(19) Евразийское патентное ведомство

(21) 202391649 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2023.08.29

(22) Дата подачи заявки
2021.12.01

(51) Int. Cl. *C01B 33/158* (2006.01)

(54) ВЕРТИКАЛЬНО-ИНТЕГРИРОВАННОЕ ФОРМИРОВАНИЕ КРЕМНЕЗЕМНЫХ АЭРОГЕЛЕЙ ИЗ РАЗЛИЧНЫХ ИСТОЧНИКОВ КРЕМНЕЗЕМА

(31) **63/119,801**
(32) **2020.12.01**
(33) **US**
(86) **PCT/EP2021/083714**
(87) **WO 2022/117618 2022.06.09**

(71) Заявитель:
АЭРОБЕЛ БВ (BE)

(72) Изобретатель:
Де Потер Стив (BE), Стейнер Стефен А. III, Гриффин Джастин С. (US)

(74) Представитель:
Медведев В.Н. (RU)

(57) В общих чертах описаны кремнеземные аэрогели и связанные с этим способы получения. Настоящее изобретение описывает в общих чертах вертикально-интегрированное формирование кремнеземных аэрогелей из различных источников кремнезема, где источник кремнезема реагирует с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами, с образованием тем самым алкоксида кремния.

202391649 A1

202391649 A1

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

2420-578600EA/042

ВЕРТИКАЛЬНО-ИНТЕГРИРОВАННОЕ ФОРМИРОВАНИЕ КРЕМНЕЗЕМНЫХ АЭРОГЕЛЕЙ ИЗ РАЗЛИЧНЫХ ИСТОЧНИКОВ КРЕМНЕЗЕМА

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ, К КОТОРОЙ ОТНОСИТСЯ ИЗОБРЕТЕНИЕ

В общих чертах описаны кремнеземные аэрогели, и связанные с этим способы получения.

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

В общих чертах описаны кремнеземные аэрогели («кварцевые, силикааэрогели»), и связанные с этим способы получения. Настоящее изобретение описывает в общих чертах вертикально-интегрированное формирование кремнеземных аэрогелей из различных источников кремнезема. Предмет настоящего изобретения включает, в некоторых случаях, взаимосвязанные продукты, альтернативные технические решения конкретной проблемы, и/или многочисленные различные варианты применения одной или многих систем и/или изделий.

В первом аспекте настоящее изобретение представляет способ получения аэрогеля, причем способ включает

реакцию источника кремнезема с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами, с образованием тем самым алкоксида кремния,

гидролиз алкоксида кремния,

формирование силикагеля из гидролизованного алкоксида кремния, и

высушивание силикагеля для получения аэрогеля.

В еще одном аспекте настоящее изобретение представляет кремнеземный аэрогель, который получен или может быть получен из источника кремнезема способом, как здесь описываемым. В определенных вариантах осуществления настоящее изобретение представляет кремнеземный аэрогель, включающий одну или многие гидрофобные боковые группы, причем гидрофобные боковые группы включают по меньшей мере алкоксигруппу и/или группу сложного эфира жирной кислоты.

В некоторых вариантах осуществления настоящее изобретение включает способ получения кремнеземного аэрогеля, причем способ включает реакцию источника кремнезема с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами, с образованием тем самым алкоксида кремния, гидролиз алкоксида кремния, формирование силикагеля из гидролизованного алкоксида кремния, и высушивание силикагеля для получения аэрогеля. В определенных вариантах осуществления способ может включать создание источника кремнезема.

В некоторых вариантах осуществления представленный здесь способ дополнительно включает выделение гидроксилсодержащей органической молекулы, образованной гидролизом алкоксида кремния, сформированной при образовании силикагеля, в случае избыточного добавления, и/или выделенной при экстракции жидкости из пор силикагеля во время высушивания, и использование выделенной

гидроксилсодержащей органической молекулы для получения еще одного алкоксида кремния. Тем самым, например, выделенная(-ные) таким образом гидроксилсодержащая(-щие) органическая(-кие) молекула(-лы), необязательно пополненные свежей(-ими) гидроксилсодержащей(-щими) органической(-кими) молекулой(-лами), которые могут быть такими же или иными, могут быть введены в реакцию с дополнительным количеством источника кремнезема для формирования дополнительного количества алкоксида кремния.

В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель, как здесь представленный, включает одну или многие гидрофобные боковые группы. В некоторых вариантах осуществления гидрофобные группы могут быть выбраны из группы, включающей алкоксигруппу, группу сложного эфира карбоновой кислоты (-O(C=O)R-группу), группу сложного эфира жирной кислоты (-O(C=O)R-группу), в которых R представляет алифатическую цепь, характерную для жирной кислоты, и их смеси.

Другие преимущества и элементы новизны настоящего изобретения станут очевидными из нижеследующего подробного описания различных неограничивающих вариантов осуществления изобретения, когда их рассматривают в связи с сопроводительными фигурами. В случаях, где настоящее описание и документ, приведенный в качестве ссылки, включают противоречащее и/или несоответствующее содержание, должно доминировать настоящее описание.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

Неограничивающие варианты осуществления настоящего изобретения будут описаны в порядке примера со ссылкой на сопроводительные фигуры, которые являются схематическими, и не обязательно выполнены в масштабе. В фигурах каждый идентичный или почти идентичный иллюстрированный компонент обычно обозначен одним и тем же кодовым номером позиции. Для целей ясности, как не каждый компонент маркирован в каждой фигуре, так и не каждый компонент показан в каждом варианте осуществления изобретения, где иллюстрирование не является обязательным, чтобы позволить специалистам с обычной квалификацией в этой области технологии понять сущность изобретения.

Ниже фигуры описаны по порядку.

ФИГ. 1 изображает схематическую иллюстрацию варианта осуществления методики вертикально-интегрированного формирования аэрогеля, как здесь раскрытого, включающей основные технологические стадии и основные материалы, используемые и образованные во время изготовления.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Настоящее изобретение описывает в общих чертах вертикально-интегрированное формирование кремнеземного аэрогеля из различных источников кремнезема. ФИГ. 1 изображает схематическую иллюстрацию варианта осуществления методики вертикально-интегрированного формирования аэрогеля, включающей основные технологические стадии и основные материалы, используемые и образованные во время изготовления.

Неопределенные артикли «а» и «an», как применяемые здесь в описании и в пунктах формулы изобретения, если четко не оговорено иное, следует понимать как означающие «по меньшей мере один».

Выражение «и/или», как применяемое здесь в описании и в пунктах формулы изобретения, следует понимать как означающее «и тот, и этот» из взаимосвязанных элементов, то есть, элементов, которые в некоторых случаях присутствуют сообща, и в других случаях присутствуют порознь. Необязательно могут присутствовать другие элементы, иные, нежели элементы, конкретно идентифицированные условием «и/или», будь то относящиеся или не относящиеся к тем элементам, которые конкретно указаны, если четко не оговорено обратное. Таким образом, в качестве неограничивающего примера, ссылка на «А и/или В», когда использована в связи с неограничивающей терминологией, такой как «включающий», может указывать, в одном варианте осуществления, на А без В (необязательно с включением иных элементов, нежели В), в еще одном варианте осуществления на В без А (необязательно с включением иных элементов, нежели А), в еще одном дополнительном варианте осуществления на оба А и В (необязательно с включением других элементов), и т.д.

Как применяемый здесь в описании и в пунктах формулы изобретения, термин «или» следует понимать как имеющий такое же значение, как «и/или», как определено выше. Например, когда объекты вносят в список, «или» или «и/или» нужно интерпретировать как включающие, то есть, с включением по меньшей мере одного, но также с включением более, чем одного, числа или списка элементов, и, необязательно, дополнительных не внесенных в список объектов. Только термины, указанные как противоположные, такие как «только один из» или «исключительно один из», или, будучи используемыми в пунктах формулы изобретения, как «состоящий из», будут показывать включение ровно одного элемента из ряда или списка элементов. Как правило, термин «или», как здесь применяемый, нужно интерпретировать только как указывающий особенные альтернативы (то есть, «один или другой, но не оба»), когда ему предшествуют термины исключительности, такие как «тот или этот», «один из», «только один из», или «исключительно один из». Выражение «состоящий по существу из», когда применяемый в пунктах формулы изобретения, должен иметь свое обычное значение, как используемое в области патентного права.

Как применяемое здесь в описании и в пунктах формулы изобретения, выражение «по меньшей мере один», со ссылкой на список одного или многих элементов, следует понимать как означающее по меньшей мере один элемент, выбранный из любых одного или многих элементов в списке элементов, но не обязательно с включением по меньшей мере одного из каждого и всякого элемента, конкретно перечисленного внутри списка элементов, и не исключая любую комбинацию элементов в списке элементов. Это определение также допускает возможность того, что необязательно могут присутствовать элементы, иные, нежели элементы, конкретно указанные в списке элементов, к которым относится выражение «по меньшей мере один», будь то относящиеся или не относящиеся

к тем элементам, которые конкретно указаны. Таким образом, в качестве неограничивающего примера, «по меньшей мере один из А и В» (или, эквивалентно, «по меньшей мере один из А или В», или, эквивалентно, «по меньшей мере один из А и/или В») может иметь отношение, в одном варианте осуществления, по меньшей мере к одному, необязательно включающему более, чем один, А, без наличия В (и, необязательно, с включением иных элементов, нежели В), в еще одном варианте осуществления по меньшей мере к одному, необязательно включающему более, чем один, В, без наличия А (и, необязательно, с включением иных элементов, нежели А), в еще одном дополнительном варианте осуществления по меньшей мере к одному, необязательно включающему более, чем один, А, и по меньшей мере к одному, необязательно включающему более, чем один, В (и необязательно с включением других элементов) и т.д.

В пунктах формулы изобретения, а также в вышеуказанном описании, все переходные выражения, такие как «включающий», «заключающий в себе», «несущий», «имеющий», «содержащий», «вовлеченный», «удерживающий», и тому подобные, следует понимать как неограничивающие, то есть, подразумевающие включение, но без ограничения этим. То есть, эти термины не исключают наличия дополнительных, не указанных компонентов, элементов или технологических стадий. Только переходные выражения «состоящий из» и «состоящий по существу из» должны представлять собой закрытые или полузакрытые переходные выражения, соответственно, как это изложено в Руководстве по процедуре патетной экспертизы Патентного Ведомства США (United States Patent Office Manual of Patent Examining Procedures), Раздел 2111.03.

Приведение численных диапазонов с граничными точками включает все целые численные значения и, где это уместно, доли, входящие в пределы диапазона (например, «от 1 до 5» может включать 1, 2, 3, 4, когда ссылаются, например, на число элементов, и также может включать 1,5, 2, 2,75 и 3,80, когда ссылаются, например, на результаты измерений). Указание граничных точек также включает сами значения граничных точек (например, «от 1,0 до 5,0» включает как 1,0, так и 5,0). Любые указанные здесь численные диапазоны предполагаются включающими все поддиапазоны в них.

Термин «около», как здесь используемый, когда приводят ссылку на измеримое значение, такое как параметр, количество, продолжительность во времени, и тому подобные, подразумевается охватывающим вариации указанного значения и отклонения от него, в частности, вариации +/-10% или менее, предпочтительно +/-5% или менее, более предпочтительно +/-1% или менее, и еще более предпочтительно +/-0,1% или менее, от заданной величины, в той мере, насколько такие вариации могут быть приемлемыми в раскрытом изобретении. Должно быть понятно, что значение, модифицированное термином «около», само по себе также конкретно и предпочтительно раскрыто.

Как применяемые во всем настоящем изобретении, термины «весовых %», или «вес.%», или «% по весу» используются взаимозаменяемо, и имеют отношение к весовой концентрации составной части, то есть, к весу компонента, деленному на совокупный вес

всех компонентов.

Все литературные источники, цитированные в настоящем описании, тем самым включены ссылкой во всей своей полноте. В частности, инструкции всех литературных источников, на которые здесь конкретно ссылаются, включены ссылкой.

Ссылки в пределах описания на «один вариант осуществления» или «вариант осуществления» подразумевают, что конкретные признак, структура или характеристика, описываемые в связи с этим вариантом осуществления, включены по меньшей мере в один вариант осуществления настоящего изобретения. Так, появления выражений «в одном варианте осуществления» или «в варианте осуществления» в различных местах на протяжении описания не обязательно все относятся к одному и тому же варианту осуществления, но могут относиться. Кроме того, конкретные признаки, структуры или характеристики могут быть объединены любым подходящим образом, как было бы очевидно квалифицированному специалисту в этой области технологии из этого изобретения, в одном или многих вариантах осуществления. Кроме того, в то время, как некоторые описываемые здесь варианты осуществления включают некоторые, но не другие признаки, входящие в другие варианты осуществления, в пределах области изобретения предполагаются быть комбинации признаков из различных вариантов осуществления, и создавать иные варианты осуществления, как было бы понятно квалифицированным специалистам в этой области технологии. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель может быть получен реакцией кварца, выделенного из содержащего кремнезем сырьевого материала. В некоторых вариантах осуществления кремнезем может быть введен в реакцию с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами с образованием смеси алкоксидов. Таким образом, когда в настоящем описании обсуждаются алкоксиды кремния, описание, как правило, может иметь в виду смеси алкоксидов кремния, образованных указанными реакциями. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов может быть образована в присутствии одного или многих катализаторов. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов может быть преобразована в золь-гель-материал. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный золь-гель может быть впоследствии высушен до кремнеземного аэрогеля. В некоторых вариантах осуществления взаимодействие источника кремнезема с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами, образование алкоксида кремния, гидролиз алкоксида кремния и формирование силикагеля могут быть объединены в едином непрерывном процессе, чему способствуют синергические эффекты. В некоторых вариантах осуществления только что полученный силикагель может быть немедленно высушен. В некоторых вариантах осуществления силикагель может быть высушен в сверхкритических условиях, чтобы образовать кремнеземный аэрогель. В некоторых вариантах осуществления силикагель может быть высушен в субкритических условиях, чтобы образовать кремнеземный аэрогель. В некоторых вариантах осуществления гель может быть высушен в субкритических условиях посредством диэлектрического нагрева. В некоторых

вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть образованы в результате гидролиза алкоксида. В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть образованы при формировании силикагеля. В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть образованы в результате избыточного добавления. В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть образованы в результате экстракции поровой жидкости из геля во время высушивания. В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть выделены. В некоторых вариантах осуществления выделенные гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть использованы для получения еще одного (кремниевого) алкоксида. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает одну или многие гидрофобные боковые группы. В некоторых вариантах осуществления гидрофобные группы включают по меньшей мере алкоксигруппу и/или по меньшей мере группу жирной кислоты.

Кремнеземные аэрогели могут быть получены из кварца, выделенного из различных источников кремнезема, в том числе природных источников и/или промышленных источников. В некоторых вариантах осуществления природный источник может включать рис, жом сахарного тростника, бамбук, лесной хвощ (рода Equisetum), овсяную солому, пшеничную солому, ячменную солому, песок, кварц, диатомит, вулканический пепел, оливин, силикаты или цеолит. В некоторых вариантах осуществления природный источник может включать рис, жом сахарного тростника, бамбук, лесной хвощ (рода Equisetum), овсяную солому, пшеничную солому, ячменную солому, песок, кварц, диатомит, вулканический пепел, силикаты или цеолит. Возможны другие природные источники. В некоторых вариантах осуществления промышленный источник кремнезема может включать кварцевый песок, образованный из пирогенного кремнезема кварц, образованный из осажденного диоксида кремния кварц, образованный из силикагеля кварц, образованный из ксерогеля на основе диоксида кремния кварц, образованный из стекла кварц, образованный из стеклобоя кварц, образованный из плавленого кремнезема кварц, образованный из стекловолокна кварц, образованный из летучей золы кварц, образованный из зольного остатка кварц, образованный из шлака кварц, или кварц, образованный из других потоков отходов. В некоторых вариантах осуществления промышленный источник кремнезема может включать кварцевый песок, образованный из пирогенного кремнезема кварц, образованный из силикагеля кварц, образованный из стекла кварц, образованный из стекловолокна кварц, образованный из летучей золы кварц, образованный из зольного остатка кварц, образованный из шлака кварц, или кварц, образованный из других потоков отходов. Возможны другие источники кремнезема. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема может быть подвергнут одной или многим обработкам перед использованием. В некоторых вариантах осуществления обработка источника кремнезема может включать измельчение, распыление, резку, размалывание, рубку, помол, грохочение, раскалывание, растворение,

сольватацию, осаждение, кипячение, нагревание, сжигание, выжигание, пиролиз, обжиг, спрессовывание, очистку, экстракцию, обработку перегретым паром, промывание, полоскание, мытье, выщелачивание, кислотную обработку, щелочную обработку, разделение, фильтрацию, просеивание, дегидратацию, высушивание, высушивание в потоке, облучение, обработку ультразвуком, или их комбинации. Возможны другие обработки, и могут быть включены в процесс обработки. В некоторых вариантах осуществления одна или многие обработки могут быть выполнены на источнике кремнезема перед формированием смеси алкоксидов кремния. В некоторых вариантах осуществления предпочтительная обработка или комбинация предпочтительных обработок могут зависеть от источника кремнезема.

В некоторых предпочтительных вариантах осуществления природный источник кремнезема может включать отходы переработки риса, жом сахарного тростника и/или листья бамбука. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает диоксид кремния, образованный из риса. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает кремнезем, выделенный из отходов переработки риса. В некоторых вариантах осуществления отходы переработки риса могут включать рисовую оболочку, рисовую лузгу, рисовую солому, рисовые выжимки, рисовые отруби. В настоящем изобретении термин «рисовая оболочка» может быть предусматривать также рисовые отруби. Отходы переработки риса представляют собой отходы биомассы, и могут быть доступными в огромных количествах. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает жом сахарного тростника. В некоторых вариантах осуществления жом сахарного тростника может представлять собой волокнистый остаток, полученный на сахарных заводах после измельчения сахарного тростника и экстракции содержащего сахар сока из него. Подобно рисовым отходам, жом сахарного тростника может представлять собой отходы биомассы, доступные в больших количествах. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает бамбук. В некоторых вариантах осуществления кремнезем может быть выделен из листьев бамбука. Возможны другие природные источники кремнезема.

В некоторых вариантах осуществления природный источник кремнезема может быть сожжен с образованием золы. В некоторых вариантах осуществления зола может быть обогащена кремнеземом. В некоторых вариантах осуществления после сжигания природного источника кремнезема может быть проведен обжиг перед получением золы. В некоторых вариантах осуществления сжигания природного источника может быть проведено с вырабатыванием энергии. В некоторых вариантах осуществления сжигание природного источника для получения кремнезема может вырабатывать электроэнергию. В некоторых вариантах осуществления сжигание природного источника может быть выполнено при температуре в диапазоне 200-1500°C. В некоторых вариантах осуществления сжигание природного источника может быть выполнено при температуре в диапазоне 300-1000°C. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления сжигание природного источника может быть выполнено при температуре в диапазоне

400-800ºC. В некоторых вариантах осуществления во время сжигания может подводиться дополнительный воздух, чтобы стимулировать сгорание органического материала. В некоторых вариантах осуществления сжигание природного источника может быть проведено в течение более 30 минут или более. В некоторых вариантах осуществления сжигание природного источника может быть проведено в течение более 1 часа. В некоторых вариантах осуществления сжигание природного источника может быть выполнено в течение нескольких часов, в диапазоне от 1 до 8 часов. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления сжигание природного источника может быть проведено в течение нескольких часов, в диапазоне от 2 до 6 часов. В некоторых вариантах осуществления оптимальные условия сжигания могут варьировать в зависимости от источника кремнезема, а также от области его происхождения и/или физических условий, включающих возраст, содержание влаги, чистоту. В некоторых вариантах осуществления рисовые отходы могут быть сожжены до золы. В некоторых вариантах осуществления рисовая шелуха может быть сожжена до золы, называемой золой рисовой шелухи. В некоторых вариантах осуществления рисовые отходы могут быть сожжены до золы, называемой золой рисового шлака. В некоторых вариантах осуществления рисовая солома может быть сожжена до золы, называемой золой рисовой соломы. В некоторых вариантах осуществления рисовые выжимки могут быть сожжены до золы, называемой золой рисовых выжимок. В некоторых вариантах осуществления рисовые отруби могут быть сожжены до золы, называемой золой рисовых отрубей. В некоторых вариантах осуществления жом сахарного тростника может быть сожжен до золы, называемой золой жома сахарного тростника. В некоторых вариантах осуществления листья бамбука могут быть сожжены до золы, называемой золой листьев бамбука.

В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема может быть подвергнут обработке перед обжигом и/или сжиганием. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема может включать другие вещества. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема может включать производные, не содержащие кремнезем. В некоторых вариантах осуществления все не содержащие кремнезем производные могут оставаться в источнике кремнезема. В некоторых вариантах осуществления все не содержащие кремнезем производные могут быть удалены из источника кремнезема. В некоторых вариантах осуществления в источнике кремнезема могут оставаться некоторые не содержащие кремнезем производные. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема может быть обработан для удаления примесей, чтобы получить кремнезем в чистом виде.

В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема может быть подвергнут обработке для улучшения извлечения кремнезема. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема может быть подвергнут обработке для получения источника кремнезема с более высокой удельной площадью поверхности. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема может быть просеян, промыт, очищен,

и/или профильтрован перед использованием. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема может быть измельчен перед использованием или дополнительной обработкой. Методика измельчения может зависеть от источника кремнезема, может включать резку, дробление, размалывание, помол, и/или другие операции или их комбинации.

В некоторых вариантах осуществления очищенный и/или измельченный источник кремнезема может быть подвергнут выщелачиванию в кислотном растворе. В некоторых вариантах осуществления обработка источника кремнезема может включать выщелачивание в органической или неорганической кислоте. В некоторых вариантах осуществления кислота включает соляную кислоту, серную кислоту, азотную кислоту, плавиковую кислоту, иодистоводородную кислоту, бромоводородную кислоту, ортофосфорную кислоту, уксусную кислоту, щавелевую кислоту, лимонную кислоту, и/или муравьиную кислоту. Возможны другие кислоты. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления рисовые отходы подвергают выщелачиванию в соляной кислоте, серной кислоте, лимонной кислоте и/или щавелевой кислоте.

В некоторых вариантах осуществления очищенный и/или измельченный источник кремнезема может быть подвергнут выщелачиванию в растворе основания. В некоторых вариантах осуществления основание может быть выбрано из группы производного щелочного металла, производного щелочноземельного металла, аммиака, гидроксида аммония, первичного амина, вторичного амина, третичного амина, четвертичной соли аммония. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой производное щелочного металла или производное щелочноземельного металла, или их комбинацию. В некоторых вариантах осуществления производное щелочного металла может представлять собой гидроксид щелочного металла. В некоторых вариантах осуществления гидроксид щелочного металла может включать гидроксид лития ($LiOH$), гидроксид натрия ($NaOH$), гидроксид калия (KOH), и/или гидроксид цезия ($CsOH$). В некоторых вариантах осуществления производное щелочного металла может представлять собой карбонат щелочного металла. В некоторых вариантах осуществления карбонат щелочного металла может включать карбонат лития (Li_2CO_3), карбонат натрия (Na_2CO_3), карбонат калия (K_2CO_3), и/или карбонат цезия (Cs_2CO_3). В некоторых вариантах осуществления производное щелочноземельного металла может представлять собой гидроксид щелочноземельного металла. В некоторых вариантах осуществления гидроксид щелочноземельного металла может включать гидроксид бериллия ($Be(OH)_2$), гидроксид магния ($Mg(OH)_2$), гидроксид кальция ($Ca(OH)_2$), гидроксид стронция ($Sr(OH)_2$), гидроксид бария ($Ba(OH)_2$), и/или гидроксид радия ($Ra(OH)_2$). В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой первичный амин. В некоторых вариантах осуществления первичный амин может включать метиламин, этиламин, пропиламин, бутиламин, пентиламин, гексиламин, октиламин, дециламин, 2-метилпропан-2-амин, 2-аминопентан, анилин, аллиламин, трис(гидроксиметил)аминометан, 4,4’-оксидианилин, и/или 2,2’-диметилбензидин. Могут

быть возможными другие первичные амины. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой вторичный амин. В некоторых вариантах осуществления вторичный амин может включать диметиламин, диэтиламин, этилметиламин, N-метилпропиламин, N-метилбутиламин, диизопропиламин, дибутиламин, дигексиламин, диоктиламин, дидециламин, дифениламин, диаллиламин, пирролидин, и/или аллилциклогексиламин. Могут быть возможными другие вторичные амины. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой третичный амин. В некоторых вариантах осуществления третичный амин может включать триметиламин, триэтиламин, трипропиламин, трибутиламин, тригексиламин, триоктиламин, триизооктиламин, N,N-диметилэтиламин, N,N-диэтилметиламин, N,N-диметилпропиламин, этилендиаминтетрауксусную кислоту, 3-диметиламино-1-пропанол, и/или триэтаноламин. Могут быть возможными другие третичные амины. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой четвертичное производное амина. В некоторых вариантах осуществления четвертичное производное амина может включать гидроксид тетраметиламмония, гидроксид тетраэтиламмония, гидроксид тетрапропиламмония, гидроксид тетраизопропиламмония, гидроксид тетрабутиламмония, и/или гидроксид дидецилдиметиламмония. Могут быть возможными другие четвертичные производные аминов.

