤锅炉中燃烧所残留的固体废物,粉煤灰的化学成分与粘土类似主要为 SiO_2 、 Al_2O_3 。该物质经高温烧结后强度和耐火度均很高,并且当烧结达到一定温度后会发生炭热还原等化学反应生成如莫来石等新的物相。由于莫来石在高温下具有较高的强度和隔热性能,因此,本发明考虑向泡沫炭中添加一定量的粉煤灰作为增强体有望提高泡沫炭材料的强度,同时降低其热导率。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种粉煤灰增强泡沫炭材料及制备方法,具体是一种成本低、强度高的以热固性酚醛树脂为前驱体,粉煤灰为添加剂的炭基复合材料的制备方法。

[0005] 其中制备酚醛泡沫所用的该树脂是液态的热固性酚醛树脂。

[0006] 其中制备酚醛泡沫所用的该表明活性剂是吐温-80。

[0007] 其中制备酚醛泡沫所用的该发泡剂是碳酸氢钠。

[0008] 其中制备酚醛泡沫所用的该固化剂是对甲苯磺酸。

[0009] 其中制备酚醛泡沫所用的添加剂是粉煤灰,粒径在 $20 \sim 30 \mu\text{m}$ 。

[0010] 本发明一种粉煤灰增强泡沫炭材料及制备方法,其优点及功效在于该材料密度低、热导率低、强度高和成本低。

附图说明

[0011] 图1 粉煤灰含量为6wt%的泡沫炭材料在低放大倍数下的SEM照片

[0012] 图2 粉煤灰含量为6wt%的泡沫炭材料在高放大倍数下的SEM照片

[0013] 图3 粉煤灰增强泡沫炭材料XRD图谱

[0014] 图4 粉煤灰增强泡沫炭材料应力应变曲线

[0015] 图5 粉煤灰增强泡沫炭材料密度、压缩强度和压缩模量的随粉煤灰含量的变化关

系曲线

具体实施方式

[0016] 下面结合实例对本发明的特点做进一步描述,但并非仅仅局限于下述实施例。

[0017] 实施例一:

[0018] 首先将粉煤灰放入振动磨中研磨 15 ~ 20s,然后放入球磨机中球磨 1 ~ 2h,处理后粉煤灰的粒径小于 200 目。将粉煤灰添加到酚醛树脂中,添加比例为酚醛树脂质量的 3wt%,利用磁力搅拌器进行搅拌,为了避免颗粒的聚集,粉煤灰的加入采用少量多次的方法,然后依次加入碳酸氢钠、吐温 -80 和对甲苯磺酸,三者的添加比例分别为酚醛树脂质量的 7wt%,5wt%和 25wt%,搅拌 3 ~ 5min,将混合物放入烘箱中在 80℃下干燥 30min,发泡,制得粉煤灰增强酚醛泡沫。对粉煤灰增强酚醛泡沫进行炭化预处理,具体如下:将样品在氮气炉中 500℃烧结 3h,然后,将样品在 900℃下再烧结 3h,取出。将炭化预处理后的样品放入氮气炉中,在 1200℃下 4h 烧成,为了减少样品在热膨胀过程中由于粉煤灰与酚醛树脂的热膨胀系数不同引起的裂纹、骤缩及破裂要求升温速率为 0.5℃ /min,然后进行自然冷却,得到粉煤灰增强泡沫炭样品。其中制备酚醛泡沫所用的该树脂是液态的热固性酚醛树脂。其中制备酚醛泡沫所用的该表明活性剂是吐温 -80,其中制备酚醛泡沫所用的该发泡剂是碳酸氢钠,其中制备酚醛泡沫所用的该固化剂是对甲苯磺酸,其中制备酚醛泡沫所用的添加剂是粉煤灰,粒径在 20 ~ 30 μ m。

[0019] 对这种粉煤灰增强泡沫炭材料进行性能测试:材料的密度为 0.0554g cm⁻³,压缩强度为 1.00MPa,弹性模量为 4.13MPa。

[0020] 实施例二:

[0021] 首先将粉煤灰放入振动磨中研磨 15 ~ 20s,然后放入球磨机中球磨 1 ~ 2h,处理后粉煤灰的粒径小于 200 目。将粉煤灰添加到酚醛树脂中,添加比例为酚醛树脂质量的 6wt%,利用磁力搅拌器进行搅拌,为了避免颗粒的聚集,粉煤灰的加入采用少量多次的方法,然后依次加入碳酸氢钠、吐温 -80 和对甲苯磺酸,三者的添加比例分别为酚醛树脂质量的 7wt%,5wt%和 25wt%,搅拌 3 ~ 5min,将混合物放入烘箱中在 80℃下干燥 30min,发泡,制得粉煤灰增强酚醛泡沫。对粉煤灰增强酚醛泡沫进行炭化预处理,具体如下:将样品在氮气炉中 500℃烧结 3h,然后,将样品在 900℃下再烧结 3h,取出。将炭化预处理后的样品放入氮气炉中,在 1200℃下 4h 烧成,为了减少样品在热膨胀过程中由于粉煤灰与酚醛树脂的热膨胀系数不同引起的裂纹、骤缩及破裂要求升温速率为 0.5℃ /min,然后进行自然冷却,得到粉煤灰增强泡沫炭样品。其中制备酚醛泡沫所用的该树脂是液态的热固性酚醛树脂。其中制备酚醛泡沫所用的该表明活性剂是吐温 -80,其中制备酚醛泡沫所用的该发泡剂是碳酸氢钠,其中制备酚醛泡沫所用的该固化剂是对甲苯磺酸,其中制备酚醛泡沫所用的添加剂是粉煤灰,粒径在 20 ~ 30 μ m。

[0022] 对这种粉煤灰增强泡沫炭材料进行性能测试:材料的密度为 0.1139g cm⁻³,压缩强度为 2.88MPa,弹性模量为 14.78MPa。

[0023] 实施例三:

[0024] 首先将粉煤灰放入振动磨中研磨 15 ~ 20s,然后放入球磨机中球磨 1 ~ 2h,处理后粉煤灰的粒径小于 200 目。将粉煤灰添加到酚醛树脂中,添加比例为酚醛树脂质量的

9wt%，利用磁力搅拌器进行搅拌，为了避免颗粒的聚集，粉煤灰的加入采用少量多次的方法，然后依次加入碳酸氢钠、吐温-80和对甲苯磺酸，三者的添加比例分别为酚醛树脂质量的7wt%，5wt%和25wt%，搅拌3~5min，将混合物放入烘箱中在80℃下干燥30min，发泡，制得粉煤灰增强酚醛泡沫。对粉煤灰增强酚醛泡沫进行炭化预处理，具体如下：将样品在氮气炉中500℃烧结3h，然后将样品在900℃下再烧结3h，取出。将炭化预处理后的样品放入氮气炉中，在1200℃下4h烧成，为了减少样品在热膨胀过程中由于粉煤灰与酚醛树脂的热膨胀系数不同引起的裂纹、骤缩及破裂要求升温速率为0.5℃/min，然后进行自然冷却，得到粉煤灰增强泡沫炭样品。其中制备酚醛泡沫所用的该树脂是液态的热固性酚醛树脂。其中制备酚醛泡沫所用的该表明活性剂是吐温-80，其中制备酚醛泡沫所用的该发泡剂是碳酸氢钠，其中制备酚醛泡沫所用的该固化剂是对甲苯磺酸，其中制备酚醛泡沫所用的添加剂是粉煤灰，粒径在20~30 μm。

[0025] 对这种粉煤灰增强泡沫炭材料进行性能测试：材料的密度为0.1427g cm⁻³，压缩强度为1.90MPa，弹性模量为5.36MPa。

[0026] 实施例四：

[0027] 首先将粉煤灰放入振动磨中研磨15~20s，然后放入球磨机中球磨1~2h，处理后粉煤灰的粒径小于200目。将粉煤灰添加到酚醛树脂中，添加比例为酚醛树脂质量的12wt%，利用磁力搅拌器进行搅拌，为了避免颗粒的聚集，粉煤灰的加入采用少量多次的方法，然后依次加入碳酸氢钠、吐温-80和对甲苯磺酸，三者的添加比例分别为酚醛树脂质量的7wt%，5wt%和25wt%，搅拌3~5min，将混合物放入烘箱中在80℃下干燥30min，发泡，制得粉煤灰增强酚醛泡沫。对粉煤灰增强酚醛泡沫进行炭化预处理，具体如下：将样品在氮气炉中500℃烧结3h，然后将样品在900℃下再烧结3h，取出。将炭化预处理后的样品放入氮气炉中，在1200℃下4h烧成，为了减少样品在热膨胀过程中由于粉煤灰与酚醛树脂的热膨胀系数不同引起的裂纹、骤缩及破裂要求升温速率为0.5℃/min，然后进行自然冷却，得到粉煤灰增强泡沫炭样品。其中制备酚醛泡沫所用的该树脂是液态的热固性酚醛树脂。其中制备酚醛泡沫所用的该表明活性剂是吐温-80，其中制备酚醛泡沫所用的该发泡剂是碳酸氢钠，其中制备酚醛泡沫所用的该固化剂是对甲苯磺酸，其中制备酚醛泡沫所用的添加剂是粉煤灰，粒径在20~30 μm。