В некоторых вариантах осуществления очищенный и/или измельченный источник кремнезема может быть подвергнут выщелачиванию в растворе, включающем соль аммония. В некоторых вариантах осуществления соль аммония может включать бромид аммония, карбонат аммония, хлорид аммония, иодид аммония, сульфат аммония. В некоторых вариантах осуществления соль аммония может включать четвертичную соль аммония, в том числе бромид тетраметиламмония, карбонат тетраметиламмония, хлорид тетраметиламмония, иодид тетраметиламмония, сульфат тетраметиламмония, бромид тетраэтиламмония, карбонат тетраэтиламмония, хлорид тетраэтиламмония, иодид тетраэтиламмония, сульфат тетраэтиламмония, бромид тетрапропиламмония, карбонат тетрапропиламмония, хлорид тетрапропиламмония, иодид тетрапропиламмония, сульфат тетрапропиламмония, бромид тетраизопропиламмония, карбонат тетраизопропиламмония, хлорид тетраизопропиламмония, иодид тетраизопропиламмония, сульфат тетраизопропиламмония, бромид дидецилдиметиламмония, карбонат дидецилдиметиламмония, хлорид дидецилдиметиламмония, иодид дидецилдиметиламмония, сульфат дидецилдиметиламмония. Могут быть возможными другие соли аммония и четвертичные аммониевые соли.

В некоторых вариантах осуществления очищенный и/или измельченный источник кремнезема может быть подвергнут выщелачиванию в растворе, включающем фторидное соединение. В некоторых вариантах осуществления фторидное соединение может включать фторид лития (LiF), фторид натрия (NaF), фторид калия (KF), фторид бериллия (BeF_2), фторид магния (MgF_2), фторид кальция (CaF_2), фторид бария (BaF_2), фторид алюминия (AlF_3), фторид кадмия (CdF_2), фторид аммония (NH_4F), фторид

тетраметиламмония, фторид тетраэтиламмония, фторид тетраизопропиламмония, фторид тетрабутиламмония. Могут быть возможными другие фторидные соединения.

В некоторых вариантах осуществления очищенный и/или измельченный источник кремнезема может быть подвергнут выщелачиванию в различных растворах, таких как обсуждаются выше, в последовательном порядке. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления источник кремнезема может быть обработан основанием, включающим гидроксид натрия (NaOH), гидроксид калия (KOH), аммиак (NH_3), гидроксид аммония (NH_4OH), карбонат калия (K_2CO_3), и/или карбонат натрия (Na_2CO_3). В некоторых других предпочтительных вариантах осуществления источник кремнезема может быть подвергнут обработке фторидным соединением, включающим фторид натрия и/или фторид аммония.

В некоторых вариантах осуществления концентрация кислоты или основания в выщелачивающем растворе может быть в диапазоне от 1 до 10 вес.%. В некоторых вариантах осуществления выщелачивание может быть выполнено в течение нескольких минут. В некоторых вариантах осуществления выщелачивание может быть проведено в течение нескольких часов. В некоторых вариантах осуществления выщелачивание может быть выполнено в течение более 2 часов. В некоторых вариантах осуществления выщелачивание быть проведено в течение 4 часов. В некоторых вариантах осуществления выщелачивание может быть выполнено в течение менее 10 часов. В некоторых вариантах осуществления выщелоченный кислотой или основанием источник кремнезема может быть сожжен до золы, имеющей высокую концентрацию кремнезема. В некоторых вариантах осуществления выщелачивание природного источника может быть проведено при повышенной температуре. В некоторых вариантах осуществления выщелачивание природного источника может быть выполнено при температуре выше 30°C, выше 50°C, выше 70°C, выше 90°C, выше 100°C, выше 120°C, выше 150°C. В некоторых вариантах осуществления выщелачивание природного источника может быть проведено при более высокой температуре, повышенной посредством диэлектрического нагрева. В некоторых вариантах осуществления диэлектрический нагрев может быть назван нагревом в результате воздействия электромагнитных волн. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления электромагнитные волны, обеспечивающие диэлектрический нагрев, представляют собой микроволны. В некоторых вариантах осуществления диэлектрический нагрев включает нагревание посредством микроволнового излучения. В некоторых вариантах осуществления микроволновое излучение может быть создано магнетроном. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления частота излучения может быть между 0,5 ГГц и 5 ГГц. В некоторых вариантах осуществления мощность микроволнового излучения может быть между около 200-700 Вт. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления мощность микроволнового излучения может быть около 400-600 Вт.

В некоторых вариантах осуществления зола, полученная после сожжения источника кремнезема, может включать по меньшей мере 50 вес.% кремнезема. В

некоторых вариантах осуществления зола, полученная после сожжения источника кремнезема, может включать около 50-60 вес.% кремнезема. В некоторых вариантах осуществления зола, полученная после сожжения источника кремнезема, может включать около 60-70 вес.% кремнезема. В некоторых вариантах осуществления зола, полученная после сожжения источника кремнезема, может включать около 70-80 вес.% кремнезема. В некоторых вариантах осуществления зола, полученная после сожжения источника кремнезема, может включать около 80-90 вес.% кремнезема. В некоторых вариантах осуществления зола, полученная после сожжения источника кремнезема, может включать свыше 90 вес.% кремнезема. В некоторых вариантах осуществления зола, полученная после сожжения источника кремнезема, может включать более 95 вес.% кремнезема. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления большинство (например, более 50 вес.%, или по меньшей мере 60 вес.%, по меньшей мере 70 вес.%, по меньшей мере 80 вес.%, или по меньшей мере 90 вес.%) кремнезема является аморфным и некристаллическим.

В некоторых вариантах осуществления зола может включать щелочные компоненты. В некоторых вариантах осуществления щелочные компоненты могут служить как катализаторы для получения алкоксидов. В некоторых вариантах осуществления щелочные компоненты могут служить как дегидратирующие агенты для получения алкоксидов. В некоторых вариантах осуществления щелочные компоненты могут включать оксид калия (K_2O), оксид натрия (Na_2O), оксид кальция (CaO), и/или оксид магния (MgO).

В некоторых вариантах осуществления зола может быть подвергнута обработке для получения кремнезема с высокой чистотой. В некоторых вариантах осуществления зола может быть подвергнута обработке для получения кремнезема с более высокой площадью поверхности. В некоторых вариантах осуществления зола может быть подвергнута обработке с использованием тех же кислоты или основания, которые были применены для обработки источника кремнезема перед сожжением. В некоторых вариантах осуществления кремнезем может быть извлечен из золы действием перегретого пара.

В некоторых вариантах осуществления извлечение оксидов кремния из содержащего кремнезем сырья может быть стимулировано ультразвуковой обработкой. В некоторых вариантах осуществления звуковые волны, создаваемые во время ультразвуковой обработки, могут быть генерированы ультразвуковым устройством. В некоторых вариантах осуществления звуковые волны, создаваемые во время ультразвуковой обработки, могут быть генерированы акустическим зондом. В некоторых вариантах осуществления звуковые волны, создаваемые во время ультразвуковой обработки, могут быть генерированы в ультразвуковой бане. В некоторых вариантах осуществления звуковые волны могут иметь частоту около 20 кГц. В некоторых вариантах осуществления звуковые волны могут иметь частоту выше 20 кГц, что также называется ультразвуковой обработкой. В некоторых вариантах осуществления

ультразвуковая обработка может быть предпочтительной. В некоторых вариантах осуществления частоты ультразвука могут быть подведены с использованием ультразвукового зонда или ультразвуковой бани. В некоторых вариантах осуществления ультразвук может быть подведен в течение нескольких секунд, нескольких минут или нескольких часов. В некоторых вариантах осуществления может быть применен импульсный способ, включающий интервалы времени без создания ультразвука. В некоторых вариантах осуществления мощность ультразвукового излучения может быть между 50 Вт и 1000 Вт. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления мощность ультразвукового излучения может быть между 200 Вт и 700 Вт.

В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает кремнеземный песок. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный песок может представлять собой кварцевый песок, белый песок, и/или промышленный песок. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный песок включает по меньшей мере 95 вес.% кремнезема. В некоторых вариантах осуществления песчаные зерна и/или агрегаты песка могут быть раздроблены, например, с помощью щековой дробилки. В некоторых вариантах осуществления мелкие частицы могут быть отделены от более крупных агрегатов песка. В некоторых вариантах осуществления мелкие частицы могут быть отделены от более крупных агрегатов песка посредством ультразвуковой обработки водной суспензии. В некоторых вариантах осуществления частоты ультразвука могут быть подведены с использованием ультразвукового зонда или ультразвуковой бани. В некоторых вариантах осуществления ультразвук может быть подведен в течение нескольких секунд, нескольких минут или нескольких часов. В некоторых вариантах осуществления может быть применен импульсный способ, включающий интервалы времени без создания ультразвука. В некоторых вариантах осуществления мощность ультразвукового излучения может быть между 50 Вт и 1000 Вт. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления мощность ультразвукового излучения может быть между 200 Вт и 700 Вт. В некоторых вариантах осуществления кварцевый песок может быть преобразован в стеклянный бой в печи или барабанной печи при температуре между 1100°C и 1800°C. В некоторых вариантах осуществления кварцевый песок может быть введен в реакцию с сильным основанием, включающим предпочтительно гидроксид натрия, гидроксид калия, карбонат натрия, карбонат калия, или их комбинацию, в печи или барабанной печи при температуре между 1100°C и 1600°C. В некоторых вариантах осуществления кварцевый песок может быть преобразован в силикаты щелочных металлов. В некоторых вариантах осуществления кварцевый песок может быть преобразован в водный раствор силиката щелочного металла. В некоторых вариантах осуществления кварцевый песок может быть преобразован в водный раствор силиката щелочного металла в присутствии сильного основания, включающего предпочтительно гидроксид натрия или гидроксид калия, в автоклаве при температуре между 200°C и 300°C, при давлении между 20 и 100 бар (2-10 МПа). В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает осажденный диоксид кремния. В

некоторых вариантах осуществления осажденный диоксид кремния может быть получен осаждением из раствора силиката щелочного металла. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает силикагель. В некоторых вариантах осуществления силикагель может быть получен реакцией силикатов щелочных металлов с водным раствором, содержащим кислоту или основание. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает ксерогель кремнезема. В некоторых вариантах осуществления ксерогель кремнезема может быть получен после высушивания силикагеля.

В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает стекло. В некоторых вариантах осуществления стекло может быть получено из стеклянных отходов. В некоторых вариантах осуществления стеклянные отходы включают стекло из бутылок, флаконов, контейнеров, и/или оконного остекления. Возможны другие источники стеклянных отходов. В некоторых вариантах осуществления стекло и стеклянные отходы могут быть окрашенными. В некоторых вариантах осуществления стекло может быть бесцветным, зеленым или коричневым. В некоторых вариантах осуществления стеклянные отходы могут состоять из смеси стекол различных цветов из различных источников. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления стеклянные отходы включают бесцветное стекло. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает стеклобой. В некоторых вариантах осуществления стеклобой может быть получен из песка. В некоторых вариантах осуществления стеклобой может быть получен из стеклянных отходов. В некоторых вариантах осуществления стеклобой может быть получен как из песка, так и из стеклянных отходов.

В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает плавленый кварц. В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает кремнезем, образованный из стекловолокна. В некоторых вариантах осуществления стекловолокно может быть выделено из матов, сеток и/или полотен. В некоторых вариантах осуществления стекловолокно может быть получено из стекловаты. В некоторых вариантах осуществления стекловолокно может быть получено из рубленых стеклянных волокон. В некоторых вариантах осуществления стекловолокно может быть извлечено из армированных стекловолокном полимерных композитных материалов. В некоторых вариантах осуществления стекловолокно может быть получено из стеклопластика. В некоторых вариантах осуществления стекло, стеклянные отходы, стеклобой, плавленый кварц и/или стеклянные волокна могут быть подвергнуты обработке перед использованием в качестве источника кремнезема. В некоторых вариантах осуществления стекло может быть измельчено в порошок до желательной фракции размеров частиц. В некоторых вариантах осуществления стекло может быть очищено до и/или после измельчения в порошок до желательной фракции размеров частиц. В некоторых вариантах осуществления стекло может быть промыто содержащей кислоту водой. В некоторых вариантах осуществления частицы измельченного в порошок стекла могут иметь размеры менее 100 мкм. В некоторых вариантах осуществления частицы измельченного в порошок

стекла могут иметь величину менее 50 мкм. В некоторых вариантах осуществления частицы измельченного в порошок стекла могут быть подвергнуты обжигу. В некоторых вариантах осуществления частицы измельченного в порошок стекла могут быть растворены в щелочном растворе с величиной pH выше 10. В некоторых вариантах осуществления частицы измельченного в порошок стекла могут быть растворены в щелочном растворе, включающем сильное основание, или состоящем из него. В некоторых вариантах осуществления частицы измельченного в порошок стекла могут быть введены в реакцию с сильным основанием, включающим предпочтительно гидроксид натрия или гидроксид калия. В некоторых вариантах осуществления частицы измельченного в порошок стекла могут быть подвергнуты обжигу при температуре между 500-1500°C. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления частицы измельченного в порошок стекла могут быть подвергнуты обжигу при температуре ниже 1000°C.

В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема включает кремнезем, происходящий из промышленных отходов. В некоторых вариантах осуществления промышленные отходы включают летучую золу, зольный остаток, шлак, и/или промышленный отстой. В некоторых вариантах осуществления летучая зола может включать материал отходов, выведенный из отапливаемых углем котлов в работающих на угле электростанциях. В некоторых вариантах осуществления зольный остаток может включать материал отходов, выведенный из пода отапливаемых углем котлов в работающих на угле электростанциях. В некоторых вариантах осуществления комбинация летучей золы и зольного остатка может быть названа угольной золой. В некоторых вариантах осуществления летучая зола может состоять из около 10-20 вес.% кремнезема, или около 20-40 вес.% кремнезема, или около 40-60 вес.% кремнезема. Возможны другие источники промышленных отходов.

В некоторых вариантах осуществления более высокая удельная площадь поверхности источника кремнезема может иметь результатом повышенную реакционную способность. В некоторых вариантах осуществления более высокая удельная площадь поверхности источника кремнезема может обусловливать более высокий выход при образовании алкоксидов кремния. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть ниже 20 $м^2 \cdot г^{-1}$. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть ниже, чем 10 $м^2 \cdot г^{-1}$. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть выше 20 $м^2 \cdot г^{-1}$. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть выше 40 $м^2 \cdot г^{-1}$. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть выше 100 $м^2 \cdot г^{-1}$. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть выше 200 $м^2 \cdot г^{-1}$. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть выше 300 $м^2 \cdot г^{-1}$. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть выше 400 $м^2 \cdot г^{-1}$. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть выше 500 $м^2 \cdot г^{-1}$. В

некоторых других предпочтительных вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть выше 600 $м^2 \cdot г^{-1}$. Еще в некоторых других предпочтительных вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть выше 700 $м^2 \cdot г^{-1}$. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности источника кремнезема может изменяться после обработки. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности источника кремнезема может изменяться после реакции.

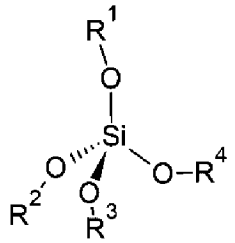
В некоторых вариантах осуществления одна или многие гидроксилсодержащие органические молекулы могут реагировать с оксидами металлов с образованием алкоксида. В некоторых вариантах осуществления одна или многие гидроксилсодержащие органические молекулы могут реагировать с оксидами металлоидов с образованием алкоксида. В некоторых вариантах осуществления одна или многие гидроксилсодержащие органические молекулы могут реагировать с оксидами кремния с образованием алкоксида кремния. В некоторых вариантах осуществления образованный алкоксид может быть мономерным или олигомерным (димерным, тримерным, тетрамерным, пентамерным, гексамерным, гептамерным, октамерным, нонамерным, декамерным). В некоторых вариантах осуществления образованный алкоксид может содержать более, чем десять (декамерных) повторяющихся структурных единиц.

Алкоксиды, образованные способом согласно настоящему изобретению, представляют собой соединения, которые могут быть описаны общей формулой $M(OR^a)_n$, в которой M представляет элемент, как здесь определенный, OR^a или $-OR^a$ представляет алкоксигруппу, и n представляет целое число, меньшее или равное валентности элемента M. В некоторых вариантах осуществления могут быть образованы четырехвалентные (n=4) алкоксиды, такие как алкоксиды кремния. В некоторых вариантах осуществления могут быть образованы пятивалентные (n=5) алкоксиды. В некоторых вариантах осуществления могут быть образованы шестивалентные (n=6) алкоксиды. В некоторых вариантах осуществления могут быть образованы алкоксиды, включающие два M-элемента. В некоторых вариантах осуществления могут быть образованы алкоксиды, включающие три M-элемента. В некоторых вариантах осуществления могут быть образованы алкоксиды, включающие более трех M-элементов. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления алкоксиды содержат не более трех M-элементов. В некоторых вариантах осуществления может быть получена смесь алкоксидов, включающая алкоксиды, имеющие один и тот же M-элемент, но с различной валентностью. В некоторых вариантах осуществления может быть получена смесь алкоксидов, включающая алкоксиды, имеющие различные M-элементы.

В некоторых предпочтительных вариантах осуществления элемент M может быть выбран из группы, включающей кремний, алюминий, титан, цирконий, железо, бор, ванадий, олово, германий, вольфрам, хром, гольмий, эрбий, ниобий, тантал, гафний, галлий, медь, никель, кобальт, индий, магний, кальций, марганец и молибден. Возможны другие элементы. В некоторых более предпочтительных вариантах осуществления элемент M может быть выбран из группы, включающей кремний, алюминий и цирконий.

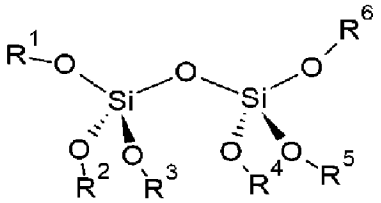
В некоторых более предпочтительных дополнительных вариантах осуществления элемент M представляет собой кремний (Si).

В некоторых вариантах осуществления оксиды кремния из содержащего кремнезем сырьевого материала могут быть введены в реакцию с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами, как здесь определенными, с образованием алкоксида кремния. В некоторых вариантах осуществления алкоксид кремния может представлять собой тетраалкилортосиликат, представленный следующей общей химической формулой (I):



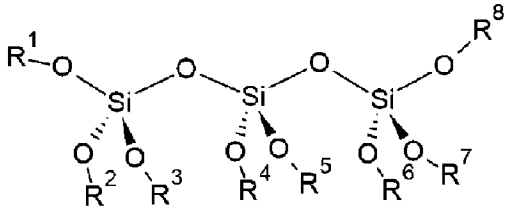
Формула (I)

В некоторых вариантах осуществления могут быть сформированы алкоксиды (кремния), включающие два элемента кремния, которые представляют собой гексаалкилдиортосиликаты, описываемые химической формулой (II):



Формула (II)

В некоторых вариантах осуществления могут быть сформированы алкоксиды (кремния), включающие три элемента кремния, которые представляют собой октаалкилтриортосиликаты, описываемые химической формулой (III):



Формула (III)

В некоторых вариантах осуществления группы R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, R^6, R^7 и R^8, имеют происхождение (образованы) из гидроксилсодержащих органических молекул, как здесь определенных. В некоторых вариантах осуществления группы R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, R^6, R^7 и R^8 могут представлять углеводородные группы. В некоторых вариантах осуществления углеводородные группы могут происходить (быть образованными) из

гидроксилсодержащих органических молекул, как здесь определенных. В некоторых вариантах осуществления R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, R^6, R^7 и R^8 могут представлять различные группы и/или связи. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, R^6, R^7 и R^8 могут представлять углеводородные группы, происходящие из гидроксилсодержащих органических молекул, как здесь определенных. В некоторых вариантах осуществления только одна R-группа (углеводородная группа) может быть выбрана для алкоксидов кремния (или другого элемента M), такая как R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, R^6, R^7, и R^8, все из которых представляют собой одинаковые группы. В некоторых вариантах осуществления для алкоксидов могут быть выбраны две различных R-группы. В некоторых вариантах осуществления для алкоксидов могут быть выбраны три различных R-группы. В некоторых вариантах осуществления для алкоксидов могут быть выбраны четыре различных R-группы. В некоторых вариантах осуществления для алкоксидов могут быть выбраны пять различных R-групп. В некоторых вариантах осуществления для алкоксидов могут быть выбраны шесть различных R-групп. В некоторых вариантах осуществления для алкоксидов могут быть выбраны семь различных R-групп. В некоторых вариантах осуществления для алкоксидов могут быть выбраны все выбранные R-группы, такие как R^1, R^2, R^3, R^4, R^5, R^6, R^7, и R^8, все из которых отличаются друг от друга.

В некоторых вариантах осуществления алкоксид (кремния) может содержать число атомов кремния в диапазоне от 1 до 10. В некоторых вариантах осуществления алкоксид может содержать число атомов кремния в диапазоне от 1 до 7. В некоторых вариантах осуществления алкоксид может содержать число атомов кремния в диапазоне от 1 до 5. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления алкоксид может содержать число атомов кремния в диапазоне от 1 до 3. В некоторых вариантах осуществления по меньшей мере 70 мол.% образованных алкоксидов могут содержать число атомов кремния в диапазоне от 1 до 3. В некоторых вариантах осуществления по меньшей мере 80 мол.% образованных алкоксидов могут содержать число атомов кремния в диапазоне от 1 до 3. В некоторых вариантах осуществления по меньшей мере 90 мол.% образованных алкоксидов могут содержать число атомов кремния в диапазоне от 1 до 3. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления по меньшей мере 95 мол.% образованных алкоксидов могут содержать число атомов кремния в диапазоне от 1 до 3.

В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащая органическая молекула включает спирт. Спирты могут представлять собой органические соединения, в которых гидроксильная группа (-OH) присоединена к насыщенному атому углерода.

В некоторых вариантах осуществления спирт представляет собой алкиловый спирт, имеющий формулу R^b-OH, в которой R^b представляет алкил, как здесь определено. В некоторых вариантах осуществления алкильная цепь (то есть, R^b) спирта может иметь от 1 до 18 атомов углерода, например, как от 1 до 5 атомов углерода. В некоторых вариантах осуществления спирт включает метанол, этанол, изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, н-пентанол, н-гексанол, и/или амиловый спирт (первичный,

вторичный и/или третичный). Возможны другие спирты. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления гидроксилсодержащая органическая молекула может представлять собой метанол, этанол, изопропанол или трет-бутанол. В некоторых вариантах осуществления может быть использована комбинация различных спиртов.

Термин «алкил» или «C_{1-30}-алкил» в качестве группы или части группы, как здесь используемый, подразумевает нормальный, вторичный или третичный, линейный, разветвленный или нециклический C_1-C_{30}-углеводород без ненасыщенных участков. Примерами являются метил, этил, 1-пропил (н-пропил), 2-пропил (изо-Pr), 1-бутил, 2-метил-1-пропил (изо-Bu), 2-бутил (втор-Bu), 2-диметил-2-пропил (трет-Bu), 1-пентил (н-пентил), 2-пентил, 3-пентил, 2-метил-2-бутил, 3-метил-2-бутил, 3-метил-1-бутил, 2-метил-1-бутил, 1-гексил, 2-гексил, 3-гексил, 2-метил-2-пентил, 3-метил-2-пентил, 4-метил-2-пентил, 3-метил-3-пентил, 2-метил-3-пентил, 2,3-диметил-2-бутил, 3,3-диметил-2-бутил, *н*-гептил, *н*-октил, *н*-нонил, *н*-децил, *н*-ундецил, *н*-додецил, *н*-тридецил, *н*-тетрадецил, *н*-пентадецил, *н*-гексадецил, *н*-гептадецил, *н*-октадецил, *н*-нонадецил, и *н*-икозил. В конкретных вариантах осуществления термин «алкил» подразумевает C_{1-18}-алкил (C_{1-18}-углеводороды), например, C_{1-12}-алкил (C_{1-12}-углеводороды), или, например, C_{1-9}-алкил (C_{1-9}-углеводороды), или, например, C_{1-6}-алкил (C_{1-6}-углеводороды).

В некоторых вариантах осуществления спирт может представлять собой алкениловый спирт, предпочтительно имеющий формулу R^c-OH, в кой R^c представляет алкенил, как здесь определено.

Термин «алкенил» или «C_{2-30}-алкенил», как здесь применяемый, подразумевает нормальный, вторичный или третичный, линейный, разветвленный или нециклический C_2-C_{30}-углеводород по меньшей мере с одним участком ненасыщенности (обычно от 1 до 3, предпочтительно с 1), а именно, с углерод-углеродной двойной связью в состоянии sp2-гибридизации. Примеры включают, но без ограничения этим: этилен или винил (-$CH{=}CH_2$), аллил (-$CH_2CH{=}CH_2$), и 5-гексенил (-$CH_2CH_2CH_2CH_2CH{=}CH_2$). Двойная связь может быть в цис- или транс-конфигурации. В конкретных вариантах осуществления термин «алкенил» подразумевает C_{2-22}-алкенил (C_{2-22}-углеводороды), или C_{8-26}-алкенил (C_{8-26}-углеводороды), или C_{2-18}-алкенил (C_{2-18}-углеводороды), и, например, C_{2-6}-алкенил (C_{2-6}-углеводороды), как дополнительно определено здесь выше, по меньшей мере с одним участком ненасыщенности (обычно от 1 до 3, предпочтительно с 1), а именно, с углерод-углеродной двойной связью в состоянии sp2-гибридизации. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления ненасыщенный спирт может быть выбран из группы, включающей этенол (виниловый спирт), 1-пропен-2-ол (проп-1-ен-2-ол), 2-пропен-1-ол (проп-2-ен-1-ол, аллиловый спирт), 3-бутен-1-ол (аллилкарбинол), 3-бутен-2-ол (метилвинилкарбинол), 4-пентен-1-ол, 3-метил-3-бутен-1-ол (изопренол), 5-гексен-1-ол. Могут быть возможными другие непредельные спирты. В еще одних дополнительных предпочтительных вариантах осуществления могут быть использованы этенол (виниловый спирт) и/или 3-бутен-1-ол (аллилкарбинол).

В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащая органическая

молекула включает жирную кислоту. В некоторых вариантах осуществления жирная кислота может представлять собой карбоновую кислоту с насыщенной или ненасыщенной алифатической цепью. В некоторых вариантах осуществления цепь жирной кислоты может иметь от 8 до 26 атомов углерода, хотя также существуют жирные кислоты, имеющие цепи с меньшим или бóльшим числом атомов углерода. В некоторых вариантах осуществления жирная кислота может быть получена из триглицеридов из природного источника, такого как жиры и масла, находящиеся в растениях. В некоторых вариантах осуществления насыщенная жирная кислота включает каприловую кислоту, капроновую кислоту, лауриновую кислоту, миристиновую кислоту, пальмитиновую кислоту, стеариновую кислоту, арахидовую кислоту, бегеновую кислоту, лигноцериновую кислоту, и/или церотиновую кислоту. Возможны другие насыщенные жирные кислоты. В некоторых вариантах осуществления насыщенная жирная кислота может быть пальмитиновой и/или стеариновой кислотой. В некоторых вариантах осуществления ненасыщенная жирная кислота включает миристолеиновую кислоту, пальмитолеиновую кислоту, сапиеновую кислоту, олеиновую кислоту, элаидиновую кислоту, вакценовую кислоту, линолевую кислоту, арахидоновую кислоту, и/или эруковую кислоту. Возможны другие ненасыщенные жирные кислоты. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления ненасыщенная жирная кислота может представлять собой олеиновую и/или линолевую кислоту.

В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащая органическая молекула включает алифатический спирт. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт представляет собой спирт с насыщенной или ненасыщенной алифатической цепью. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт представляет собой спирт, имеющий формулу R^d-OH, в которой R^d представляет алкил или алкенил, как здесь определено выше. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может представлять собой алифатический спирт, обычно содержащий цепь из 8-26 атомов углерода, хотя также существуют алифатические спирты с меньшим или бóльшим числом атомов углерода. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может быть получен из природного источника, такого как жиры и масла, находящиеся в растениях. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может быть получен из сложного эфира жирной кислоты. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может быть получен реакцией сложного эфира жирной кислоты с газообразным водородом (H_2) при повышенных температуре и давлении. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может быть получен реакцией сложного эфира жирной кислоты с газообразным водородом (H_2) в сверхкритических условиях. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт включает каприловый спирт (1-октанол), пеларгоновый спирт (1-нонанол), каприновый спирт (1-деканол), ундециловый спирт (1-ундеканол), лауриловый спирт (1-додеканол), миристиловый спирт (1-тетрадеканол), цетиловый спирт (1-гексадеканол), пальмитолеиловый спирт (цис-9-гексадецен-1-ол), стеариловый спирт (1-октадеканол),

олеиловый спирт (1-октадеценол), арахиниловый спирт (1-эйкозанол), бегениловый спирт (1-докозанол), эруциловый спирт (цис-13-докозен-1-ол), и/или цериловый спирт (1-гексакозанол). В некоторых предпочтительных вариантах осуществления алифатический спирт может представлять собой лауриловый, стеариловый или олеиловый спирт.

В некоторых вариантах осуществления источник кремнезема, в дополнение к введению в реакцию с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами с образованием алкоксидов кремния, также может быть введен в реакцию с органическим полимером. Реакция источника кремнезема с органическим полимером может быть проведена одновременно или последовательно (в любом порядке) с реакцией источника кремнезема с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами. Таким образом, в некоторых предпочтительных вариантах осуществления органический полимер может связываться с одним или многими оксидами кремния во время образования смеси алкоксидов кремния. Органический полимер может включать по меньшей мере две, и обычно многие функциональные группы, способные образовывать ковалентный продукт присоединения (аддукт) с оксидом кремния. Органический полимер тем самым может быть способен механически упрочнять сетчатую структуру кремнезема посредством сшивающих силанольных групп, в частности, таких как несмежные силанольные группы. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может быть частично гидрофобизировать сетчатую структуру кремнезема устранением свободных силанольных групп. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может включать полимер, образованный из изоцианата, эпоксида, амина, карбоновой кислоты или спирта. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления органический полимер может включать полиол, полиакрилат, и/или поливинильное производное. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления полимер может включать полиол. В некоторых других предпочтительных вариантах осуществления полимер может включать поливиниловый спирт и/или поливинилацетат. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может быть материалом на биологической основе. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления органический полимер может быть получен из биологических отходов. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления полимер может включать лигнин.

В некоторых вариантах осуществления реакция гидроксилсодержащих органических молекул, и предпочтительно по меньшей мере двух различных гидроксилсодержащих органических молекул, с оксидами кремния, такими, как здесь описываемые, может приводить к образованию смеси алкоксидов кремния. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать алкоксиды кремния более чем одного типа. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления источник кремнезема может быть введен в реакцию со смесью, включающей

i) метанол и/или этанол, и

ii) один или многие C_3-C_5-спирты, такие как C_3-C_5-спирты, выбранные из группы, включающей изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, амиловый

спирт,

iii) необязательно, жирную кислоту и/или алифатический спирт, предпочтительно, как здесь определено, и

iv) необязательно, органический полимер, предпочтительно, как здесь определено, предпочтительно полиол.

В некоторых вариантах осуществления молярное отношение i) метанола и/или этанола к ii) одному или многим C_3-C_5-спиртам в смеси составляет между 1:1 и 4:1, предпочтительно между 2:1 и 3:1.

В некоторых вариантах осуществления алкоксид кремния включает по меньшей мере две различных группы, таких как две различных алкоксигруппы. В некоторых вариантах осуществления алкоксигруппа может быть сформирована спиртом, и может включать метокси-, этокси-, изопропокси-, н-пропокси-, трет-бутокси-, втор-бутокси, н-бутокси-, н-пентокси-, н-гексоксигруппу, и/или представлять собой алкоксигруппу от жирной кислоты/сложного эфира, и/или быть алкоксигруппой от алифатического спирта.

В некоторых вариантах осуществления по меньшей мере одна алкоксигруппа может быть образована жирной кислотой/сложным эфиром или алифатическим спиртом, используемыми в качестве гидроксилсодержащей органической молекулы в пределах настоящего изобретения. Возможны другие алкоксигруппы. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления алкоксид кремния включает

i) метоксигруппу и/или этоксигруппу, и

ii) одну или многие C_3-C_5-алкоксигруппы, такие как одна или многие C_3-C_5-алкоксигруппы, выбранные из группы, включающей изопропоксигруппу, н-пропоксигруппу, трет-бутоксигруппу, втор-бутоксигруппу, н-бутоксигруппу, и амилоксигруппу, и

iii) необязательно, группу сложного эфира жирной кислоты и/или группу алифатического спирта.

В некоторых предпочтительных вариантах осуществления алкоксид кремния включает метоксигруппу.

В некоторых предпочтительных вариантах осуществления алкоксид кремния включает изопропоксигруппу.

В некоторых особенно предпочтительных вариантах осуществления алкоксид кремния включает трет-бутоксигруппу.

В некоторых предпочтительных вариантах осуществления алкоксид кремния включает метоксигруппу и изопропоксигруппу.

В некоторых особенно предпочтительных вариантах осуществления алкоксид кремния включает метоксигруппу и трет-бутоксигруппу.

В некоторых вариантах осуществления для получения алкоксидов кремния могут быть предпочтительными метоксигруппы.

В некоторых вариантах осуществления в смеси алкоксидов кремния могут присутствовать алкоксиды кремния, включающие 2 или более различных алкоксигрупп. В

некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 10 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 20 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 30 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 40 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 50 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 60 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 70 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 80 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 90 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 95 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 98 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 99 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать около 100 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов кремния может включать более 100 мол.% алкоксида кремния с 2 или более различными алкоксигруппами.

В некоторых вариантах осуществления индивидуальные алкоксиды могут быть выделены из смеси способами разделения, включающими дистилляцию. В некоторых вариантах осуществления для идентификации различных алкоксидов в смеси может быть использован метод ядерного магнитного резонанса (ЯМР, NMR). В некоторых вариантах осуществления различные алкоксиды кремния и алкоксигруппы на алкоксидах кремния могут быть идентифицированы и количественно оценены по химическим сдвигам в ^{1}H-ЯМР-спектрах, ^{13}C-ЯМР-спектрах, ^{29}Si-ЯМР-спектрах, и количественным характеристикам ЯМР.

В некоторых вариантах осуществления для идентификации различных алкоксидов в смеси может быть применен метод инфракрасной спектроскопии на основе преобразования Фурье (FTIR). Специалисту с обычной квалификацией в этой области технологии было бы известно, как получить и проанализировать FTIR-спектры.

В некоторых вариантах осуществления для идентификации различных алкоксидов в смеси может быть применен метод газовой хроматографии-масс-спектрометрии (GC-MS). Специалисту с обычной квалификацией в этой области технологии было бы известно, как получить и проанализировать GC-MS-спектры.

В некоторых вариантах осуществления одна или многие гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть введены в реакцию с оксидом кремния из содержащего кремнезем сырьевого материала с образованием алкоксида кремния, которая может быть продолжена, если сразу же и непрерывно удалять из системы воду как побочный продукт. В некоторых вариантах осуществления вода может быть удалена из системы посредством осушителя (влагопоглотителя), дегидратирующего агента, нейтрализатора воды, акцепторов протонов, или их комбинацией. В некоторых вариантах осуществления вода может быть удалена с помощью осушителя. В некоторых вариантах осуществления термин «осушитель» может подразумевать также «дегидратирующий агент». В некоторых вариантах осуществления дегидратирующий агент может быть органическим или неорганическим. В некоторых вариантах осуществления в качестве дегидратирующего агента могут быть использованы молекулярные сита. В некоторых вариантах осуществления в качестве молекулярных сит могут быть применены цеолиты. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления могут быть использованы молекулярные сита с диаметром пор в диапазоне 1-5 Å. В некоторых еще дополнительных более предпочтительных вариантах осуществления могут быть применены молекулярные сита с диаметром пор 3 Å. В некоторых вариантах осуществления неорганический дегидратирующий агент включает оксид алюминия (Al_2O_3), оксид кальция (CaO), оксид натрия (Na_2O), оксид калия (K_2O), оксид магния (MgO), хлорид кальция ($CaCl_2$), сульфат кальция ($CaSO_4$), сульфат натрия (Na_2SO_4), и карбонат калия (K_2CO_3). Могут быть возможными другие осушители. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления в качестве дегидратирующего агента могут быть добавлены оксид кальция (CaO), оксид натрия (Na_2O), и/или оксид калия (K_2O). В некоторых вариантах осуществления молярное соотношение «неорганический дегидратирующий агент:кремнезем» может составлять около 1:1. В некоторых вариантах осуществления молярное соотношение «неорганический дегидратирующий агент:кремнезем» может составлять около 2:1. В некоторых вариантах осуществления молярное соотношение «неорганический дегидратирующий агент:кремнезем» может составлять около 3:1. В некоторых вариантах осуществления молярное соотношение «неорганический дегидратирующий агент:кремнезем» может составлять около 4:1. В некоторых вариантах осуществления молярное соотношение «неорганический дегидратирующий агент:кремнезем» может составлять около 5:1. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления молярное соотношение «неорганический дегидратирующий агент:кремнезем» может быть больше, чем около 0,1:1. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления молярное соотношение «неорганический дегидратирующий агент:кремнезем» может быть меньше, чем около 7:1. В некоторых предпочтительных

вариантах осуществления молярное соотношение «неорганический дегидратирующий агент:кремнезем» может быть около 3:1. В некоторых вариантах осуществления дегидратация системы с помощью оксида кальция (CaO), оксида натрия (Na_2O), оксида калия (K_2O) может приводить к образованию гидроксида кальция ($Ca(OH)_2$), гидроксида натрия (NaOH), гидроксида калия (KOH), соответственно. В некоторых вариантах осуществления израсходованный (то есть, гидратированный) дегидратирующий агент может быть восстановлен путем нагревания. В некоторых вариантах осуществления может быть повторно использован регенерированный дегидратирующий агент. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления может быть применен оксид кальция, который, когда гидратирован, может быть преобразован в гидроксид кальция. В некоторых вариантах осуществления гидроксид кальция может быть использован в качестве осно́вного катализатора для образования алкоксидов, а также для золь-гель-стадии для получения силикагелей. В некоторых других предпочтительных вариантах осуществления может быть применен оксид натрия, который, будучи гидратированным, может быть преобразован в гидроксид натрия. В некоторых вариантах осуществления гидроксид натрия может быть использован в качестве осно́вного катализатора для образования алкоксидов, а также для золь-гель-стадии для получения силикагелей. В некоторых других предпочтительных вариантах осуществления может быть применен оксид калия, который, будучи гидратированным, может быть преобразован в гидроксид калия. В некоторых вариантах осуществления гидроксид калия может быть использован в качестве осно́вного катализатора для образования алкоксидов, а также для золь-гель-стадии для получения силикагелей.

В некоторых вариантах осуществления вода может быть удалена с помощью нейтрализатора воды. В некоторых вариантах осуществления нейтрализатор воды включает ангидрид органической кислоты. В некоторых вариантах осуществления ангидрид органической кислоты может включать уксусный ангидрид, малеиновый ангидрид, янтарный ангидрид, пропионовый ангидрид, масляный ангидрид, изомасляный ангидрид, валериановый ангидрид, гексановый ангидрид, каприновый ангидрид, лауриновый ангидрид, миристиновый ангидрид, пальмитиновый ангидрид, стеариновый ангидрид, олеиновый ангидрид, и/или ангидрид циклогексанкарбоновой кислоты. Могут быть возможными другие ангидриды. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления в качестве ангидрида органической кислоты может быть использован уксусный ангидрид как нейтрализатор воды. В некоторых вариантах осуществления нейтрализатор воды включает кеталь. В некоторых вариантах осуществления нейтрализатор воды включает ацеталь. В некоторых вариантах осуществления ацетали могут представлять собой кетали. В некоторых вариантах осуществления ацеталь включает диметилацеталь ацетона (2,2-диметоксипропан), диэтилацеталь ацетона (2,2-диэтоксипропан), и/или диэтилацеталь пропионового альдегида (1,1-диэтоксипропан). В некоторых вариантах осуществления нейтрализатор воды включает нитрил. В некоторых вариантах осуществления нитрил включает ацетонитрил, бензонитрил, 2-цианопиридин,

и/или 2-фуронитрил. В некоторых вариантах осуществления нейтрализатор воды включает сложный эфир. В некоторых вариантах осуществления сложный эфир включает метилформиат, метилацетат, триметилортоформиат (триметоксиметан), триметоксиэтан, и/или метилтрихлорацетат. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления нейтрализатор воды может включать диметилацеталь ацетона (2,2-диметоксипропан), и/или триметилортоформиат (триметоксиметан). В некоторых предпочтительных вариантах осуществления в качестве нейтрализатора воды может быть использован диметилацеталь ацетона (2,2-диметоксипропан).

В некоторых вариантах осуществления одна или многие гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть введены в реакцию с оксидом кремния из содержащего кремнезем сырьевого материала с образованием алкоксида кремния, которая может быть продолжена, если удалять ион водорода (H^+), который в противном случае реагировал бы с гидроксидом (OH-) с образованием воды как побочного продукта, который может сдвигать химическое равновесие реакции влево. В некоторых вариантах осуществления может быть использован акцептор протона. В некоторых вариантах осуществления акцептор протона может представлять собой молекулу, способную связывать ион водорода (протон, H^+). В некоторых вариантах осуществления в качестве акцептора протона может быть применен эпоксид. В некоторых вариантах осуществления эпоксид может включать этиленоксид, пропиленоксид, 1,2-эпоксибутан, 2,3-эпоксибутан, эпихлоргидрин, фенилэтиленоксид (стиролоксид), диоксид винилциклогексена, 2,3-эпоксипропанол, диметилоксиран, триметиленоксид, диметилоксетан. Могут быть возможными другие эпоксиды. В некоторых вариантах осуществления может быть использована комбинация эпоксидов. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления может быть применен пропиленоксид. В некоторых вариантах осуществления в качестве акцептора протона может быть использован аммиак (NH_3). В некоторых вариантах осуществления в результате удаления ионов водорода (H^+) и образования гидроксида (OH^-) добавление воды может приводить к основнокатализируемому гидролизу, который может обусловливать образование золя.

В некоторых вариантах осуществления одна или многие гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть введены в реакцию с оксидом кремния из содержащего кремнезем сырьевого материала с образованием алкоксида кремния, которая может быть проведена в присутствии катализатора, такого как катализатор, включающий, или выбранный из них, основание, соль аммония, фторидное соединение, и их смеси. В некоторых вариантах осуществления основание может быть выбрано из группы производного щелочного металла, производного щелочноземельного металла, аммиака, гидроксида аммония, первичного амина, вторичного амина, третичного амина, четвертичного аммониевого соединения, соли аммония. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой производное щелочного металла или производное щелочноземельного металла, или комбинацию их обоих. В некоторых вариантах осуществления производное щелочного металла может представлять собой

гидроксид щелочного металла. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления производное щелочного металла может включать гидроксид лития (LiOH), гидроксид натрия (NaOH), гидроксид калия (KOH), и/или гидроксид цезия (CsOH). В некоторых вариантах осуществления производное щелочного металла может представлять собой карбонат щелочного металла. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления карбонат щелочного металла включает карбонат лития (Li_2CO_3), карбонат натрия (Na_2CO_3), карбонат калия (K_2CO_3), и/или карбонат цезия (Cs_2CO_3). В некоторых вариантах осуществления производное щелочноземельного металла может представлять собой гидроксид щелочноземельного металла. В некоторых вариантах осуществления гидроксид щелочноземельного металла может включать гидроксид бериллия ($Be(OH)_2$), гидроксид магния ($Mg(OH)_2$), гидроксид кальция ($Ca(OH)_2$), гидроксид стронция ($Sr(OH)_2$), гидроксид бария ($Ba(OH)_2$), и/или гидроксид радия ($Ra(OH)_2$). В некоторых вариантах осуществления для формирования алкоксида могут быть применены одно или многие основания. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления формирование алкоксида может быть проведено в присутствии гидроксида натрия или гидроксида калия. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой первичный амин. В некоторых вариантах осуществления первичный амин может включать метиламин, этиламин, пропиламин, бутиламин, пентиламин, гексиламин, октиламин, дециламин, 2-метилпропан-2-амин, 2-аминопентан, анилин, аллиламин, трис(гидроксиметил)аминометан, 4,4'-оксидианилин, и/или 2,2'-диметилбензидин. Могут быть возможными другие первичные амины. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой вторичный амин. В некоторых вариантах осуществления вторичный амин может включать диметиламин, диэтиламин, этилметиламин, N-метилпропиламин, N-метилбутиламин, диизопропиламин, дибутиламин, дигексиламин, диоктиламин, дидециламин, дифениламин, диаллиламин, пирролидин, и/или аллилциклогексиламин. Могут быть возможными другие вторичные амины. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой третичный амин. В некоторых вариантах осуществления третичный амин может включать триметиламин, триэтиламин, трипропиламин, трибутиламин, тригексиламин, триоктиламин, триизооктиламин, N, N-диметилэтиламин, N, N-диэтилметиламин, N, N-диметилпропиламин, этилендиаминтетрауксусную кислоту, 3-диметиламино-1-пропанол, триэтаноламин. Могут быть возможными другие третичные амины. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой четвертичное производное амина. В некоторых вариантах осуществления четвертичное производное амина может включать гидроксид тетраметиламмония, гидроксид тетраэтиламмония, гидроксид тетрапропиламмония, гидроксид тетраизопропиламмония, гидроксид тетрабутиламмония, и/или гидроксид дидецилдиметиламмония. Могут быть возможными другие четвертичные производные аминов. В некоторых вариантах осуществления для образования алкоксида может быть использована соль аммония в качестве катализатора. В некоторых вариантах осуществления соль аммония может включать бромид аммония, карбонат аммония,

хлорид аммония, иодид аммония, сульфат аммония. В некоторых вариантах осуществления соль аммония может включать четвертичную соль аммония, включающую бромид тетраметиламмония, карбонат тетраметиламмония, хлорид тетраметиламмония, иодид тетраметиламмония, сульфат тетраметиламмония, бромид тетраэтиламмония, карбонат тетраэтиламмония, хлорид тетраэтиламмония, иодид тетраэтиламмония, сульфат тетраэтиламмония, бромид тетрапропиламмония, карбонат тетрапропиламмония, хлорид тетрапропиламмония, иодид тетрапропиламмония, сульфат тетрапропиламмония, бромид тетраизопропиламмония, карбонат тетраизопропиламмония, хлорид тетраизопропиламмония, иодид тетраизопропиламмония, сульфат тетраизопропиламмония, бромид дидецилдиметиламмония, карбонат дидецилдиметиламмония, хлорид дидецилдиметиламмония, иодид дидецилдиметиламмония, сульфат дидецилдиметиламмония. Могут быть возможными другие соли аммония и четвертичные аммониевые соли. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления в качестве амина как основания могут быть применены диэтиламин или триэтиламин.