[0028] 对这种粉煤灰增强泡沫炭材料进行性能测试：材料的密度为0.2012g cm⁻³，压缩强度为0.67MPa，弹性模量为3.07MPa。

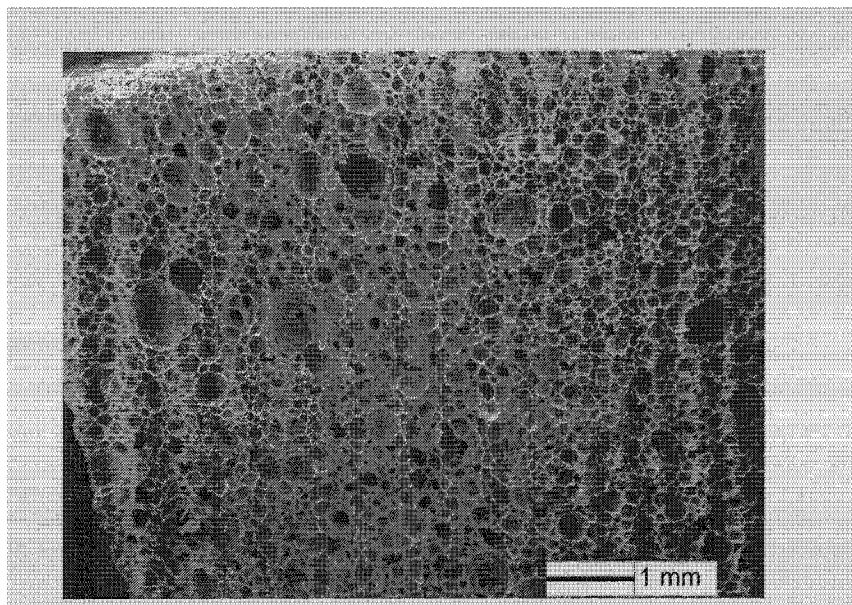


图 1

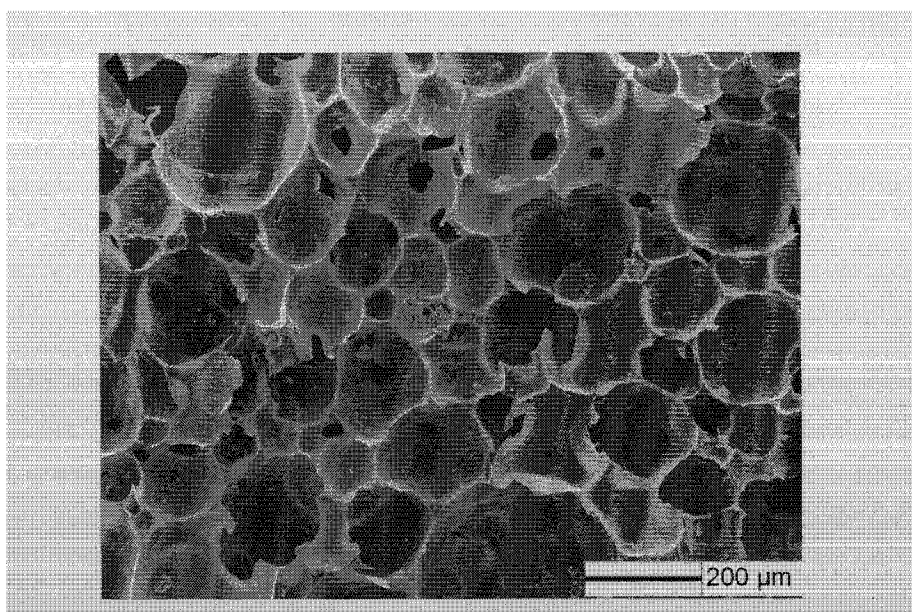