В некоторых вариантах осуществления в качестве катализатора для образования алкоксида может быть использовано фторидное соединение. В некоторых вариантах осуществления очищенный и/или измельченный источник кремнезема может быть подвергнут выщелачиванию в растворе, включающем фторидное соединение. В некоторых вариантах осуществления фторидное соединение может включать фторид лития (LiF), фторид натрия (NaF), фторид калия (KF), фторид бериллия (BeF_2), фторид магния (MgF_2), фторид кальция (CaF_2), фторид бария (BaF_2), фторид алюминия (AlF_3), фторид кадмия (CdF_2), фторид аммония (NH_4F), фторид тетраметиламмония, фторид тетраэтиламмония, фторид тетраизопропиламмония, фторид тетрабутиламмония. Могут быть возможными другие фторидные соединения. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления могут быть применены фторид натрия, фторид аммония, и/или фторид тетерабутиламмония.

В некоторых вариантах осуществления молярное отношение «катализатор:кремнезем» может составлять около 0,005:1, 0,01:1, 0,05:1, 0,1:1, 0,5:1, 1:1, 5:1, 10:1, 15:1. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления молярное отношение «катализатор:кремнезем» может быть больше, чем 0,001:1. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления молярное отношение «катализатор:кремнезем» может быть меньшим, чем 20:1.

В некоторых вариантах осуществления реакция гидроксилсодержащих органических молекул с оксидами кремния для образования алкоксидов кремния может протекать в присутствии диоксида углерода. В некоторых вариантах осуществления диоксид углерода может ускорять реакцию гидроксилсодержащих органических молекул с оксидами кремния. В некоторых вариантах осуществления диоксид углерода может реагировать со спиртами с образованием производного алкилкарбоната. В некоторых вариантах осуществления производное алкилкарбоната может реагировать с оксидами

кремния с образованием алкоксидов кремния. В некоторых вариантах осуществления диоксид углерода может быть введен непосредственно в систему в виде газа из баллона. В некоторых вариантах осуществления диоксид углерода может быть введен в систему в виде сверхкритической жидкости. В некоторых вариантах осуществления диоксид углерода может быть введен в систему непосредственно в твердом состоянии (сухого льда). В некоторых вариантах осуществления диоксид углерода может быть введен в систему косвенно посредством карбонатного производного, мочевины (карбамида), или их обоих. В некоторых вариантах осуществления диоксид углерода может выделяться в результате реакции алкилкарбоната с источником кремнезема. В некоторых вариантах осуществления диоксид углерода может быть выделен и использован повторно. В некоторых вариантах осуществления алкилкарбонат может служить как сшивающий агент для связывания аминного соединения с оксидами кремния. В некоторых вариантах осуществления производное амина может быть выбрано из группы производноых первичных аминов, вторичных аминов, третичных аминов. В некоторых вариантах осуществления производное амина может быть первичным амином. В некоторых вариантах осуществления первичный амин может включать метиламин, этиламин, пропиламин, бутиламин, пентиламин, гексиламин, октиламин, дециламин, 2-метилпропан-2-амин, 2-аминопентан, анилин, аллиламин, трис(гидроксиметил)аминометан, 4,4’-оксидианилин, и/или 2,2’-диметилбензидин. Могут быть возможными другие первичные амины. В некоторых вариантах осуществления производное амина может представлять собой вторичный амин. В некоторых вариантах осуществления вторичный амин может включать диметиламин, диэтиламин, этилметиламин, N-метилпропиламин, N-метилбутиламин, диизопропиламин, дибутиламин, дигексиламин, диоктиламин, дидециламин, дифениламин, диаллиламин, пирролидин, и/или аллилциклогексиламин. Могут быть возможными другие вторичные амин. В некоторых вариантах осуществления производное амина может представлять собой третичный амин. В некоторых вариантах осуществления третичный амин может включать триметиламин, триэтиламин, трипропиламин, трибутиламин, тригексиламин, триоктиламин, триизооктиламин, N, N-диметилэтиламин, N, N-диэтилметиламин, N, N-диметилпропиламин, этилендиаминтетрауксусную кислоту, 3-диметиламино-1-пропанол, и/или триэтаноламин. Могут быть возможными другие третичные амины. В некоторых вариантах осуществления алкильная и/или арильная группа производного амина повышает гидрофобность оксидов кремния. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления связанное производное амина может быть таким же соединением, как аминное основание, используемое для образования алкоксидов кремния, для получения золь-гель-материала, или их обоих.

В некоторых вариантах осуществления реакция гидроксилсодержащих органических молекул с оксидами кремния может быть проведена в реакторе периодического действия, баковом реакторе с непрерывным перемешиванием, в серии реакторов непрерывного действия с перемешиванием, в реакторе с пульсирующим

потоком, или в их комбинации. В некоторых вариантах осуществления реакция гидроксилсодержащих органических молекул с оксидами кремния может быть проведена в реакторе периодического действия, баковом реакторе с непрерывным перемешиванием или реакторе с пульсирующим потоком. Могут быть возможными другие реакторы. В некоторых вариантах осуществления в реакторе может быть достигнуты оптимальные условия реакции, включающие давление, температуру, объем, время пребывания, концентрацию реагентов/продуктов, энтальпию, внутреннюю энергию, величину расхода потока. В некоторых вариантах осуществления реактору может быть придана способность проводить дегидратацию, включающую водоотделительную пленку, дистилляционную колонну, или (внешние) молекулярные сита. В некоторых вариантах осуществления реактор периодического действия может быть использован для получения алкоксидов кремния. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления реактор периодического действия представляет собой толстостенный резервуар высокого давления, такой как автоклав. В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы, оксид кремния, дегидратирующее вещество, основание и другие реагенты могут быть введены в реактор периодического действия одновременно или в определенном последовательном порядке добавления. В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы, дегидратирующее вещество, основание и другие реагенты и/или добавки могут быть поданы в реактор периодического действия и смешаны перед добавлением оксида кремния. В некоторых вариантах осуществления реактор может быть заполнен диоксидом углерода. В некоторых вариантах осуществления может быть применен баковый реактор с непрерывным перемешиванием. В некоторых вариантах осуществления оксид кремния, основание, добавки могут быть введены в реактор при перемешивании, с последующим непрерывным добавлением смеси гидроксилсодержащих органических молекул и дегидратирующего агента, в жидкостной или парообразной форме. В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы и дегидратирующий агент могут быть смешаны заранее в еще одном баковом реакторе с непрерывным перемешиванием. В некоторых вариантах осуществления может быть применен реактор с пульсирующим потоком. В некоторых вариантах осуществления оксид кремния, основание, добавки могут быть введены в реактор при перемешивании, с последующим непрерывным добавлением смеси гидроксилсодержащих органических молекул и дегидратирующего агента, в жидкостной или парообразной форме. В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы и дегидратирующий агент могут быть объединены с потоком диоксида углерода. В некоторых вариантах осуществления может быть использован газ-носитель для подачи гидроксилсодержащих органических молекул, дегидратирующего агента и диоксида углерода в реактор. В некоторых вариантах осуществления газом-носителем может быть диоксид углерода, или же другие инертные газы, в том числе газообразные азот и аргон. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления газ-носитель может представлять

собой диоксид углерода. В некоторых вариантах осуществления образование и выделение алкоксидов кремния могут проводиться непрерывно.

В некоторых вариантах осуществления одна или многие гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть введены в реакцию с оксидом кремния из содержащего кремнезем сырьевого материала с образованием алкоксида кремния, которая может протекать, если реакцию проводят при повышенном давлении. В некоторых вариантах осуществления давление при реакции может быть выше, чем атмосферное давление (0,101325 МПа). В некоторых вариантах осуществления давление при реакции может быть выше, чем 1 МПа. В некоторых вариантах осуществления давление при реакции может составлять 20 МПа или менее. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления давление при реакции может составлять около 1-10 МПа.

В некоторых вариантах осуществления одна или многие гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть введены в реакцию с оксидом кремния из содержащего кремнезем сырьевого материала с образованием алкоксида кремния, которая может протекать, если реакцию проводят при повышенной температуре. В некоторых вариантах осуществления температура реакции может составлять 60°С или выше. В некоторых вариантах осуществления температура реакции может составлять 80°С или выше. В некоторых вариантах осуществления температура реакции может составлять 500°С или ниже. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления температура реакции может быть в диапазоне около 100-300°С.

В некоторых вариантах осуществления реакция гидроксилсодержащих органических молекул с оксидами кремния может быть проведена с помощью диэлектрического нагрева. В некоторых вариантах осуществления диэлектрический нагрев может быть назван нагревом в результате воздействия электромагнитных волн. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления электромагнитные волны, обеспечивающие диэлектрический нагрев, представляют собой микроволны. В некоторых вариантах осуществления диэлектрический нагрев включает нагревание посредством микроволнового излучения. В некоторых вариантах осуществления облучение переменными электромагнитными волнами, такими как микроволны, может побуждать молекулы жидкости вращаться и выстраиваться вдоль их электрических диполей. В некоторых вариантах осуществления усиление общих колебаний молекул может приводить к выделению тепла. В некоторых вариантах осуществления может быть создано магнетроном. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления частота излучения может быть между 0,5 ГГц и 5 ГГц. В некоторых вариантах осуществления мощность микроволнового излучения может быть между около 200-700 Вт. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления мощность микроволнового излучения может быть около 400-600 Вт.

В некоторых вариантах осуществления смесь гидроксилсодержащих органических молекул и оксидов кремния (и любых добавок) может быть подвергнута ультразвуковой обработке для подведения энергии для химической реакции с образованием алкоксидов. В

некоторых вариантах осуществления ультразвуковая обработка может вызывать акустическую кавитацию. В некоторых вариантах осуществления акустическая кавитация может обусловливать образование быстро исчезающих полостей, которые могут создавать высокие температуры и давления. В некоторых вариантах осуществления ультразвуковая обработка может создавать кавитационные пузырьки в растворе, которые могут расти и схлопываться. В некоторых вариантах осуществления схлопывание кавитационных пузырьков может иметь результатом возникновение кратковременных, локальных и короткоживущих пятен высоких давления и температуры. В некоторых вариантах осуществления в образованных центрах с высокими давлением и температурой атомы и радикалы могут объединяться. В некоторых вариантах осуществления схлопывание кавитационных пузырьков может проводить к ударным волнам, которые могут распространяться по всему раствору. В некоторых вариантах осуществления возникающие ударные волны могут улучшать однородность раствора. В некоторых вариантах осуществления ультразвуковая обработка может инициировать реакцию одной или многих гидроксилсодержащих органических молекул с оксидом кремния из содержащего кремнезем сырья с образованием алкоксида кремния. В некоторых вариантах осуществления ультразвуковая обработка также может улучшать экстракцию оксидов кремния из содержащего кремнезем сырьевого материала. В некоторых вариантах осуществления зуковые волны, создаваемые во время ультразвуковой обработки, могут быть генерированы ультразвуковым устройством. В некоторых вариантах осуществления звуковые волны, создаваемые во время ультразвуковой обработки, могут быть генерированы акустическим зондом. В некоторых вариантах осуществления звуковые волны, создаваемые во время ультразвуковой обработки, могут быть созданы в ультразвуковой бане. В некоторых вариантах осуществления звуковые волны могут иметь частоту около 20 кГц. В некоторых вариантах осуществления звуковые волны могут иметь частоту выше 20 кГц, что также называется «ультразвуковой обработкой». В некоторых вариантах осуществления ультразвуковая обработка может быть предпочтительной. В некоторых вариантах осуществления частоты ультразвука могут быть подведены с использованием ультразвукового зонда или ультразвуковой бани.

В некоторых вариантах осуществления время реакции, в течение которого гидроксилсодержащие органические молекулы реагируют с оксидами кремния с образованием алкоксидов кремния, может составлять 1 час или более. В некоторых вариантах осуществления время реакции, в течение которого гидроксилсодержащие органические молекулы реагируют с оксидами кремния с образованием алкоксидов кремния, может составлять более 4 часов. В некоторых вариантах осуществления время реакции, в течение которого гидроксилсодержащие органические молекулы реагируют с оксидами кремния с образованием алкоксидов кремния, может составлять более 8 часов. В некоторых вариантах осуществления время реакции, в течение которого гидроксилсодержащие органические молекулы реагируют с оксидами кремния с образованием алкоксидов кремния, может быть более 12 часов. В некоторых вариантах

осуществления время реакции, в течение которого гидроксилсодержащие органические молекулы реагируют с оксидами кремния с образованием алкоксидов кремния, может быть менее 120 часов. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления время реакции, в течение которого гидроксилсодержащие органические молекулы реагируют с оксидами кремния с образованием алкоксидов кремния, может составлять менее 72 часов.

В некоторых вариантах осуществления смесь, включающая оксиды кремния, гидроксилсодержащие органические молекулы и добавки, может иметь концентрацию кремнезема в диапазоне от около 1 до 15 вес.% (процентов по массе). В некоторых предпочтительных вариантах осуществления смесь, включающая оксиды кремния, гидроксилсодержащие органические молекулы и добавки, может иметь концентрацию кремнезема менее 10 вес.%.

В некоторых вариантах осуществления алкоксиды могут быть сформированы с выходом 50%. В некоторых вариантах осуществления алкоксиды могут быть образованы с выходом 60%. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления алкоксиды могут быть сформированы с выходом 80% или выше. В некоторых еще более предпочтительных вариантах осуществления алкоксиды могут быть сформированы с выходом 90% или выше.

В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов может быть преобразована в золь. В некоторых вариантах осуществления золь может включать коллоидальную суспензию, в которой твердые наноструктуры диспергированы в сплошной жидкостной фазе. В некоторых вариантах осуществления твердые наноструктуры включают наночастицы, нанотрубки, нанопластинки, олигомеры, и/или полимерные агрегаты. Возможны другие твердые наноструктуры. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления олигомеры и полимерные агрегаты могут быть предпочтительными как твердая фаза золя. В некоторых вариантах осуществления золь может быть преобразован в гель. В некоторых вариантах осуществления гель может включать коллоидальную систему, которая может состоять из сплошной наноструктурированной твердой трехмерной (3D) сетчатой структуры, заключающей в себе диспергированную сплошную жидкостную фазу. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления формирование золя может начинаться непосредственно после образования смеси алкоксидов. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления формирование геля может начинаться непосредственно после образования золя.

В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов может быть преобразована в золь путем гидролиза и реакций конденсации. В некоторых вариантах осуществления смесь алкоксидов может быть преобразована в золь в результате агрегирования наночастиц. В некоторых вариантах осуществления гидролиз может включать замещение алкоксидных групп (-OR) на реакционноспособные гидроксильные группы (-OH). В некоторых вариантах осуществления гидролиз может происходить в присутствии воды. В некоторых вариантах осуществления молярное отношение «вода/кремний» может варьировать между около 0,5 и 50. В некоторых вариантах

осуществления молярное отношение «вода/кремний» может быть выше, чем около 1. В некоторых вариантах осуществления молярное отношение «вода/кремний» может быть ниже, чем около 50. В некоторых вариантах осуществления молярное отношение «вода/кремний» может ниже, чем около 35. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления молярное отношение «вода/кремний» может варьировать между около 1 до 10.

В некоторых вариантах осуществления гидролиз алкоксида может быть катализирован. В некоторых вариантах осуществления гидролиз алкоксида может быть катализирован кислотой. В некоторых вариантах осуществления кислота включает соляную кислоту, серную кислоту, азотную кислоту, плавиковую кислоту, иодистоводородную кислоту, бромоводородную кислоту, фосфорную кислоту, уксусную кислоту, щавелевую кислоту, лимонную кислоту, и/или муравьиную кислоту. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления могут быть использованы соляная кислота, азотная кислота, серная кислота или уксусная кислота.

В некоторых вариантах осуществления гидролиз алкоксида может быть катализирован основанием. В некоторых вариантах осуществления основание может быть выбрано из группы гидроксида щелочного металла, гидроксида щелочноземельного металла, аммиака, гидроксида аммония, первичного амина, вторичного амина, третичного амина, четвертичного аммониевого соединения. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой производное щелочного металла или производное щелочноземельного металла, или комбинациию их обоих. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления производное щелочного металла может быть гидроксидом щелочного металла, включающим гидроксид лития ($LiOH$), гидроксид натрия ($NaOH$), гидроксид калия (KOH), и/или гидроксид цезия ($CsOH$). В некоторых предпочтительных вариантах осуществления производное щелочноземельного металла может представлять собой производное щелочноземельного металла, включающее гидроксид бериллия ($Be(OH)_2$), гидроксид магния ($Mg(OH)_2$), гидроксид кальция ($Ca(OH)_2$), гидроксид стронция ($Sr(OH)_2$), гидроксид бария ($Ba(OH)_2$), и/или гидроксид радия ($Ra(OH)_2$). В некоторых вариантах осуществления одно или многие основания могут быть использованы для гидролиза алкоксида. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления гидролиз алкоксида может быть выполнен в присутствии гидроксида натрия или гидроксида калия. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой первичный амин. В некоторых вариантах осуществления первичный амин может включать метиламин, этиламин, пропиламин, бутиламин, пентиламин, гексиламин, октиламин, дециламин, 2-метилпропан-2-амин, 2-аминопентан, анилин, аллиламин, трис(гидроксиметил)аминометан, 4,4'-оксидианилин, и/или 2,2'-диметилбензидин. Могут быть возможными другие первичные амины. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой вторичный амин. В некоторых вариантах осуществления вторичный амин может включать диметиламин, диэтиламин, этилметиламин, N-метилпропиламин, N-метилбутиламин, диизопропиламин,

дибутиламин, дигексиламин, диоктиламин, дидециламин, дифениламин, диаллиламин, пирролидин, и/или аллилциклогексиламин. Могут быть возможными другие вторичные амины. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой третичный амин. В некоторых вариантах осуществления третичный амин может включать триметиламин, триэтиламин, трипропиламин, трибутиламин, тригексиламин, триоктиламин, триизооктиламин, N, N-диметилэтиламин, N, N-диэтилметиламин, N, N-диметилпропиламин, этилендиаминтетрауксусную кислоту, 3-диметиламино-1-пропанол, и/или триэтаноламин. Могут быть возможными другие третичные амины. В некоторых вариантах осуществления основание может представлять собой четвертичное производное амина. В некоторых вариантах осуществления четвертичное производное амина может включать гидроксид тетраметиламмония, гидроксид тетраэтиламмония, гидроксид тетрапропиламмония, гидроксид тетраизопропиламмония, гидроксид тетрабутиламмония, и/или гидроксид дидецилдиметиламмония. Могут быть возможными другие четвертичные производные аминов.

В некоторых вариантах осуществления гидролиз алкоксида может быть катализирован солью аммония. В некоторых вариантах осуществления соль аммония может включать бромид аммония, карбонат аммония, хлорид аммония, иодид аммония, сульфат аммония. В некоторых вариантах осуществления соль аммония может включать четвертичную соль аммония, включающую бромид тетраметиламмония, карбонат тетраметиламмония, хлорид тетраметиламмония, иодид тетраметиламмония, сульфат тетраметиламмония, бромид тетраэтиламмония, карбонат тетраэтиламмония, хлорид тетраэтиламмония, иодид тетраэтиламмония, сульфат тетраэтиламмония, бромид тетрапропиламмония, карбонат тетрапропиламмония, хлорид тетрапропиламмония, иодид тетрапропиламмония, сульфат тетрапропиламмония, бромид тетраизопропиламмония, карбонат тетраизопропиламмония, хлорид тетраизопропиламмония, иодид тетраизопропиламмония, сульфат тетраизопропиламмония, бромид дидецилдиметиламмония, карбонат дидецилдиметиламмония, хлорид дидецилдиметиламмония, иодид дидецилдиметиламмония, сульфат дидецилдиметиламмония. Могут быть возможными другие соли аммония и четвертичные аммониевые соли. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления в качестве амина как основания могут быть применены диэтиламин или триэтиламин.

В некоторых вариантах осуществления гидролиз алкоксида может быть катализирован фторидным соединением. В некоторых вариантах осуществления фторидное соединение может включать фторид лития (LiF), фторид натрия (NaF), фторид калия (KF), фторид бериллия (BeF_2), фторид магния (MgF_2), фторид кальция (CaF_2), фторид бария (BaF_2), фторид алюминия (AlF_3), фторид кадмия (CdF_2), фторид аммония (NH_4F), фторид тетраметиламмония, фторид тетраэтиламмония, фторид тетраизопропиламмония, фторид тетрабутиламмония. Могут быть возможными другие фторидные соединения. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления могут быть применены фторид натрия, фторид аммония и/или фторид тетрабутиламмония.

В некоторых вариантах осуществления гидратированная форма дегидратирующего агента, который был использован для непрерывного удаления воды, выделяющейся во время образования алкоксидов кремния, может изменять значение pH системы, когда воду опять добавляют в систему для инициирования гидролиза алкоксидов. В некоторых вариантах осуществления неорганический дегидратирующий агент может быть гидратирован с образованием осно́вного компонента, который может вызывать более основный гидролиз алкоксидов. Например, оксид кальция (CaO), оксид натрия (Na_2O), оксид калия (K_2O) могут быть гидратированы и превращены в гидроксид кальция ($Ca(OH)_2$), гидроксид натрия ($NaOH$), гидроксид калия (KOH), соответственно. В некоторых вариантах осуществления нейтрализатор воды, такой как ангидрид органической кислоты, может быть гидратирован с образованием кислотного компонента, который может инициировать менее осно́вный или даже кислотный гидролиз алкоксидов. Например, уксусный ангидрид может быть гидратирован и преобразован в уксусную кислоту. В некоторых вариантах осуществления нейтрализатор воды, такой как ацеталь, может быть использован и гидратирован до компонентов без существенной кислотной или осно́вной природы. Например, диметилацеталь ацетона (2,2-диметоксипропан) может быть гидратирован и преобразован в метанол и ацетон. В некоторых вариантах осуществления может быть использован акцептор протонов, такой как эпоксид, который вместо удаления воды может удалять протон (H^+), который в противном случае реагировал бы с гидроксидом (OH^-) с образованием воды как побочного продукта во время формирования алкоксидов. Например, могут быть использованы такие эпоксиды, как этиленоксид, пропиленоксид, 1,2-эпоксибутан и/или эпихлоргидрин. В некоторых вариантах осуществления в результате удаления ионов водорода (H^+) акцептором протонов и образования гидроксида (OH^-) может быть вызван более основный гидролиз алкоксидов. В некоторых вариантах осуществления дегидратирующий агент или комбинация дегидратирующих агентов могут быть выбраны на основе продукта(-ов), образованных после гидратации этих агентов, чтобы регулировать значение pH системы во время гидролиза алкоксидов.

В некоторых вариантах осуществления параллельно гидролизу алкоксидов могут протекать реакции конденсации. В некоторых вариантах осуществления реакции конденсации могут включать реакцию силанольных групп с образованием силоксановых связей. В некоторых вариантах осуществления диспергированные частицы в зо́ле могут образовывать агрегаты или олигомеры (малые полимеры). В некоторых вариантах осуществления, в первой стадии, агрегаты или олигомеры могут расти с дальнейшим агрегированием или полимеризацией, соответственно. В некоторых вариантах осуществления, во второй стадии, агрегаты или олигомеры могут связываться друг с другом с образованием сплошного кластера или сетчатой структуры, которые охватывают жидкость. В некоторых вариантах осуществления формирование и рост агрегатов и олигомеров могут происходить в результате реакций конденсации. В некоторых вариантах осуществления агрегирование и полимеризация могут включать образование

силоксановых связей. В некоторых вариантах осуществления образование сплошного кластера или сетчатой структуры, которые заключают в себе жидкость, может приводить к формированию геля. В некоторых вариантах осуществления образование сплошного кластера или сетчатой структуры, состоящих из наноструктур кремнезема, которые заключают в себе жидкость, может приводить к образованию силикагеля.

В некоторых вариантах осуществления реакции конденсации могут протекать после и/или во время основнокатализируемого гидролиза. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления гидролиз алкоксида и/или формирование силикагеля могут быть катализированы основанием, использованным для катализа образования алкоксида. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления образование алкоксидов, гидролиз алкоксидов и формирование силикагеля могут происходить последовательно в присутствии одного и того же катализатора. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления гидролиз алкоксидов и/или формирование силикагеля могут быть катализированы гидроксидом калия (KOH). В некоторых предпочтительных вариантах осуществления гидролиз алкоксидов и формирование силикагеля могут быть катализированы гидроксидом калия. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления образование алкоксидов, гидролиз алкоксидов и формирование силикагеля могут быть катализированы гидроксидом калия, гидроксидом натрия и/или аммиаком.

В некоторых вариантах осуществления гидролиз алкоксида кремния и/или формирование силикагеля могут быть проведены в присутствии поверхностно-активного вещества. В некоторых вариантах осуществления поверхностно-активное вещество может предотвращать разделение фаз между гидрофобными конденсатами и полярными соединениями. В некоторых вариантах осуществления поверхностно-активное вещество может включать анионное, катионное и/или неионное поверхностно-активное вещество, такое как поверхностно-активное вещество, выбранное из группы, включающей додецилсульфат натрия (SDS), бромид н-гексадецилтриметиламмония (CTAB), хлорид н-гексадецилтриметиламмония (CTAC), октилфениловый простой эфир полиоксиэтилена, нонилфениловый простой эфир полиоксиэтилена, монооктиловый простой эфир диэтиленгликоля, плуроник F-127, и их смеси. Могут быть возможными другие поверхностно-активные вещества.

В некоторых вариантах осуществления концентрация кремнезема в смеси алкоксидов может быть скорректирована перед преобразованием ее в золь, и впоследствии в гель. В некоторых вариантах осуществления концентрация кремнезема может быть повышена путем удаления некоторых из гидроксилсодержащих органических молекул. В некоторых вариантах осуществления удаленные гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть собраны и использованы для получения новых алкоксидов. В некоторых вариантах осуществления концентрация кремнезема в зóле может быть в диапазоне около 3-15 вес.% диоксида кремния. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления концентрация кремнезема в зóле может быть в диапазоне около 4-10 вес.% диоксида кремния.

В некоторых вариантах осуществления золь может быть сформирован в реакторе. В некоторых вариантах осуществления золь может быть образован заливанием смеси алкоксидов с гидроксилсодержащими органическими молекулами, катализатором, водой, добавками в реактор. В некоторых вариантах осуществления золь может быть сформирован заливанием смеси алкоксидов с гидроксилсодержащими органическими молекулами, катализатором, водой, добавками в реактор при непрерывном перемешивании. В некоторых вариантах осуществления перемешивание может приводить к более быстрому образованию золя. В некоторых вариантах осуществления перемешивание может обусловливать получение более однородного золя. В некоторых вариантах осуществления скорость перемешивания может быть в диапазоне от около 100 до 1000 об/мин. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления скорость перемешивания может быть в диапазоне от около 200 до 500 об/мин. В некоторых вариантах осуществления золь может быть сформирован в реакторе периодического действия. В некоторых вариантах осуществления золь может быть образован в баковом реакторе с непрерывным перемешиванием. В некоторых вариантах осуществления золь может быть образован в реакторе с пульсирующим потоком.

В некоторых вариантах осуществления золь может быть нагрет, чтобы улучшить и/или сохранять однородность. В некоторых вариантах осуществления нагревание может ускорять реакции гидролиза и/или конденсации. В некоторых вариантах осуществления золь может быть нагрет до температуры выше 30°C. В некоторых вариантах осуществления золь может быть нагрет до температуры в диапазоне от около 40°C до 150°C. В некоторых вариантах осуществления золь может быть нагрет до температуры менее 150°C. В некоторых вариантах осуществления золь может быть нагрет способом диэлектрического нагрева. В некоторых вариантах осуществления диэлектрический нагрев включает нагревание под действием микроволнового излучения.

Полученный золь может быть затем преобразован в гель, как часть способа получения аэрогеля. В некоторых вариантах осуществления преобразование золя в гель также может быть названо гелеобразованием. В некоторых вариантах осуществления преобразование золя в гель может занимать несколько секунд. В некоторых вариантах осуществления преобразование золя в гель может занимать несколько минут. В некоторых вариантах осуществления преобразование золя в гель может занимать около 15 минут или более. В некоторых вариантах осуществления преобразование золя в гель может занимать около 30 минут или более. В некоторых вариантах осуществления преобразование золя в гель может происходить в течение около 1 часа. В некоторых вариантах осуществления преобразование золя в гель может происходить в течение около 4 часов. В некоторых вариантах осуществления преобразование золя в гель может происходить в течение около 8 часов. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления преобразование золя в гель происходит в течение менее 12 часов.

В некоторых вариантах осуществления гелеобразование может происходить при температуре выше комнатной температуры. Специалистам с обычной квалификацией в

этой области технологии было бы понятно, что комнатная температура представляет собой температуру окружающей среды, в которой проводят высушивание. В некоторых вариантах осуществления комнатная температура может быть между около 20°С и около 25°С. В некоторых вариантах осуществления повышенная температура может обусловливать более быстрое гелеобразование. В некоторых вариантах осуществления повышенная температура может обеспечивать более однородное гелеобразование. В некоторых вариантах осуществления гелеобразование может происходить при температуре в диапазоне от около 30 до 60°С. В некоторых вариантах осуществления золь-гель-процесс может быть проведен путем диэлектрического нагрева. В некоторых вариантах осуществления диэлектрический нагрев включает нагревание микроволновым излучением.

В некоторых вариантах осуществления гелеобразование может происходить в том же реакторе, используемом для получения золя. В некоторых вариантах осуществления золь может быть подан в еще один реактор для образования геля. В некоторых вариантах осуществления гелеобразование может происходить при перемешивании. В некоторых вариантах осуществления перемешивание может обусловливать более быстрое гелеобразование. В некоторых вариантах осуществления перемешивание может обеспечивать более однородное гелеобразование. В некоторых вариантах осуществления скорость перемешивания может быть в диапазоне от около 100 до 1000 об/мин. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления скорость перемешивания может быть в диапазоне от около 200 до 500 об/мин. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления перемешивание может быть выполнено как начальная стадия во время гелеобразования, и может быть завершено перед достижением точки гелеобразования. В некоторых вариантах осуществления точка гелеобразования может подразумевать момент времени, в который резко возрастает вязкость золь-гель-материала.

В некоторых вариантах осуществления сетчатая структура силикагеля (и тем самым полученного из него аэрогеля) может быть механически упрочнена органическим полимером. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может реагировать с одним или многими агрегатами и/или олигомерами в зóле. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может реагировать с одним или многими агрегатами и/или олигомерами во время золь-гель-процесса. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может реагировать с охватывающим кластером во время золь-гель-процесса. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может реагировать с одной или многими оставшимися реакционноспособными функциональными группами на сетчатой структуре кремнезема в геле. В некоторых вариантах осуществления реакционноспособные функциональные группы могут включать гидроксильную, винильную, эпоксидную, аминную, сложноэфирную группы, алкильную цепь.

В некоторых вариантах осуществления органический полимер может связываться с оставшимися силанольными группами на сетчатой структуре кремнезема (каркасе) геля. В

некоторых вариантах осуществления устранение оставшихся силанольных групп на сетчатой структуре кремнезема реакциями с пространственно-затрудненными гидрофобными группами и/или органическими полимерами может предотвращать слипание друг с другом стенок пор (поперечин) кремнеземного каркаса при усадке геля во время сушки выпариванием. В некоторых вариантах осуществления устранение оставшихся силанольных групп на сетчатой структуре кремнезема в геле позволяет предотвратить, минимизировать или реверсировать усадку геля.

В некоторых вариантах осуществления органические полимеры могут быть встроены в сетчатую структуру кремнезема. В некоторых вариантах осуществления органические полимеры могут глубоко проникать в сетчатую структуру кремнезема. В некоторых вариантах осуществления органические полимеры могут конформно покрывать поверхности внутреннего контура сетчатой структуры кремнезема. В некоторых вариантах осуществления сетчатая структура кремнезема может быть армирована сшиванием с органическими полимерами. В некоторых вариантах осуществления сшивание может включать образование ковалентных связей между полимером и оксидом кремния в сетчатой структуре. В некоторых вариантах осуществления полимер может придавать сетчатой структуре кремнезема гибкость. В некоторых вариантах осуществления полимер может повышать ударную вязкость силика(аэро)геля. В некоторых вариантах осуществления полимер может увеличивать прочность силика(аэро)геля на сжатие. В некоторых вариантах осуществления полимер может повышать прочность силика(аэро)геля на изгиб. В некоторых вариантах осуществления упрочнение полимером может иметь результатом меньшую объемную усадку во время сушки геля выпариванием с образованием аэрогеля или ксерогеля. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может включать полимер, образованный из изоцианата, эпоксида, амина, карбоновой кислоты или спирта. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления органический полимер может включать полиол, полиакрилат и/или поливинильное производное. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления органический полимер может включать полиол. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления органический полимер может включать поливиниловый спирт и/или поливинилацетат.

В некоторых вариантах осуществления алкоксид кремния может содержать винильную группу, происходящую из непредельного спирта. В некоторых вариантах осуществления радикальная полимеризация винильных групп может протекать до, во время и/или после золь-гель-процесса (реакций гидролиза и конденсации). В некоторых вариантах осуществления радикальная полимеризация винильных групп на алкоксидах кремния, кремнеземных олигомерах и/или в сетчатой структуре кремнезема может приводить к механически упрочненным гелям и аэрогелям (или ксерогелям). В некоторых вариантах осуществления радикальная полимеризация винильных групп может быть инициирована в присутствии радикального инициатора, включающего азосоединение, органический пероксид, неорганический пероксид, галогенный инициатор, или любую

подходящую комбинацию инициаторов. В некоторых вариантах осуществления азосоединение может включать азобисизобутиронитрил (AIBN), 1,1'-азобисциклогексанкарбонитрил (ACHN). В некоторых вариантах осуществления органический пероксид может включать ди-трет-бутилпероксид (DTBP), бензоилпероксид, перекись метилэтилкетона, пероксид ацетона. В некоторых вариантах осуществления неорганический пероксид может включать пероксидисульфатную соль, выбранную из группы, включающей персульфат натрия, персульфат калия, персульфат аммония. В некоторых вариантах осуществления галогенный инициатор может представлять собой двухатомную молекулу галогена, включающую дифтор (молекулярный фтор, F_2), дихлор (молекулярный хлор, Cl_2), дибром (молекулярный бром, Br_2). В некоторых вариантах осуществления скорость и степень полимеризации винильных групп может быть отрегулирована серией параметров, включающих температуру, давление, продолжительность полимеризации, концентрацию инициатора, скорость перемешивания.

В некоторых вариантах осуществления реакции конденсации могут все еще протекать после формирования геля. В некоторых вариантах осуществления гель может быть оставлен на отстаивание, которое может быть названо «старением». В некоторых вариантах осуществления старение может происходить при температуре в диапазоне от примерно комнатной температуры до 60°C. В некоторых вариантах осуществления гели могут быть оставлены на старение при температуре в диапазоне от примерно комнатной температуры до 60°C, создаваемой диэлектрическим нагревом, таким как микроволновое излучение. В некоторых вариантах осуществления на гель может быть напылена жидкостная фаза, имеющая низкое поверхностное натяжение, предпочтительно менее 20 мН/м, для предотвращения или сведения к минимуму усадки (синерезиса) во время старения. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления на гели могут быть напылены гидроксилсодержащие органические молекулы, такие как метанол, этанол, изопропанол или трет-бутанол. В некоторых вариантах осуществления может быть использована комбинация различных спиртов. В некоторых вариантах осуществления на гели может быть распылен тетрагидрофуран (ТГФ, THF). В некоторых вариантах осуществления на гель может быть напылен алкан. В некоторых вариантах осуществления алкан может включать бутан, пентан, гексан и/или гептан.

В некоторых вариантах осуществления гели могут быть получены в непрерывном режиме. В некоторых вариантах осуществления золи могут непрерывно вливаться в формы для получения монолитных гелей (блоков, плиток, цилиндров, и т.д.) на конвейерной ленте или другом транспортирующем устройстве.

В некоторых вариантах осуществления золь может быть сформирован или залит в реактор или форму в присутствии армирующего материала. В некоторых вариантах осуществления золь может быть сформирован или залит в реактор или форму в присутствии волокнистого армирующего материала, включающего волокна, сеть волокнистого нетканого материала, маты, полотна, сетки, стекловату, минеральную вату,

или их смеси. В некоторых вариантах осуществления волокна могут включать стеклянные волокна, льняные волокна, бамбуковые волокна, целлюлозные волокна, сложнополиэфирные волокна, полиамидные (PA или нейлоновые) волокна, полиэтиленовые (PE) волокна, полиэтилентерефталатные (PET) волокна, полиуретановые (PU) волокна, растительные волокна, или их комбинации. В некоторых вариантах осуществления сеть волокнистого нетканого материала может включать органические сети, неорганические сети, сети, состоящие из природных волокон, и/или сети, составленные (полу)синтетическими волокнами. В некоторых вариантах осуществления золь может быть непрерывно импрегнирован/впрыснут, когда становится гелем, в волокнистую нетканую сеть, мат, полотно, сетку, стекловату или минеральную вату на конвейерной ленте. В некоторых вариантах осуществления после высушивания могут быть получены аэрогелевые композиты, такие как армированные волокнами аэрогелевые панели или аэрогелевые полотна.

В некоторых вариантах осуществления дискретные частицы или гранулы геля могут быть сформированы распылением капель золя в или на текучую среду, такую как ванна. В некоторых вариантах осуществления брызги капель золя могут быть получены пропусканием потока золя через дозирующее сопло. В некоторых вариантах осуществления положение, отверстие и/или угол наклона сопла могут быть скорректированы для регулирования размера частиц капель золя. В некоторых вариантах осуществления может быть применен способ струйной резки, чтобы получать гели в форме частиц или гранул. В некоторых вариантах осуществления струйная резка может включать резку струей жидкостного золя посредством вращающегося дискового ножа. В некоторых вариантах осуществления могут быть получены частицы или гранулы геля, имеющие распределение частиц по величине, варьирующее от немногих сотен микрометров до нескольких миллиметров, в зависимости от настроек струйной резки, включающих диаметр сопла, скорость струи, отношение длины хода поршня к диаметру цилиндра, частоту резки.

В некоторых вариантах осуществления гели могут быть пропущены через ванну с растворителем, с помощью конвейера или без него. В некоторых вариантах осуществления ванна может иметь впускной канал и выпускной канал, через которые может быть проведена текучая среда. В некоторых вариантах осуществления ванна может включать более, чем один впускной канал и/или выпускной канал, для регулирования течения текучей среды. В некоторых вариантах осуществления может быть организовано и может поддерживаться циркуляционное течение. В некоторых вариантах осуществления гелеобразование может завершаться в каплях золя, когда его пропускают через ванну.

В некоторых вариантах осуществления гели получают в форме монолитов, кусков, гранул, агрегатов, частиц, или их комбинаций. В некоторых вариантах осуществления гели, полученные в форме монолитов, кусков, гранул, агрегатов, частиц, или их комбинаций, могут быть единообразными по форме. В некоторых вариантах осуществления гели, полученные в форме монолитов, кусков, гранул, агрегатов, частиц,

или их комбинаций, могут иметь нерегулярные формы. В некоторых вариантах осуществления часть гелей, образованных в форме монолитов, кусков, гранул, агрегатов, частиц, или их комбинаций, может иметь регулярную форму. В некоторых вариантах осуществления гели, образованные в форме монолитов, кусков, гранул, агрегатов, частиц, или их комбинаций, могут быть измельчены в мелкие частицы или в порошок перед высушиванием. В некоторых вариантах осуществления мелкие частицы могут высыхать быстрее, чем более крупные частицы геля или монолиты геля. В некоторых вариантах осуществления высушивание частиц геля может приводить к частицам аэрогеля. В некоторых вариантах осуществления частицы аэрогеля включают гранулы аэрогеля и/или порошкообразный аэрогель.

В некоторых вариантах осуществления, в зависимости от степени гидролиза алкоксидов, образованный гель может проявлять определенную гидрофобность вследствие присутствия алкоксигрупп на твердой сетчатой структуре геля.

В некоторых вариантах осуществления аэрогель может быть синтезирован удалением поровой жидкости из геля с минимальным изменением пористой наноструктурированной твердой сетчатой структуры геля или вообще без него. В некоторых вариантах осуществления высушивание геля с образованием аэрогеля может быть проведено при давлении окружающей среды. В некоторых вариантах осуществления высушивание при давлении окружающей среды включает сушку выпариванием жидкостной фазы при примерно атмосферном давлении или давлении окружающей среды. В некоторых вариантах осуществления давление окружающей среды может представлять собой давление, создаваемое средой конкретного непосредственного окружения, в пределах нормальных вариаций, обусловленных повышением и/или колебаниями барометрического давления в обычных операциях при различных погодных условиях и местах размещения, без дополнительного повышения давления с помощью резервуара под давлением.

В некоторых вариантах осуществления могут быть приняты во внимание два основных требования, чтобы успешно высушить гели и получить аэрогели путем сушки при давлении окружающей среды. В некоторых вариантах осуществления первым требованием может быть гидрофобизация, более конкретно, замещение свободных силанольных групп на каркасе кремнезема в геле гидрофобными группами, которые могут предотвращать образование силоксановых связей в случае усадки в общем объеме геля во время сушки, когда стенки пор могут приближаться друг к другу под действием капиллярных сил. В некоторых вариантах осуществления устранение оставшихся силанольных групп на кремнеземной сетчатой структуре геля может обеспечить возможность предотвращения, минимизации или реверсирования усадки геля. В некоторых вариантах осуществления вторая необходимость после гидрофобизации сетчатой структуры геля, чтобы получить аэрогель сушкой при давлении окружающей среды, может быть такой, что поровая жидкость в геле имеет относительно низкое поверхностное натяжение, чтобы минимизировать капиллярные силы во время сушки

выпариванием, которые могут быть ответственными за усадку общего объема. В некоторых вариантах осуществления армированная полимером кремнеземная сетчатая структура может лучше противостоять капиллярным силам во время сушки выпариванием. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может реагировать с оставшимися силанольными группами на кремнеземной сетчатой структуре.

В некоторых вариантах осуществления гидрофобная группа включает углеводородную цепь спирта. В некоторых вариантах осуществления спирт включает метанол, этанол, изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, н-пентанол, н-гексанол, и/или амиловый спирт (первичный, вторичный и/или третичный). Возможны другие спирты. В некоторых вариантах осуществления спирт может представлять собой метанол, этанол, изопропанол или трет-бутанол. В некоторых вариантах осуществления может быть использована комбинация различных спиртов. В некоторых вариантах осуществления гидрофобная группа включает углеводородную цепь алифатического спирта. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может представлять собой алифатический спирт, обычно состоящий из цепи с атомами углерода числом от 8 до 26, хотя также могут существовать алифатические спирты с цепями с меньшим или бóльшим числом атомов углерода. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может быть получен из природного источника, такого как жиры и масла, находящиеся в растениях. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может быть получен из сложного эфира жирной кислоты. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может быть получен реакцией сложного эфира жирной кислоты с газообразным водородом (H_2) при повышенных температуре и давлении. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт может быть получен реакцией сложного эфира жирной кислоты с газообразным водородом (H_2) в сверхкритических условиях. В некоторых вариантах осуществления алифатический спирт включает каприловый спирт (1-октанол), пеларгоновый спирт (1-нонанол), каприновый спирт (1-деканол), ундециловый спирт (1-ундеканол), лауриловый спирт (1-додеканол), миристиловый спирт (1-тетрадеканол), цетиловый спирт (1-гексадеканол), пальмитолеиловый спирт (цис-9-гексадецен-1-ол), стеариловый спирт (1-октадеканол), олеиловый спирт (1-октадеценол), арахиниловый спирт (1-эйкозанол), бегениловый спирт (1-докозанол), эруциловый спирт (цис-13-докозен-1-ол), и/или цериловый спирт (1-гексакозанол). В некоторых предпочтительных вариантах осуществления алифатический спирт может представлять собой лауриловый, стеариловый или олеиловый спирт.

В некоторых вариантах осуществления гидрофобная группа включает углеводородную цепь жирной кислоты/сложного эфира. В некоторых вариантах осуществления жирная кислота может быть насыщенной или ненасыщенной. В некоторых вариантах осуществления насыщенная жирная кислота включает каприловую кислоту, капроновую кислоту, лауриновую кислоту, миристиновую кислоту, пальмитиновую кислоту, стеариновую кислоту, арахидовую кислоту, бегеновую кислоту, лигноцериновую

кислоту, и/или церотиновую кислоту. Возможны другие насыщенные жирные кислоты. В некоторых вариантах осуществления насыщенная жирная кислота может быть пальмитиновой и/или стеариновой кислотой. В некоторых вариантах осуществления ненасыщенная жирная кислота включает миристолеиновую кислоту, пальмитолеиновую кислоту, сапиеновую кислоту, олеиновую кислоту, элаидиновую кислоту, вакценовую кислоту, линолевую кислоту, арахидоновую кислоту, и/или эруковую кислоту. Возможны другие ненасыщенные жирные кислоты. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления ненасыщенная жирная кислота может представлять собой олеиновую и/или линолевую кислоту.

В некоторых вариантах осуществления заданное значение температуры гидрофобизации может быть между комнатной температурой и 70ºС. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления заданное значение температуры гидрофобизации может составляь около 60ºС.

В некоторых вариантах осуществления гидрофобная группа может быть присоединена к силикагелю с помощью диэлектрического нагрева, включающего микроволновое излучение. В некоторых вариантах осуществления равномерное повышение температуры поровой жидкости в результате рассеяния энергии микроволнового излучения может ускорять и завершать образование ковалентных связей гидрофобных групп с кремнеземным каркасом геля. В некоторых вариантах осуществления гидроксильная группа спирта может реагировать с силанольной группой под влиянием микроволнового излучения. В некоторых вариантах осуществления гидроксильная группа алифатического спирта может реагировать с силанольной группой под действием микроволнового излучения. В некоторых вариантах осуществления карбоксильная группа жирной кислоты реагирует с силанольной группой силикагеля под действием микроволнового излучения. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может реагировать с одной или многими силанольными группами силикагеля под действием микроволнового излучения.

В некоторых вариантах осуществления гидрофобная группа может быть присоединена к силикагелю в сверхкритических условиях поровой жидкости, включающей по меньшей мере один гидрофобный компонент. В некоторых вариантах осуществления может происходить алкоксилирование силанольных групп на кремнеземной сетчатой структуре геля. В некоторых вариантах осуществления сверхкритическое состояние поровой жидкости, включающей по меньшей мере один гидрофобный компонент, может обеспечивать возможность обработки паровой фазы, с замещением силанольных групп группами с гидрофобным концом. В некоторых вариантах осуществления органические полимер может реагировать с одной или многими силанольными группами силикагеля при сверхкритических условиях поровой жидкости.

В некоторых вариантах осуществления гидрофобная группа может быть присоединена к кремнеземной сетчатой структуре, когда сетчатая структура все еще формируется и расширяется в объеме в результате взаимного связывания алкоксидов

кремния и олигомеров с образованием геля. В некоторых вариантах осуществления органические полимеры могут быть встроены в кремнеземную сетчатую структуру. В некоторых вариантах осуществления органические полимеры могут глубоко проникать в сетчатую структуру кремнезема. В некоторых вариантах осуществления органические полимеры могут конформно покрывать поверхности внутреннего контура сетчатой структуры кремнезема.