图 2

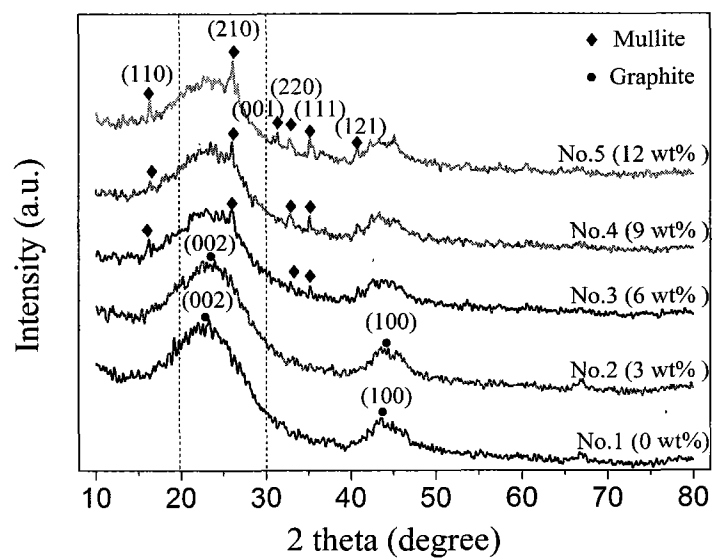


图 3

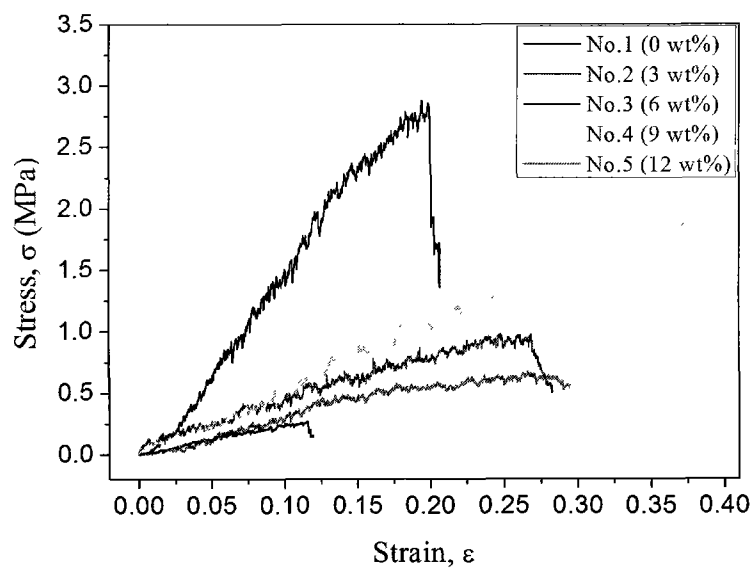


图 4

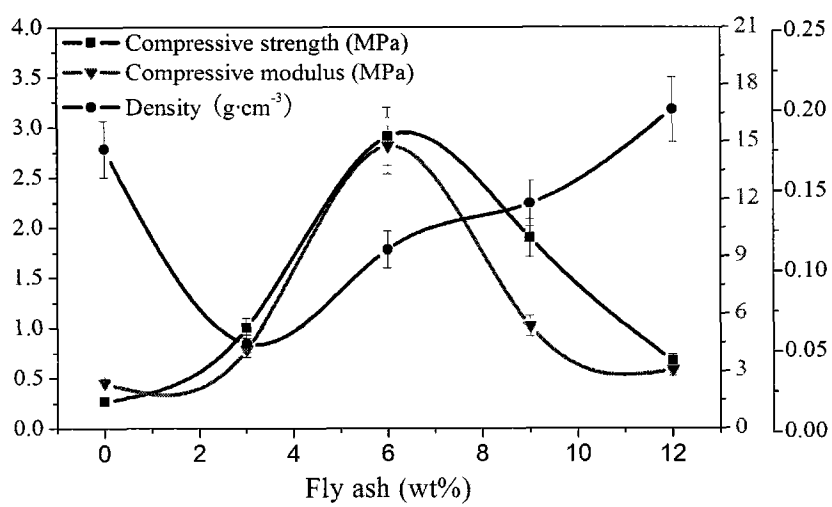


图 5