В некоторых вариантах осуществления вторая необходимость после гидрофобизации сетчатой структуры геля, чтобы получить аэрогель сушкой при давлении окружающей среды, может быть такой, что поровая жидкость в геле имеет относительно низкое поверхностное натяжение, ниже, чем около 30 мН/м, и предпочтительно ниже, чем около 20 мН/м, чтобы обеспечивать минимальные капиллярные силы во время сушки выпариванием, которые могут быть ответственными за усадку общего объема. В некоторых вариантах осуществления поровая жидкость может включать, по существу состоять или состоять по меньшей мере из одной из гидроксилсодержащих органических молекул, использованных для образования алкоксидов. В некоторых вариантах осуществления поровая жидкость может включать, по существу состоять или состоять из спирта. В некоторых вариантах осуществления спирт включает метанол, этанол, изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, н-пентанол, н-гексанол, и/или амиловый спирт (первичный, вторичный и/или третичный). Возможны другие спирты. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления гидроксилсодержащая органическая молекула может представлять собой метанол, этанол, изопропанол или трет-бутанол. В некоторых вариантах осуществления может быть использована комбинация различных спиртов. В некоторых вариантах осуществления поровая жидкость может включать, по существу состоять или состоять из ацетона. В некоторых вариантах осуществления поровая жидкость может включать, по существу состоять или состоять из тетрагидрофурана (ТГФ, THF). В некоторых вариантах осуществления поровая жидкость может включать, по существу состоять или состоять по меньшей мере из одного алкана. В некоторых вариантах осуществления алкан может включать бутан, пентан, гексан и/или гептан. В некоторых вариантах осуществления поровая жидкость может включать, по существу состоять или состоять по меньшей мере из других компонентов, использованных в пределах описываемого изобретения, в том числе из воды, сложных эфиров, простых эфиров, непрореагировавших веществ, жирных кислот, сложных эфиров жирных кислот, алифатических спиртов, добавок, катализаторов, дегидратирующих агентов, нейтрализаторов воды и/или акцепторов протонов.

В некоторых вариантах осуществления гель может быть высушен при давлении окружающей среды после того, как будет в достаточной мере гидрофобизирован, в то же время с удерживанием поровой жидкости с относительно низким поверхностным натяжением. В пределах области настоящего изобретения температура высушивания во время сушки может быть между комнатной температурой и 250°С. В некоторых вариантах осуществления избыток жидкости, заключенной в геле и окружающей его, может быть

удален перед высушиванием, например, фильтрацией. В некоторых вариантах осуществления гель может быть сначала высушен при комнатной температуре в течение от пары часов до 24 часов. В некоторых вариантах осуществления температура сушки может быть сначала настроена на величину около 50°C-80°C для удаления избыточной жидкости на наружной поверхности геля, с последующим высушиванием при второй температуре сушки между около 120°C и 170°C, для стимулирования эффекта упругого последействия, все при давлении окружающей среды. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления вторая температура сушки может составлять между около 150-170°C, при давлении окружающей среды. В некоторых вариантах осуществления первая сушка может пролжаться около 2-24 часов, с последующей второй сушкой при повышенной температуре в течение около 2-8 часов.

В некоторых вариантах осуществления повышенные температуры, обычно в диапазоне 100-200°C, и предпочтительно между 150-170°C, могут вызывать эффект упругого последействия на кремнеземной сетчатой структуре. В некоторых вариантах осуществления эффект упругого последействия может включать первоначальную усадку общего объема геля, с последующим расширением в объеме. В некоторых вариантах осуществления термин «упругое последействие» может быть назван «обратимой усадкой». В некоторых вариантах осуществления эффект упругого последействия может включать первоначальную усадку общего объема геля, с последующим расширением в объеме, так, что может быть получен аэрогель, имеющий пористость выше 50%, причем большинство пор представляют собой мезопоры. В некоторых вариантах осуществления эффект упругого последействия может включать первоначальную усадку объема геля, с последующим расширением в объеме, так, что могут быть получены частицы аэрогеля (монолиты, гранулы, и/или порошок), имеющие пористость выше 50%, с большинством пор в виде мезопор. В некоторых вариантах осуществления эффект упругого последействия может включать первоначальную усадку объема геля, с последующим расширением в объеме, так, что может быть получен ксерогель, имеющий пористость ниже 50%. В некоторых вариантах осуществления эффект упругого последействия может включать первоначальную усадку объема геля, с последующим расширением в объеме, так, что могут быть получены частицы ксерогеля (монолиты, гранулы, и/или порошок), имеющие пористость выше 50%. В некоторых вариантах осуществления первоначальная усадка с последующим расширением в объеме может обусловливать усадку до полезного объема. В некоторых вариантах осуществления первоначальная усадка общего объема может быть более 10%. В некоторых вариантах осуществления первоначальная усадка общего объеме может быть более 30%. В некоторых вариантах осуществления первоначальная усадка общего объема может быть более 50%. В некоторых вариантах осуществления первоначальная общего объема может быть более 70%. В некоторых вариантах осуществления первоначальная усадка общего объема может быть более 90%. В некоторых вариантах осуществления фактическую усадку общего объема можно понимать как конечную усадку общего объема (в процентном отношении), измеренную

первым вычитанием конечного сухого общего объема аэрогеля/ксерогеля после эффекта упругого последействия (расширения) из исходного (влажного геля) общего объема перед усадкой, с последующим делением на исходный (влажного геля) общий объем перед усадкой. В некоторых вариантах осуществления может быть получен аэрогель, включающий фактическую усадку общего объема, которая может быть более 5%. В некоторых вариантах осуществления может быть получен аэрогель, включающий фактическую усадку общего объема, которая может быть более 10%. В некоторых вариантах осуществления может быть получен аэрогель, включающий фактическую усадку общего объема, которая может быть более 20%. В некоторых вариантах осуществления может быть получен аэрогель, включающий фактическую усадку общего объема, которая может быть более 30%. В некоторых вариантах осуществления может быть получен аэрогель, включающий фактическую усадку общего объема, которая может быть более 40%. В некоторых вариантах осуществления может быть получен ксерогель, включающий фактическую усадку общего объема, которая может быть более 50%. В некоторых вариантах осуществления может быть получен ксерогель, включающий фактическую усадку общего объема, которая может быть более 60%. В некоторых вариантах осуществления может быть получен ксерогель, включающий фактическую усадку общего объема, которая может быть более 70%. В некоторых вариантах осуществления может быть получен ксерогель, включающий фактическую усадку общего объема, которая может быть более 80%. В некоторых вариантах осуществления гель может быть на вид не имеющим усадку общего объема (объемная усадка менее 1%). В некоторых вариантах осуществления гель может на вид быть не подвергнутым первоначальной усадке в общем объеме (объемная усадка менее 1%). В некоторых вариантах осуществления гель может испытывать первоначальную усадку в общем объеме (объемная усадка более 1%), но конечная усадка в общем объеме может быть пренебрежимо малой (фактическая объемная усадка менее 1%) вследствие эффекта упругого последействия. В некоторых вариантах осуществления фактическая усадка общего объема может быть негативной. В некоторых вариантах осуществления негативную усадку общего объема можно понимать как фактическое расширение общего объема. В некоторых вариантах осуществления, вместо конечной усадки гель может испытывать конечное расширение в общем объеме вследствие эффекта упругого последействия. В некоторых вариантах осуществления конечное расширение в общем объеме можно понимать как возрастание общего объема конечного сухого продукта сравнительно с общим объемом влажного образца. В некоторых вариантах осуществления первоначальная усадка в объеме может происходить до проявления эффекта упругого последействия, который будет иметь результатом конечное расширение объема. В некоторых вариантах осуществления фактическое расширение в объеме может составлять более 5%. В некоторых вариантах осуществления фактическое расширение в объеме может составлять более 10%.

В некоторых вариантах осуществления высушивание при давлении окружающей

среды может быть проведено с помощью диэлектрического нагрева. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления электромагнитные волны, обеспечивающие диэлектрический нагрев, представляют собой микроволны. В некоторых вариантах осуществления аэрогели могут быть синтезированы удалением поровой жидкости с минимальным изменением пористой наноструктурированной твердой сетчатой структуры геля или без него, путем сушки при давлении окружающей среды и диэлектрического нагрева. В некоторых вариантах осуществления диэлектрический нагрев может быть назван нагревом в результате подведения электромагнитных волн. В некоторых вариантах осуществления диэлектрический нагрев включает нагревание посредством микроволнового излучения. В некоторых вариантах осуществления облучение переменными электромагнитными волнами, такими как микроволны, может побуждать молекулы в поровой жидкости геля вращаться и выстраиваться вдоль их электрических диполей. В некоторых вариантах осуществления усиление общих колебаний молекул может приводить к выделению тепла. В смысле настоящего изобретения, применение микроволнового излучения для высушивания может быть названо «микроволновой сушкой». В некоторых вариантах осуществления микроволновую сушку можно рассматривать как более осторожный подход к сушке при давлении окружающей среды. В некоторых вариантах осуществления тепло может быть генерировано внутренне и однородно внутри материала, обеспечивая меньшие термические градиенты внутри геля, меньшее схлопывание пор и более высокую пористость, и меньше трещин, образованных во время сушки. В некоторых вариантах осуществления применение микроволнового излучения может приводить к сокращению времени сушки и расхода энергии, сравнительно со стандартной сушкой при давлении окружающей среды. В некоторых вариантах осуществления микроволновое излучение может быть создано магнетроном. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления частота излучения может быть между 0,5 ГГц и 5 ГГц. В некоторых вариантах осуществления мощность микроволнового излучения может быть между около 200-700 Вт. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления мощность микроволнового излучения может быть около 400-600 Вт. В некоторых вариантах осуществления температура сушки может поддерживаться между комнатной температурой и 250°С. В некоторых вариантах осуществления температура сушки может поддерживаться между 50°С и 200°С. В некоторых вариантах осуществления температура сушки может поддерживаться между 120°С и 170°С.

В некоторых вариантах осуществления высушивание влажных гелей может быть проведено циркуляцией потока горячего газа. В некоторых вариантах осуществления газ может включать воздух или инертный газ, такой как азот, гелий, аргон, диоксид углерода, и/или еще один инертный газ.

В некоторых вариантах осуществления высушивание гелей может быть выполнено в непрерывном режиме на конвейерной ленте или другой транспортирующей среде. В некоторых вариантах осуществления во время непрерывной сушки гелей гели могут быть нагреты диэлектрическим нагревом, например, облучением микроволновым излучением

и/или потоком горячего газа.

В некоторых вариантах осуществления аэрогели могут быть синтезированы удалением поровой жидкости с минимальным изменением пористой наноструктурированной твердой сетчатой структуры геля или вообще без него посредством сверхкритической экстракции поровой жидкости из геля, которая может быть названа также «сверхкритической сушкой». Сверхкритическая сушка представляет собой оригинальный способ получения аэрогеля, в котором поровая жидкость сначала превращается в сверхкритическую текучую среду, которая может быть выведена. В некоторых вариантах осуществления термин «сверхкритическая текучая среда» подразумевает текучую среду, близкую к своей критической точке и/или превзошедшую ее, которая проявляет поверхностное натяжение от малого до нулевого. В некоторых вариантах осуществления сверхкритическая текучая среда вообще не проявляет поверхностное натяжение, и тем самым не создает капиллярные силы, когда удаляется из пористой сетчатой структуры геля, тем самым предотвращая разрушение последнего. В некоторых вариантах осуществления сверхкритическая сушка предусматривает условия при повышенных температурах и давлениях вблизи и/или сверх критической точки поровой жидкости, которые могут быть созданы в толстостенном резервуаре под давлением. В некоторых вариантах осуществления тот же толстостенный резервуар под давлением может быть использован для получения алкоксидов кремния. В некоторых вариантах осуществления толстостенный резервуар под давлением может представлять собой автоклав.

В некоторых вариантах осуществления формирование аэрогеля может быть непрерывным процессом, включающим непрерывное получение сырьевого кремнезема, непрерывное образование алкоксидов кремния, непрерывное измельчение геля в порошок (необязательно), и непрерывную сушку. В некоторых вариантах осуществления получение аэрогеля может представлять собой периодический процесс, в котором образование алкоксидов кремния, золь-гель-стадия и сушка могут происходить в одном и том же реакторе, предпочтительно в толстостенном резервуаре под давлением, таком как автоклав. В некоторых вариантах осуществления получение аэрогеля может состоять из периодических и непрерывных технологических стадий.

В некоторых вариантах осуществления все технологические стадии получения аэрогеля, требующие применения повышенной температуры (более высокой, чем комнатная температура), могут быть проведены с помощью диэлектрического нагрева, такого как микроволновое излучение.

В некоторых вариантах осуществления паровая фаза, образованная в результате выпаривания поровой жидкости из влажных гелей, может быть собрана, конденсирована обратно в жидкостную фазу, и может быть использована для получения новых алкоксидов и/или новых золей.

В некоторых вариантах осуществления аэрогель включает алкоксигруппы на своей поверхности. В некоторых вариантах осуществления алкоксигруппа включает метокси-,

этокси-, изопропокси-, н-пропокси-, трет-бутокси-, втор-бутокси-, н-бутокси-, н-пентокси-, н-гексоксигруппы, алкоксигруппу алифатического спирта, и/или алкоксигруппу жирной кислоты. Возможны другие алкоксигруппы. В некоторых вариантах осуществления алкоксигруппы на поверхности кремнеземного аэрогеля могут быть названы «гидрофобными группами». В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает одну или многие гидрофобные боковые группы, причем гидрофобные боковые группы включают по меньшей мере алкоксигруппу и/или группу сложного эфира жирной кислоты. В некоторых вариантах осуществления определенные алкоксигруппы могут создавать некоторые пространственные затруднения, которые могут быть благоприятными, так как эти алкоксигруппы могут частично заслонять другие силанольные группы, делая последние менее доступными или вообще недоступными для реакции с другими силанольными группами во время высушивания геля, или для связывания с молекулами воды в случае аэрогеля во влажной окружающей среде, или когда он увлажнен, что в противном случае могло бы приводить ко второй усадке при испарении влаги или воды. Согласно определенным, но не обязательно всем вариантам осуществления, может быть особенно благоприятным присоединение к поверхности аэрогеля изопропоксильных групп. Согласно определенным, но не обязательно всем вариантам осуществления, может быть особенно благоприятным присоединение к поверхности аэрогеля трет-бутоксильных групп. В некоторых вариантах осуществления изопропоксильные группы и/или трет-бутоксильные группы могут быть предпочтительным для гидрофобизации кремнеземной сетчатой структуры благодаря создаваемым ими пространственным затруднениям, которые могут включать перекрывание близлежащих силанольных групп, в то же время по-прежнему обеспечивая возможность приемлемых скоростей гидролиза соответствующих алкоксидов. В некоторых вариантах осуществления внутренняя и наружная поверхность аэрогеля могут быть сделаны гидрофобными в результате присутствия алкоксигрупп.

В некоторых вариантах осуществления в кремнеземную сетчатую структуру аэрогеля может быть встроен органический полимер. В некоторых вариантах осуществления органические полимеры могут глубоко проникать в кремнеземную сетчатую структуру аэрогеля. В некоторых вариантах осуществления органический полимер может конформно покрывать поверхности внутреннего контура сетчатой структуры кремнезема. В некоторых вариантах осуществления сетчатая структура кремнезема может быть армирована сшиванием с органическими полимерами. В некоторых вариантах осуществления сшивание может включать образование ковалентных связей между полимером и кремнеземной сетчатой структурой. В некоторых вариантах осуществления полимер может делать сетчатую структуру кремнезема более гибкой. В некоторых вариантах осуществления полимер может повышать ударную вязкость кремнеземного аэрогеля. В некоторых вариантах осуществления полимер может увеличивать прочность кремнеземного аэрогеля на сжатие. В некоторых вариантах осуществления полимер может повышать прочность кремнеземного аэрогеля на изгиб.

В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащие органические молекулы, образованные гидролизом алкоксида, образованные при формирования силикагеля, образованные вследствие избыточного добавления, и выделенные при экстракции жидкости из пор силикагеля во время высушивания, могут быть извлечены и использованы для получения еще одного алкоксида. В некоторых вариантах осуществления гидроксилсодержащая органическая молекула включает метанол, этанол, изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, н-пентанол, н-гексанол, жирную кислоту и/или алифатический спирт. В некоторых вариантах осуществления другие гидроксилсодержащие органические молекулы могут быть выделены и повторно использованы в зависимости от гидроксилсодержащих органических молекул, примененных для получения алкоксидов, получения геля, гидрофобизации кремнеземной сетчатой структуры, или их комбинации. В некоторых вариантах осуществления выделение гидроксилсодержащей органической молекулы может быть выполнено в присутствии осушителя или нейтрализатора воды. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления выделение гидроксилсодержащей органической молекулы может быть проведено в присутствии того же осушителя или нейтрализатора воды, какие использованы для получения алкоксидов кремния.

В некоторых вариантах осуществления аэрогель, полученный в пределах области настоящего изобретения, может проявлять различную морфологию, в зависимости от выбора и числа алкоксидов и/или технологических параметров. В некоторых вариантах осуществления достижение морфологии кремнеземного аэрогеля может быть затруднительным с использованием иных технологических подходов. В некоторых вариантах осуществления аэрогель, полученный в пределах области настоящего изобретения, может проявлять различные текстурные характеристики в зависимости от выбора и числа алкоксидов и/или технологических параметров. В некоторых вариантах осуществления достижение текстурных характеристик кремнеземного аэрогеля может быть затруднительным с использованием иных технологических подходов. В некоторых вариантах осуществления кремнеземная сетчатая структура аэрогеля может состоять из около 25% кремнезема с тетраэдрическим атомом кремния, с максимально 3 атомами кислорода, создающими мостики с другими связями оксида кремния в сетчатой структуре. В некоторых вариантах осуществления кремнеземная сетчатая структура аэрогеля может состоять из около 30% кремнезема с тетраэдрическим атомом кремния, с максимально 3 атомами кислорода, создающими мостики с другими связями оксида кремния в сетчатой структуре. В некоторых вариантах осуществления кремнеземная сетчатая структура аэрогеля может состоять из около 35% кремнезема с тетраэдрическим атомом кремния, с максимально 3 атомами кислорода, создающими мостики с другими связями оксида кремния в сетчатой структуре. В некоторых вариантах осуществления кремнеземная сетчатая структура аэрогеля может состоять из около 25% кремнезема с тетраэдрическим атомом кремния, с максимально 3 атомами кислорода, создающими мостики с другими связями оксида кремния в сетчатой структуре, и около 5% кремния с тетраэдрическим

атомом кремния с максимально 2 атомами кислорода, создающими мостики с другими связями оксида кремния в сетчатой структуре. В некоторых вариантах осуществления кремнеземная сетчатая структура аэрогеля может состоять из около 25-30% кремнезема с тетраэдрическим атомом кремния, с максимально 3 атомами кислорода, создающими мостики с другими связями оксида кремния в сетчатой структуре, и около 5-10% кремнезема с тетраэдрическим атомом кремния, с максимально 2 атомами кислорода, создающими мостики с другими связями оксида кремния в сетчатой структуре. В некоторых вариантах осуществления различные варианты координации кремния в сетчатой структуре аэрогеля могут быть охарактеризованы химическими сдвигами в ^{29}Si-ЯМР-спектрах образца аэрогеля. Специалисту с обычной квалификацией в этой области технологии было бы известно, как получать и анализировать ^{29}Si-ЯМР-спектры.

В некоторых вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять низкую общую плотность. Специалисту с обычной квалификацией в этой области технологии было бы известно, как определять общую плотность аэрогеля. В некоторых вариантах осуществления общая плотность может быть рассчитана как «плотность=масса/объем». В некоторых вариантах осуществления масса может быть точно измерена с использованием цифровых аналитических весов с точностью 0,001 г. В некоторых вариантах осуществления, в случае простых геометрических форм, таких как куб, диск или цилиндр, измерение общего объема может быть выполнено с помощью цифровых штангенциркулей. В некоторых вариантах осуществления аэрогель может получиться в форме монолита с нерегулярной формой, гранул с нерегулярной формой, и/или порошка. В некоторых вариантах осуществления, чтобы точно определить объем монолитов с нерегулярной формой, гранул с нерегулярной формой, и/или порошка, может быть использована вытесняемая среда, соответствующая нерегулярным контурам поверхности, без проникновения в поры, например, с использованием анализатора плотности GeoPyc 1360 от фирмы Micromeritics. В некоторых вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять общую плотность между около 0,05 г/кубический сантиметр (то есть, г/см^3) и около 0,7 г/см^3, между около 0,05 г/см^3 и около 0,6 г/см^3, между около 0,05 г/см^3 и около 0,5 г/см^3, между около 0,05 г/см^3 и около 0,4 г/см^3, между около 0,05 г/см^3 и около 0,3 г/см^3, между около 0,05 г/см^3 и около 0,2 г/см^3, между около 0,05 г/см^3 и около 0,1 г/см^3. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления плотность может составлять между около 0,06 г/см^3 и 0,2 г/см^3. В некоторых вариантах осуществления аэрогель может проявлять общую плотность вне этих диапазонов.

В некоторых вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять низкую скелетную плотность. В некоторых вариантах осуществления скелетная плотность может быть определена как отношение массы к объему скелета, занятому этой массой. В некоторых вариантах осуществления термин «скелетная плотность» может подразумевать абсолютную плотность. В некоторых вариантах осуществления масса может быть точно измерена с использованием цифровых аналитических весов с точностью 0,001 г. Специалисту с обычной квалификацией в этой области технологии было бы понятно, что

скелетный объем аэрогеля имеет отношение только к объему твердого материала в аэрогеле, который может включать наноструктуры, которые строят каркас аэрогеля (исключая объем пор аэрогеля). В некоторых вариантах осуществления скелетный объем образца может быть измерен с использованием пикнометра, например, пикнометра PentaPyc 5200e от Quantachrome Instruments, с использованием гелия в качестве зондирующего газа. В некоторых вариантах осуществления образцы могут быть высушены в потоке азота или гелия перед измерением для удаления адсорбированных веществ на внутренней и наружной поверхности аэрогеля, таких как захваченные газы, вода из влажного воздуха, или другие растворители. В некоторых вариантах осуществления скелетная плотность образца может быть рассчитана делением массы на скелетный объем. В некоторых вариантах осуществления аэрогель может проявлять скелетную плотность между около 1 г/см^3 и 2 г/см^3, между около 1 г/см^3 и 1,9 г/см^3, между около 1 г/см^3 и 1,8 г/см^3, между около 1 г/см^3 и 1,7 г/см^3, между около 1 г/см^3 и 1,6 г/см^3, между около 1 г/см^3 и 1,5 г/см^3, между около 1 г/см^3 и 1,4 г/см^3, между около 1 г/см^3 и 1,3 г/см^3, между около 1 г/см^3 и 1,2 г/см^3, между около 1 г/см^3 и 1,1 г/см^3, между около 1,4 г/см^3 и 1,9 г/см^3, между около 1,5 г/см^3 и 2 г/см^3, между около 1,6 г/см^3 и 2,1 г/см^3, между около 1,7 г/см^3 и 2,2 г/см^3, между около 3 г/см^3 и 4 г/см^3, между около 4 г/см^3 и 5 г/см^3.

В некоторых вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять высокую пористость. В некоторых вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять пористость по меньшей мере 50%. В некоторых вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять пористость более, чем около 60%, более, чем около 70%, более, чем около 80%. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять пористость 90% или более. В некоторых вариантах осуществления пористость может быть определена как величина порового объема, деленная на общий объем. В некоторых вариантах осуществления пористость аэрогеля может быть рассчитана из его общей плотности и скелетной плотности вычитанием величины порового объема, деленной на скелетную плотность, из 1.

В некоторых вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять высокую удельную площадь поверхности. В некоторых вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять удельную площадь поверхности более, чем около 50 м^2/г, более, чем около 100 м^2/г, более, чем около 200 м^2/г, более, чем около 300 м^2/г, более, чем около 400 м^2/г, более, чем около 500 м^2/г, более, чем около 600 м^2/г, более, чем около 700 м^2/г, более, чем около 800 м^2/г, более, чем около 900 м^2/г, более, чем около 1000 м^2/г, более, чем около 2000 м^2/г, более, чем около 3000 м^2/г, менее, чем около 4000 м^2/г. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления удельная площадь поверхности аэрогеля составляет между около 400 м^2/г и около 900 м^2/г. Специалисту с обычной квалификацией в этой области технологии было бы известно, как определять удельную площадь поверхности аэрогеля, например, с использованием анализа с сорбцией азота. Например, анализ с сорбцией азота может быть выполнен с использованием анализаторов

площади поверхности и размера пор NOVA®-e Series от Quantachrome Instruments. Перед анализом сорбции образцы могут быть подвергнуты обработке в вакууме -100 торр (-1,33 ГПа) и нагреванию в течение 24 часов для удаления влаги и/или других растворителей, адсорбированных образцами. В некоторых вариантах осуществления удельная площадь поверхности может быть рассчитана из изотермы адсорбции с использованием метода Брунауэра-Эммета-Теллера (BET) в пределах диапазонов относительных давлений, используемых при измерении площади поверхности, например, относительных давлений в диапазоне от 0,1 до 0,3.

В некоторых вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять распределение пор по размеру, варьирующее от пор с размером менее 0,1 нм до пор с размером более 200 нм. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления полученный аэрогель может проявлять распределение пор по размеру, главным образом покрывающее мезопоры (2-50 нм). В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может быть в диапазоне мезопор (2-50 нм). В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может быть больше, чем 1 нм. В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может быть больше, чем 2 нм. В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может быть больше, чем 5 нм. В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может быть больше, чем 10 нм. В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может быть больше, чем 20 нм. В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может быть больше, чем 30 нм. В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор может быть больше, чем 40 нм. В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может быть больше, чем 50 нм. В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может быть больше, чем 100 нм. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля является меньшим, чем 50 нм. В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор аэрогеля может составлять около 2-40 нм. Специалисту с обычной квалификацией в этой области технологии было бы известно, как определять распределение пор по размеру в аэрогеле, например, с использованием анализа с сорбцией азота. Например, анализ с сорбцией азота может быть проведен с использованием анализаторов площади поверхности и размера пор NOVA®-e Series от Quantachrome Instruments. Перед анализом сорбции образцы могут быть подвергнуты обработке в вакууме -100 торр (-1,33 ГПа) и нагреванию в течение 24 часов для удаления влаги и/или других растворителей, адсорбированных образцами. В некоторых вариантах осуществления распределение пор по размерам может быть рассчитано из изотермы адсорбции или десорбции с использованием метода Баррета-Джойнера-Халенды (BJH). В некоторых вариантах осуществления наиболее частый диаметр пор может быть получен из распределения пор по размерам по BJH, более конкретно, по диаметру пор, соответствующему пику или максимуму на кривой распределения.

В некоторых вариантах осуществления аэрогель, полученный в пределах области настоящего изобретения, может включать высокое молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему, которое затруднительно достигнуть с использованием иных технологических подходов. Выражение «молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему», как здесь описываемое, подразумевает молярное отношение алкоксигрупп, как здесь определенных, к кремнезему/кремнию в указанном аэрогеле.

В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему около 0,05:1. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему около 0,07:1. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему около 0,09:1. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему около 0,12:1. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему около 0,15:1. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему около 0,17:1. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему около 0,2:1. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему около 0,25:1. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему около 0,3:1. В некоторых вариантах осуществления кремнеземный аэрогель включает молярное отношение алкоксигрупп к кремнезему более, чем около 0,35:1. В некоторых вариантах осуществления алкоксигруппы и/или другие гидрофобные группы на сетчатой структуре аэрогеля могут быть идентифицированы и количественно оценены по химическим сдвигам в ^{1}H-ЯМР-спектрах, ^{13}C-ЯМР-спектрах, и по количественным характеристикам ЯМР-спектров образца аэрогеля. Специалисту с обычной квалификацией в этой области технологии было бы известно, как получать и анализировать ^{1}H-ЯМР-спектры, ^{13}C-ЯМР-спектры, и количественные характеристики ЯМР-спектров.

В некоторых вариантах осуществления аэрогель может проявлять определенную гидрофобность. В некоторых вариантах осуществления краевой угол смачивания поверхности может быть получен помещением капли воды на плоскую поверхность аэрогеля. В некоторых вариантах осуществления краевой угол смачивания может служить мерой для количественной оценки гидрофобности. В некоторых вариантах осуществления краевой угол может быть измерен с использованием гониометра согласно стандарту BS EN 828:2013. В некоторых вариантах осуществления краевой угол смачивания водой на поверхности аэрогеля может быть более 90°. В некоторых вариантах осуществления краевой угол смачивания водой на поверхности аэрогеля может быть более 100°. В некоторых вариантах осуществления краевой угол смачивания водой на поверхности аэрогеля может быть более 125°. В некоторых вариантах осуществления краевой угол

смачивания водой на поверхности аэрогеля может быть более 130°. В некоторых вариантах осуществления краевой угол смачивания водой на поверхности аэрогеля может быть более 140°. В некоторых других дополнительных вариантах осуществления краевой угол смачивания водой на поверхности аэрогеля может быть более 150°.

В некоторых вариантах осуществления определенное количество воды может быть адсорбировано образцом аэрогеля по истечении некоторого времени, когда он помещен в воду или в среду с высокой относительной влажностью. В некоторых вариантах осуществления поглощение водяного пара может быть измерено согласно стандарту BS EN 12086:2013. В некоторых вариантах осуществления поглощение жидкой воды может быть измерено согласно стандартам BS EN 1609:2013, ASTM C1763-14. В некоторых вариантах осуществления аэрогель проявляет 24-часовое водопоглощение менее 30%. В некоторых вариантах осуществления аэрогель проявляет 24-часовое водопоглощение менее 20%. В некоторых вариантах осуществления аэрогель проявляет 24-часовое водопоглощение менее 15%. В некоторых других дополнительных вариантах осуществления аэрогель проявляет 24-часовое водопоглощение менее 10%.

В некоторых вариантах осуществления теплопроводность кремнеземного аэрогеля может быть менее 40 мВт/м·К при 25°С. В некоторых вариантах осуществления теплопроводность кремнеземного аэрогеля может быть менее 30 мВт/м·К при 25°С. В некоторых предпочтительных вариантах осуществления теплопроводность кремнеземного аэрогеля может быть менее 25 мВт/м·К при 25°С. В некоторых других более предпочтительных вариантах осуществления теплопроводность кремнеземного аэрогеля может быть менее 20 мВт/м·К при 25°С. В некоторых вариантах осуществления измеряют согласно стандартам ASTM C518-17, ASTM C177-19.

В приведенном выше описании и в пунктах прилагаемой формулы изобретения аддукт(-ты), полученные реакцией кремнезема с гидроксилсодержащими органическими молекулами, традиционно называют алкоксидом(-ами) кремния. В то время, как этот термин помогает квалифицированному читателю понимать природу продуктов реакции, ему также понятно из настоящего описания, что выражение «алкоксид(-ды) кремния» (которое всецело охватывает смеси алкоксидов, образованных указанными реакциями) предполагается указывающим в широком смысле продукты присоединения кремнезема с любой(-быми) из обсуждаемой(-мыми) здесь гидроксилсодержащей(-ими) органической(-ими) молекуле(-ами), но не только аддукты с алкиловым(-ми) спиртом(-ами). Таким образом, например, аддукты с насыщенными и/или непредельными спиртами (в том числе насыщенными и/или ненасыщенными алифатическими спиртами), а также аддукты с карбоновыми кислотами (в том числе жирными кислотами), могут быть обобщены этим выражением, если контекст четко не оговаривает, что конкретно имеются в виду аддукты с алкиловым(-ми) спиртом(-ами). Иначе говоря, если контекст не предписывает иное, термины «алкоксид кремния», «аддукт кремния» или «соединение кремния» могут быть использованы взаимозаменяемо.

В соответствии с этими пояснениями, изобретение также может быть представлено

любыми из пронумерованных пунктов (признаков) и вариантов исполнения способов, продуктами, такими как композиции и компоненты, и вариантами применения этого изобретения, как изложенного здесь ниже. Каждые пункт и вариант осуществления изобретения, определенные таким образом, могут быть объединены с любыми другими пунктом и/или вариантом осуществления, как здесь представленными, если конкретно не оговорено иное. В частности, любой признак, указанный как предпочтительный или благоприятный, может быть объединен с любыми другими признаком или признаками, или пунктами, указанными как предпочтительные или благоприятные. К тому же, представленное здесь изобретение также охвачено одной или любой комбинацией перечисленных ниже сформулированных вариантов осуществления с любыми другими пунктом и/или вариантом осуществления, как здесь изложенными.

1) Способ получения аэрогеля, причем способ включает стадии

a) введения источника кремнезема в реакцию с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами, с образованием тем самым кремниевых аддуктов (в качестве иллюстрации, если гидроксилсодержащая органическая молекула представлена как R-OH, аддукт включает группу Si-O-, связанную с R);

b) гидролиза кремниевых аддуктов;

c) формирования силикагеля из гидролизованных кремниевых аддуктов; и

d) высушивания силикагеля для получения аэрогеля.

2. Способ согласно пункту 1, в котором каждый из указанных кремниевых аддуктов независимо содержит один или многие Si-атомы, причем, когда присутствуют два или более Si-атомов, Si-атомы являются связанными атомом кислорода (-O-), таким образом, что каждый из указанных кремниевых аддуктов независимо содержит между 1 и 10 (-O-связанными) Si-атомами, такими как 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, или 10 (-O-связанных) Si-атомов, причем -O-связанные Si-атомы могут образовывать линейные или разветвленные структуры, и причем указанные кремниевые аддукты, в каждом случае независимо, дополнительно включают R^x-фрагменты, причем все из R^x являются одинаковыми или различными, и независимо выбраны из углеводородной группы или содержащей карбонильную группу углеводородной группы. В порядке дополнительного пояснения, где атом кислорода данного Si-O-фрагмента в аддукте не связан с еще одним Si-атомом или с R^x-группой, он может быть, например, связан с атомом водорода или с функциональной группой полимера, как это обсуждается где-то еще в этом описании.

3. Способ согласно пункту 2, причем каждый R^x независимо выбран из группы, включающей алкильную, алкенильную, алкилкарбонильную и алкенилкарбонильную группу.

4. Способ согласно пункту 2 или 3, причем каждый из R^x независимо выбран из группы, включающей C_1-C_{26}-алкильную, C_2-C_{26}-алкенильную, C_1-C_{26}-алкилкарбонильную и C_2-C_{26}-алкенилкарбонильную группу.

5. Способ согласно любому из пунктов 1-4, в котором источник кремнезема включает материал, который содержит кремнезем, и, например, в котором источник

кремнезема включает кремнезем, выделенный из рисовой шелухи, кремнеземного песка, кремнезем, выделенный из стекла, и/или кремнезем, выделенный из стекловолокна.

6. Способ согласно любому из пунктов 1-5, в котором гидроксилсодержащая органическая молекула включает спирт, причем необязательно спирт представляет собой алкиловый спирт, такой как C_1-C_{18}-алкиловый спирт, предпочтительно C_1-C_5-алкиловый спирт.

7. Способ согласно любому из пунктов 1-6, в котором гидроксилсодержащая органическая молекула включает карбоновую кислоту, предпочтительно жирную кислоту, и более предпочтительно жирную кислоту, включающую от 13 до 26 атомов углерода, такую как содержащую от 13 до 20 атомов углерода.

8. Способ согласно любому из пунктов 1-7, в котором гидроксилсодержащая органическая молекула включает спирт, и причем спирт представляет собой алифатический спирт.

9. Способ согласно одному из пунктов 1-8, в котором гидроксилсодержащая органическая молекула включает спирт, выбранный из группы, включающей метанол, этанол, изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, и их смеси, и/или жирную кислоту.

10. Способ согласно любому из пунктов 1-9, в котором источник кремнезема вводят в реакцию со смесью, включающей

i) метанол и/или этанол, и

ii) один или многие C_3-C_5-спирты, такие как один или многие C_3-C_5-спирты, выбранные из группы, включающей изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, амиловый спирт,

iii) необязательно, жирную кислоту, и

iv) необязательно, органический полимер, предпочтительно полиол.

11. Способ согласно пункту 10, в котором молярное отношение i) метанола и/или этанола к ii) одному или многим C_3-C_5-спиртам в смеси составляет между 1:1 и 4:1, предпочтительно между 2:1 и 3:1.

12. Способ согласно любому из пунктов 1-11, в котором по меньшей мере часть кремниевых аддуктов, полученных в стадии a), включает, в каждом случае независимо, по меньшей мере две различных R^x-группы, причем так, что по меньшей мере 50 мол.%, по меньшей мере 60 мол.%, по меньшей мере 70 мол.%, по меньшей мере 80 мол.%, или по меньшей мере 90 мол.%, кремниевых аддуктов, полученных в стадии a), включают, в каждом случае независимо, по меньшей мере две различных R^x-группы.

13. Способ согласно любому из пунктов 1-12, в котором по меньшей мере часть кремниевых аддуктов, полученных в стадии a), такая как по меньшей мере 50 мол.%, по меньшей мере 60 мол.%, по меньшей мере 70 мол.%, по меньшей мере 80 мол.%, или по меньшей мере 90 мол.%, кремниевых аддуктов, полученных в стадии a), включает

i) метоксигруппу и/или этоксигруппу, и

ii) одну или многие C_3-C_5-алкоксигруппы, такие как одна или многие C_3-C_5-

алкоксигруппы, выбранные из группы, включающей изопропоксигруппу, н-пропоксигруппу, трет-бутоксигруппу, втор-бутоксигруппу, н-бутоксигруппу, и амилоксигруппу, и

iii) необязательно, группу сложного эфира жирной кислоты.

14. Способ согласно любому из пунктов 1-13, в котором по меньшей мере часть кремниевых аддуктов, полученных в стадии а), такая как по меньшей мере 50 мол.%, по меньшей мере 60 мол.%, по меньшей мере 70 мол.%, по меньшей мере 80 мол.%, или по меньшей мере 90 мол.%, кремниевых аддуктов, полученных в стадии а), включает метоксигруппу и изопропоксигруппу.

15. Способ согласно любому из пунктов 1-14, в котором высушивание проводят при давлении окружающей среды.

16. Способ согласно любому из пунктов 1-15, в котором высушивание выполняют в присутствии микроволнового излучения.

17. Способ согласно любому из пунктов 1-16, в котором высушивание выполняют сверхкритической экстракцией поровой жидкости из силикагеля.

18. Способ согласно любому из пунктов 1-17, в котором аэрогель включает -O-R^x-группу на своей поверхности.

19. Способ согласно любому из пунктов 1-18, в котором аэрогель включает изопропоксигруппу на своей поверхности.

20. Способ согласно любому из пунктов 1-19, в котором аэрогель включает метоксигруппу на своей поверхности.

21. Способ согласно любому из пунктов 1-20, в котором аэрогель проявляет краевой угол смачивания поверхности более 100°.

22. Способ согласно любому из пунктов 1-21, в котором аэрогель проявляет 24-часовое водопоглощение менее 15%.

23. Способ согласно любому из пунктов 1-22, в котором гидрофобную группу присоединяют к силикагелю с помощью микроволнового излучения.

24. Способ согласно любому из пунктов 1-23, в котором гидрофобную группу присоединяют к силикагелю в сверхкритических условиях.

25. Способ согласно любому из пунктов 1-24, в котором формирование кремниевого аддукта проводят в присутствии осушителя и/или нейтрализатора воды.

26. Способ согласно любому из пунктов 1-25, в котором формирование кремниевого аддукта проводят в присутствии основания, причем, необязательно, основание выбирают из группы, включающей гидроксид щелочного металла, аммиак, гидроксид аммония, первичный амин, вторичный амин, третичный, четвертичный амин, соль аммония, и их смеси.

27. Способ согласно пункту 26, в котором гидролиз кремниевого аддукта и/или формирование силикагеля катализируются основанием, используемым для катализа образования кремниевого аддукта.

28. Способ согласно любому из пунктов 1-27, дополнительно включающий стадию

выделения гидроксилсодержащей органической молекулы, образованной при гидролизе кремниевого аддукта и/или при формировании силикагеля, и использования выделенной гидроксилсодержащей органической молекулы для получения еще одного кремниевого аддукта.

29. Способ получения кремнеземного аэрогеля, причем способ включает стадии

a) введения источника кремнезема в реакцию с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами, с образованием тем самым кремниевых аддуктов;

b) гидролиза кремниевых аддуктов;

c) формирования силикагеля из гидролизованных кремниевых аддуктов; и

d) высушивания силикагеля для получения кремнеземного аэрогеля,

причем способ дополнительно включает выделение гидроксилсодержащей органической молекулы, образованной при гидролизе кремниевого аддукта и/или при формировании силикагеля, и использования выделенной гидроксилсодержащей органической молекулы для получения еще одного кремниевого аддукта.

30. Способ согласно пункту 29, в котором указанные кремниевые аддукты могут быть определены согласно любому из пунктов 2-4.

31. Способ согласно любому из пунктов 29 или 30, в котором гидроксилсодержащая органическая молекула включает спирт, выбранный из группы, включающей метанол, этанол, изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, и их смеси, и/или жирную кислоту.

32. Способ согласно любому из пунктов 29-31, в котором выделение гидроксилсодержащей органической молекулы проводят в присутствии осушителя и/или нейтрализатора воды.

33. Способ согласно любому из пунктов 29-32, в котором по меньшей мере часть кремниевых аддуктов, полученных в стадии a), включает, в каждом случае независимо, по меньшей мере две различных R^x-группы, причем так, что по меньшей мере 50 мол.%, по меньшей мере 60 мол.%, по меньшей мере 70 мол.%, по меньшей мере 80 мол.%, или по меньшей мере 90 мол.%, кремниевых аддуктов, полученных в стадии a), включают, в каждом случае независимо, по меньшей мере две различных R^x-группы.

34. Способ согласно любому из пунктов 29-33, в котором процесс сушки проводят при давлении окружающей среды.

35. Кремнеземный аэрогель, включающий одну или многие гидрофобные боковые группы, причем гидрофобные боковые группы включают по меньшей мере одну $-O-R^x$-группу, причем R^x представляет собой группу согласно любому из пунктов 2-4, и предпочтительно гидрофобные боковые группы включают по меньшей мере одну алкоксигруппу и/или группу сложного эфира жирной кислоты.

36. Кремнеземный аэрогель согласно пункту 35, причем теплопроводность кремнеземного аэрогеля составляет менее 25 мВт/м·K при 25°C. Как используемый здесь, термин «гидрокарбил» или «гидрокарбил, имеющий от 1 до 30 атомов углерода»,

подразумевает нециклический углеводородный остаток, выбранный из группы, включающей линейный или разветвленный C_1-C_{30}-алкил и C_2-C_{30}-алкенил, или любые комбинации их. Примерные углеводородные группы представляют собой, например, метильную, этильную, пропильную, бутильную, амильную, изоамильную, гексильную, изобутильную, гептильную, октильную, нонильную, децильную, цетильную, и 2-этилгексильную группы.

Термин «карбонил», как здесь применяемый, означает атом углерода, связанный с атомом кислорода двойной связью, то есть, C=O.

Термин «гидрокарбилкарбонил» или «гидрокарбилкарбонил, имеющий от 2 до 31 атома углерода», подразумевает группу, имеющую формулу $-C(O)-R^y$, в которой R^y представляет гидрокарбил, как определенный здесь выше.

Нижеследующие примеры предназначены для иллюстрирования определенных вариантов осуществления настоящего изобретения.

ПРИМЕРЫ

ПРИМЕР 1

Получили золу рисовой шелухи выщелачиванием размолотой рисовой шелухи в 1-2-молярном (М) растворе серной кислоты в течение 4-6 часов при повышенной температуре около 50-100°С, полученной посредством микроволнового излучения. Затем выщелоченную кислотой рисовую шелуху тщательно промыли дистиллированной водой для удаления кислоты и примесей перед проведением сушки и преобразования в золу рисовой шелухи сжиганием при 500°С в течение 4-6 часов. 40 г только что полученной золы рисовой шелухи (содержащей около 30-38 г кремнезема) добавили к смеси, состоящей из 80-160 г метанола, 60-100 г изопропилового спирта, 40-60 г стеариновой кислоты, 3,3 г гидроксида калия, 5-25 г оксида калия, и 140 г диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана), в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перешивания со скоростью вращения 400 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли и нагревали до температуры в диапазоне 180-260°С под действием поля микроволнового излучения, и повысили давление до около 1-2 МПа, в то же время при перемешивании со скоростью 400-800 об/мин в течение 6-24 часов. Метанол, изопропиловый спирт и стеариновая кислота реагировали с оксидами кремния в золе рисовой шелухи с образованием алкоксидов кремния. Реакция была катализирована гидроксидом калия. Оксид калия и диметилацеталь ацетона использовали в качестве дегидратирующих агентов. После гидратации оксид калия превратился в гидроксид калия; диметилацеталь ацетона преобразовался в метанол и ацетон. Затем была получена смесь алкоксидов кремния в спирте и ацетоне, в которой по меньшей мере 90 мол.% образованных алкоксидов содержали не более трех атомов кремния. Свыше 90 мол.% алкоксидов кремния содержали 2 различных алкоксигруппы, в этом случае метоксигруппы и изопропоксигруппы. Свыше 10 мол.% алкоксидов кремния содержали 3 различных алкоксигруппы, в этом случае метоксигруппы, изопропоксигруппы, и алкоксигруппы стеариновой кислоты. Затем автоклав охладили и выдерживали при

температуре 50-60°С перед добавлением путем впрыскивания 18-50 г воды к образованной внутри смеси алкоксидов кремния, продолжая перемешивание при 200-700 об/мин в течение 1-15 минут, после чего перемешивание прекратили. Обработку микроволновым излучением продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, теперь золь-гель-материал, при температуре 50-60°С, для инициирования полного гелеобразования, старения и гидрофобизации, в течение 6-24 часов. Затем жидкостную фазу системы отделяли при давлении окружающей среды и температуре 150-170°С в течение 3 часов с приложением поля микроволнового излучения. Собрали спирт и ацетон, которые были удалены из системы во время процесса образования аэрогеля (пары были сконденсированы обратно до жидкостной фазы), и использовали для получения новых алкоксидов и золей. Образованные аэрогели получались в форме монолитов, кусков, и/или частиц, и были измельчены до более мелких частиц (1-10 мм). Аэрогели имели общую плотность около 100-150 кг/м^3, пористость свыше 90%, удельную площадь поверхности по BET около 500-700 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 10%, краевой угол смачивания поверхности более 110°, и теплопроводность около 18-35 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе метоксигруппы, изопропоксигруппы и алкоксигруппы стеариновой кислоты.

ПРИМЕР 1-А

32 г осажденного кремнезема добавили к смеси, состоящей из 100 г метанола, 60 г изопропилового спирта, 40 г стеариновой кислоты, 3,3 г гидроксида калия, 5 г оксида калия, и 140 г диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана), в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перемешивания со скоростью вращения 600 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли и заполнили диоксидом углерода для получения внутреннего давления 2 МПа. Затем автоклав нагревали до температуры 260°С, продолжая перемешивание со скоростью 600 об/мин в течение 24 часов. Метанол, изопропиловый спирт и стеариновая кислота реагировали с оксидами кремния осажденного кремнезема с образованием алкоксидов кремния. Реакции были катализированы гидроксидом калия и диоксидом углерода. Оксид калия и диметилацеталь ацетона использовали в качестве дегидратирующих агентов. После гидратации оксид калия превратился в гидроксид калия; диметилацеталь ацетона преобразовался в метанол и ацетон. После того, как автоклав охладили и выдерживали при температуре 50°С, оставшийся диоксид углерода медленно выпустили открыванием игольчатого клапана перед добавлением путем впрыскивания 40 г воды через распылительные сопла к образованной внутри смеси алкоксидов кремния, продолжая перемешивание при 600 об/мин в течение 15 минут, после чего перемешивание прекратили. Нагревание продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, теперь золь-гель-материал, при температуре 50-60°С, для инициирования полного гелеобразования и старения в течение 24 часов. Затем образованный гель измельчили в мелкие частицы геля (1-10 мм), и затем растворитель заменили пентаном. Затем жидкостную фазу гелевых частиц отделяли при давлении окружающей среды и

температуре 60°С в течение 20 минут, с последующей второй стадией сушки при 170°С в течение 30 минут с приложением поля микроволнового излучения. Собрали спирт, ацетон и пентан, которые были удалены из системы во время процесса образования аэрогеля (пары были сконденсированы обратно до жидкостной фазы), и использовали для получения новых алкоксидов, золей и гелей. Частицы аэрогеля имели общую плотность около 120-150 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 450 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 10%, краевой угол смачивания поверхности более 100°, и теплопроводность около 29 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе метоксигруппы, изопропоксигруппы и алкоксигруппы стеариновой кислоты.

ПРИМЕР 2

40 г кремнеземного песка со средним размером частиц 100 мкм смешали с 30 г карбоната калия в тигле, и поместили в электрическую печь, отрегулированную на 1300°С. Кремнеземный песок, смешанный с карбонатом калия, выдерживали при 1300°С в течение 2 часов. После охлаждения до комнатной температуры образованную стекломассу раздробили на мелкие куски и измельчили до частиц со средним размером 1-3 мм. 32 г измельченной стекломассы добавили к смеси 100 г метанола, 60 г трет-бутанола, 3 г гидроксида калия и 140 г триметоксиметана в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перемешивания со скоростью вращения 400 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли и заполнили диоксидом углерода для получения внутреннего давления 2,5 МПа. Затем автоклав нагревали до температуры 260°С, продолжая перемешивание со скоростью 800 об/мин в течение 24 часов. Метанол и трет-бутанол реагировали с оксидами кремния в стеклобое с образованием алкоксидов кремния. Триметоксиметан использовали в качестве нейтрализатора воды. После того, как автоклав охладили и выдерживали при температуре 50°С, оставшийся диоксид углерода медленно выпустили открыванием игольчатого клапана перед добавлением путем впрыскивания 40 г воды через распылительные сопла к образованной внутри смеси алкоксидов кремния, продолжая перемешивание при 600 об/мин в течение 15 минут, после чего перемешивание прекратили. Нагревание продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, теперь золь-гель-материал, при температуре 50-60°С, для инициирования полного гелеобразования и старения в течение 24 часов. Затем образованный гель измельчили в мелкие частицы геля (1-10 мм), и затем растворитель заменили пентаном. Затем жидкостную фазу гелевых частиц отделяли при давлении окружающей среды и температуре 60°С в течение 20 минут, с последующей второй стадией сушки при 170°С в течение 30 минут с приложением поля микроволнового излучения. Частицы аэрогеля имели общую плотность около 120-150 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 380 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 25%, краевой угол смачивания поверхности более 100°, и теплопроводность около 35 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе метоксигруппы и трет-бутоксигруппы.

ПРИМЕР 3

32 г пирогенного кремнезема добавили к смеси 80 г метанола, 80 г изопропилового спирта, 3 г гидроксида калия и 140 г диметоксипропана в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перемешивания со скоростью вращения 400 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли и заполнили диоксидом углерода для получения внутреннего давления 2,5 МПа. Затем автоклав нагревали до температуры 270°С, продолжая перемешивание со скоростью 800 об/мин в течение 24 часов. Метанол и изопропиловый спирт реагировали с оксидами кремния в стекломассе с образованием алкоксидов кремния. Диметоксипропан использовали в качестве нейтрализатора воды. После того, как автоклав охладили и выдерживали при температуре 50°С, оставшийся диоксид углерода медленно выпустили открыванием игольчатого клапана перед добавлением путем впрыскивания 36 г воды через распылительные сопла к образованной внутри смеси алкоксидов кремния, продолжая перемешивание при 600 об/мин в течение 15 минут, после чего перемешивание прекратили. Нагревание продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, теперь золь-гель-материал, при температуре 50-60°С, для инициирования полного гелеобразования и старения в течение 24 часов. Затем образованный гель измельчили в мелкие частицы геля (1-10 мм), и затем промыли свежим изопропиловым спиртом. Затем промытые частицы геля загрузили опять в автоклав, в который добавили дополнительный изопропиловый спирт, пока не были заполнены две трети внутреннего объема автоклава. Затем автоклав герметически закрыли, нагревали до 270°С и при давлении выше 90 бар (9 МПа). Через 30 минут давление медленно снизили до атмосферного давления со скоростью около 20 бар в час, в то же время поддерживая постоянную температуру около 270°С. Затем образованную жидкостную фазу гелевых частиц отделили сверхкритической экстракцией. Затем автоклав охладили до температуры окружающей среды и открыли. Затем только что полученные частицы аэрогеля высушили в печи с циркуляцией воздуха при 170°С в течение 1 часа для удаления любых остаточных следов поровой жидкости. Частицы аэрогеля имели общую плотность около 100-120 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 610 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 5%, краевой угол смачивания поверхности более 120°, и теплопроводность около 23 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе метоксигруппы и трет-бутоксигруппы.

ПРИМЕР 4

40 г кремнеземного песка со средним размером частиц 100 мкм смешали с 30 г карбоната калия в тигле, и поместили в электрическую печь, отрегулированную на 1300°С. Кремнеземный песок, смешанный с карбонатом калия, выдерживали при 1300°С в течение 3 часов. После охлаждения до комнатной температуры образованнуюй стекломассу раздробили на мелкие куски и измельчили до частиц со средним размером 1-3 мм. 32 г измельченной стекломассы добавили к смеси 100 г метанола, 60 г изобутанола, 3 г гидроксида калия и 140 г триметоксиметана в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перемешивания со скоростью вращения 400 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли и заполнили

диоксидом углерода для получения внутреннего давления 2,5 МПа. Затем автоклав нагревали до температуры 260°С, продолжая перемешивание со скоростью 800 об/мин в течение 24 часов. Метанол и изобутанол реагировали с оксидами кремния в стекломассе с образованием алкоксидов кремния. Триметоксиметан использовали в качестве нейтрализатора воды. Затем автоклав охладили до температуры окружающей среды, и оставшийся диоксид углерода медленно выпустили открыванием игольчатого клапана. Затем смесь алкоксидов, полученную в автоклаве, нагревали до 90°С для удаления избыточной жидкости, пока масса не сократилась до 140-150 г. К этой смеси алкоксидов добавили раствор 63 г метанола и 40 г воды при перемешивании со скоростью 600 об/мин. После перемешивания при 600 об/мин в течение 15 минут перемешивание прекратили, и золь вылили в форму и закупорили на 24 часа. Образованный гель затем измельчили в порошок из мелких частиц геля (1-10 мм), и затем растворитель заменили на пентан. Затем жидкостную фазу гелевых частиц экстрагировали при давлении окружающей среды и температуре 60°С в течение 20 минут, с последующей второй стадией сушки при 170°С в течение 30 минут с приложением поля микроволнового излучения. Частицы аэрогеля имели общую плотность около 130-150 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 355 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 25%, краевой угол смачивания поверхности более 100°, и теплопроводность около 32 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе метоксигруппы и изобутоксигруппы.

ПРИМЕР 5

32 г осажденного кремнезема добавили к смеси 120 г метанола, 40 г изопропилового спирта, 2 г гидроксида калия, 8 г пентиламина (1-аминопентана), и 140 г триметоксиметана, в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перемешивания со скоростью вращения 400 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли и заполнили диоксидом углерода для получения внутреннего давления 3 МПа. Затем автоклав нагревали до температуры 260°С, продолжая перемешивание со скоростью 800 об/мин в течение 24 часов. Метанол и изопропиловый спирт реагировали с оксидами кремния осажденного кремнезема с образованием алкоксидов кремния. Гидроксид калия и пентиламин катализировали образование алкоксидов кремния. Метанол и изопропиловый спирт реагировали с диоксидом углерода с образованием алкилкарбонатов (главным образом диметилкарбоната). Алкилкарбонаты связывали пентиламин с оксидами кремния. Триметоксиметан использовали в качестве нейтрализатора воды. Затем автоклав охладили и выдерживали при температуре 50°С, оставшийся диоксид углерода медленно выпустили открыванием игольчатого клапана. Затем через распылительные сопла добавили 36 г воды к образованной внутри смеси алкоксидов кремния, продолжая перемешивание при 600 об/мин в течение 15 минут, после чего перемешивание прекратили. Нагревание продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, теперь золь-гель-материал, при температуре 50-60°С, для инициирования полного гелеобразования и старения в течение 24 часов. Затем гель подвергали обмену растворителя на жидкий диоксид углерода в автоклаве на протяжении

двух дней. После заполнения автоклава по меньшей мере на половину его внутреннего объема жидким диоксидом углерода автоклав герметически закрыли и нагревали до 50°С с повышением давления до 100 бар (10 МПа). Через 30 минут давление медленно снизили до атмосферного давления со скоростью около 20 бар в час, продолжая поддерживать постоянную температуру около 50°С. Затем по существу жидкостную фазу частиц геля (главным образом диоксид углерода) удалили сверхкритической экстракцией. Затем автоклав охладили до температуры окружающей среды и открыли. Аэрогель получился в форме монолитов, кусков и частиц. Аэрогель имел общую плотность около 90-110 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 680 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 15%, краевой угол смачивания поверхности более 100°, и теплопроводность около 22 мВт/м·К.

ПРИМЕР 6

Получили золу рисовой шелухи выщелачиванием размолотой рисовой шелухи в 2-молярном (М) растворе серной кислоты в течение 6 часов при повышенной температуре около 90°С, полученной посредством микроволнового излучения. Затем выщелоченную кислотой рисовую шелуху тщательно промыли дистиллированной водой для удаления кислоты и примесей перед проведением сушки и преобразования в золу рисовой шелухи сжиганием при 500°С в течение 6 часов. 40 г только что полученной золы рисовой шелухи, содержащей около 36 г кремнезема, добавили к смеси, состоящей из 80 г метанола, 256 г изопропилового спирта, 16 г карбоната калия, и 48 г мочевины, в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перемешивания со скоростью вращения 400 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли и заполнили диоксидом углерода до получения внутреннего давления 0,5 МПа. Затем автоклав нагревали до температуры 260°С, в то же время при перемешивании со скоростью 800 об/мин в течение 24 часов. Метанол и изопропиловый спирт реагировали с оксидами кремния в золе рисовой шелухи с образованием алкоксидов кремния. Реакции катализировались карбонатом калия и мочевиной. Затем автоклав охладили и выдерживали при температуре 50°С, в то же время медленно выпуская диоксид углерода открыванием игольчатого клапана. Затем добавили 40 г воды через распылительные сопла к смеси алкоксидов кремния в автоклаве, продолжая перемешивание при 600 об/мин в течение 15 минут, после чего перемешивание прекратили. Нагревание продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, теперь золь-гель-материал, при температуре 50-60°С, для инициирования полного гелеобразования и старения в течение 24 часов. Затем образованный гель измельчили до мелких частиц геля (1-10 мм), и затем растворитель заменили на пентан. Затем жидкостную фазу частиц геля экстрагировали при давлении окружающей среды и температуре 60°С в течение 20 минут, с последующей второй стадией сушки при 170°С в течение 30 минут с приложением поля микроволнового излучения. Частицы аэрогеля имели общую плотность около 140-160 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 260 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 25%, краевой угол

смачивания поверхности более 100°, и теплопроводность около 37 мВт/м·К.

ПРИМЕР 7

Получили золу жмыха сахарного тростника выщелачиванием измельченного жмыха сахарного тростника в 1-2-молярном (М) растворе серной кислоты в течение 4-6 часов при повышенной температуре около 50-100°С, полученной посредством микроволнового излучения. В течение 1 часа проводили ультразвуковую обработку с использованием ультразвукового зонда для улучшения экстракции оксидов кремния из жмыха сахарного тростника. Затем выщелоченный кислотой жмых сахарного тростника тщательно промыли дистиллированной водой и профильтровали для удаления кислоты и примесей перед проведением сушки и преобразования в золу жмыха сахарного тростника сжиганием при 500-600°С в течение 4-6 часов. Смесь 100-180 г метанола и 80-120 г изопропилового спирта получили в баковом реакторе с непрерывным перемешиванием емкостью 1 л при скорости перемешивания около 400-800 об/мин и температуре в диапазоне 180-260°С с приложением поля микроволнового излучения. Затем смесь метанола и изопропилового спирта подали в еще один баковый реактор с непрерывным перемешиванием емкостью 1 л, содержащий 40 г золы жмыха сахарного тростника (содержащей около 30-38 г кремнезема), 3,3 г гидроксида калия, 5-25 г оксида калия и 140 г диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана), при перемешивании со скоростью около 400-800 об/мин, с нагреванием до температуры в диапазоне 180-260°С посредством поля микроволнового излучения, и под давлением около 1-2 МПа, в течение 6-24 часов. Метанол и изопропиловый спирт реагировали с оксидами кремния в золе жмыха сахарного тростника с образованием алкоксидов кремния. Реакция была катализирована гидроксидом калия. Оксид калия и диметилацеталь ацетона использовали в качестве дегидратирующих агентов. После гидратации оксид калия превратился в гидроксид калия; диметилацеталь ацетона преобразовался в метанол и ацетон. Затем была получена смесь алкоксидов кремния в спирте и ацетоне, в которой по меньшей мере 90 мол.% образованных алкоксидов содержали не более трех атомов кремния. Свыше 90 мол.% алкоксидов кремния содержали 2 различных алкоксигруппы, в этом случае метоксигруппы и изопропоксигруппы. Затем концентрацию кремнезема (в процентах по массе) в смеси алкоксидов кремния в спирте и ацетоне скорректировали до 6-10 вес.%, с последующим переносом в третий баковый реактор с непрерывным перемешиванием емкостью 1 л с перемешиванием при скорости от около 200 до 500 об/мин. К смеси при перемешивании добавили 40-60 г олеиновой кислоты. Затем сформировали золь после добавления 20-50 г воды к реакционной смеси для начала гидролиза (основнокатализируемого) оксидов кремния при перемешивании. Перемешивание прекратили через 5-15 минут после добавления воды. Золь выдерживали при температуре в диапазоне от около 50°С до 70°С посредством микроволнового излучения. Спустя около 20-40 минут золь превратился в гель. Некоторые из гидрофобных алкоксигрупп спиртов и олеиновой кислоты стали присоединенными к сетчатой структуре кремнезема во время и после формирования этой сетчатой структуры. Приложение микроволнового излучения

продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, материал геля, при температуре 50-70°С, для инициирования полного гелеобразования, старения и гидрофобизации. Весь золь-гель-процесс продолжался в течение 6-24 часов. Образованные гели были извлечены из реактора и получились в форме монолитов, кусков и/или частиц, и были измельчены до более мелких частиц (1-10 мм) перед сушкой в печи с циркуляцией воздуха. Частицы геля были сначала высушены при давлении окружающей среды при комнатной температуре в течение 4 часов. Затем температуру сушки настроили на 50°С и выдерживали эту температуру в течение 2 часов, с последующей стадией окончательной сушки при температуре 160°С в течение 2 часов для стимулирования эффекта упругого последействия, все при давлении окружающей среды. Спирт и ацетон, которые были удалены из системы во время технологического процесса, были собраны (пары были сконденсированы обратно в жидкостную фазу) и использованы для получения новых алкоксидов и золей. Конечная усадка общего объема была менее 20%, что было измерено для полученных аэрогелей. Аэрогели имели общую плотность около 100-150 кг/м^3, пористость свыше 90%, удельную площадь поверхности по BET около 500-700 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 10%, краевой угол смачивания поверхности более 110°, и теплопроводность около 18-35 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе метоксигруппы, изопропоксигруппы и алкоксигруппы олеиновой кислоты.

ПРИМЕР 7-А

Получили золу жмыха сахарного тростника выщелачиванием измельченного жмыха сахарного тростника в 2-молярном (М) растворе серной кислоты в течение 6 часов при повышенной температуре около 90°С, полученной посредством микроволнового излучения. В течение 1 часа проводили ультразвуковую обработку с использованием ультразвукового зонда для улучшения экстракции оксидов кремния из жмыха сахарного тростника. Затем выщелоченный кислотой жмых сахарного тростника тщательно промыли дистиллированной водой и профильтровали для удаления кислоты и примесей перед проведением сушки и преобразования в золу жмыха сахарного тростника сжиганием при 550°С в течение 6 часов. Смесь 120 г метанола и 80 г изопропилового спирта получили в баковом реакторе с непрерывным перемешиванием емкостью 1 л при скорости перемешивания около 600 об/мин и температуре 250°С. Затем в смесь метанола и изопропилового спирта ввели диоксид углерода до давления 2 МПа. Затем смесь подали в еще один баковый реактор с непрерывным перемешиванием емкостью 1 л, содержащий 40 г золы жмыха сахарного тростника (содержащей около 37 г кремнезема), 3,3 г гидроксида калия, 15 г оксида калия и 140 г диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана), при перемешивании со скоростью около 600 об/мин, с нагреванием до температуры в диапазоне 250°С, и и выдерживали в этих условиях в течение 24 часов. Метанол и изопропиловый спирт реагировали с оксидами кремния в золе жмыха сахарного тростника с образованием алкоксидов кремния. Реакция была катализирована гидроксидом калия. Оксид калия и диметилацеталь ацетона использовали в качестве дегидратирующих агентов. После гидратации оксид калия превратился в гидроксид калия; диметилацеталь

ацетона преобразовался в метанол и ацетон. Затем была получена смесь алкоксидов кремния в спирте и ацетоне. Затем концентрацию кремнезема (в процентах по массе) в смеси алкоксидов кремния в спирте и ацетоне скорректировали до 8 вес.%, с последующим переносом в третий баковый реактор с непрерывным перемешиванием емкостью 1 л с перемешиванием при скорости 500 об/мин. К смеси при перемешивании добавили 40 г олеиновой кислоты. Затем сформировали золь после добавления 40 г воды к реакционной смеси для начала гидролиза (основнокатализируемого) оксидов кремния при перемешивании. Перемешивание прекратили через 15 минут после добавления воды. Золь выдерживали при температуре около 50°С посредством микроволнового излучения. Спустя около 40-60 минут золь превратился в гель. Некоторые из гидрофобных алкоксигрупп спиртов и олеиновой кислоты стали присоединенными к сетчатой структуре кремнезема во время и после формирования этой сетчатой структуры. Приложение микроволнового излучения продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, материал геля, при температуре 50-70°С, для инициирования полного гелеобразования, старения и гидрофобизации. Образованные гели были извлечены из реактора и получились в форме монолитов, кусков и/или частиц, и были измельчены до более мелких частиц (1-10 мм) перед сушкой в печи с циркуляцией воздуха. Частицы геля были сначала высушены при давлении окружающей среды при комнатной температуре в течение 4 часов. Затем температуру сушки настроили на 50°С и выдерживали эту температуру в течение 2 часов, с последующей стадией окончательной сушки при температуре 160°С в течение 2 часов для стимулирования эффекта упругого последействия, все при давлении окружающей среды. Спирт и ацетон, которые были удалены из системы во время технологического процесса, были собраны (пары были сконденсированы обратно в жидкостную фазу) и использованы для получения новых алкоксидов и золей. Конечная усадка общего объема была менее 40%, что было измерено для полученных аэрогелей. Аэрогели имели общую плотность около 130-150 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 340 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 20%, краевой угол смачивания поверхности более 110°, и теплопроводность около 35 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе метоксигруппы, изопропоксигруппы и алкоксигруппы олеиновой кислоты.

ПРИМЕР 8

Золу рисовой шелухи получили таким же способом, как описано в Примере 1, за исключением применения 4-5 М раствора олеиновой кислоты вместо 1-2 М раствора серной кислоты. В реактор с пульсирующим потоком заранее загрузили 40 г золы рисовой шелухи (содержащей около 30-38 г кремнезема), 3,5-4,5 г карбоната калия и 5-25 г оксида калия. Затем в реактор постепенно и непрерывно подавали смесь 100-180 г метанола, 80-120 г изопропилового спирта и 140 г диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана) в жидкостной или паровой форме, сопровождаемой потоком диоксида углерода как газа-носителя при давлении загрузки 1-3 МПа. Температура и давление реакции составляли около 100-300°С и 1-3 МПа, соответственно. Тепло подводили посредством

микроволнового излучения. Смесь метанола, изопропилового спирта и диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана) вовлекали в рециркуляцию для стимулирования реакции с оксидами кремния. Совокупное время реакции варьировало от 2 до 12 часов. Получили непрерывный поток смеси алкоксидов кремния в спирте и ацетоне, в котором по меньшей мере 90 мол.% образованных алкоксидов содержали не более трех атомов кремния. Свыше 80 мол.% алкоксидов кремния содержали 2 различных алкоксигруппы, в этом случае метоксигруппы и изопропоксигруппы. Затем был непрерывно сформирован золь после непрерывного добавления воды к смеси алкоксидов кремния (при молярном отношении «вода/кремний» 4-10) в спирте и ацетоне для начала гидролиза (основнокатализируемого) оксидов кремния. Концентрация кремнезема (в процентах по массе) в золе скорректировали до 6-10 вес.% перед распылением в виде капель в проточную среду или на нее, такую как ванна, для получения дискретных частиц или гранул геля. Струю распыленных капель золя получали нагнетанием золя через дозирующее сопло. Капли золя были бы преобразованы в частицы геля с величиной от около 1 до 5 мм за время около 1-15 минут, и были перенесены на конвейерную ленту в ванне с этанолом и действующую при температуре 50-70°С с подведением микроволнового излучения в течение 15-30 минут. Частицы геля затем были собраны на сухой конвейерной ленте и высушены при давлении окружающей среды при температуре 160°С с подведением микроволнового излучения в течение 15-30 минут. Спирт и ацетон, которые были удалены из системы во время технологического процесса, были собраны (пары были сконденсированы опять в жидкостную фазу) и использованы для получения новых алкоксидов и золей. Конечная усадка общего объема была менее 20%, что было измерено для полученных аэрогелей. Аэрогели имели общую плотность около 100-150 кг/м^3, пористость свыше 90%, удельную площадь поверхности по BET около 500-700 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 10%, краевой угол смачивания поверхности более 110°, и теплопроводность около 18-35 мВт/м·К.

ПРИМЕР 8-А

Золу рисовой шелухи получили таким же способом, как описано в Примере 6, за исключением применения 5 М раствора олеиновой кислоты вместо 2 М раствора серной кислоты. 40 г золы рисовой шелухи, содержащей около 35 г кремнезема, добавили к смеси 3,5 г карбоната калия, 10 г оксида калия, 120 г метанола, 80 г изопропилового спирта и 140 г диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана), в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащей магнитную мешалку для перемешивания со скоростью 600 об/мин. Автоклав герметически закрыли и заполнили диоксидом углерода до давления 2,5 МПа. Затем автоклав нагревали до 260°С и выдерживали при этой температуре в течение 48 часов. Метанол и изопропиловый спирт реагировали с оксидами кремния в золе рисовой шелухи с образованием алкоксидов кремния. После того, как автоклав охладили и выдерживали при температуре 50°С, оставшийся диоксид углерода медленно выпустили открыванием игольчатого клапана перед добавлением 40 г воды путем впрыскивания через распылительные сопла к образованной внутри смеси

алкоксидов кремния, в то же время с перемешиванием при 600 об/мин в течение 15 минут, после чего перемешивание прекратили. Нагревание продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, теперь золь-гель-материал, при температуре 50-60°С, для стимулирования завершения гелеобразования и старения, в течение 24 часов. Затем образованный гель измельчили до мелких частиц геля (1-10 мм), и затем растворитель заменили на пентан. Затем жидкостную фазу частиц геля экстрагировали при давлении окружающей среды и температуре 60°С в течение 20 минут, с последующей второй стадией сушки при 170°С в течение 30 минут посредством поля микроволнового излучения. Конечная усадка общего объема была менее 30%, что было измерено для полученных аэрогелей. Аэрогели имели общую плотность около 130-150 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 290 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 30%, краевой угол смачивания поверхности более 100°, и теплопроводность около 36 мВт/м·К.

ПРИМЕР 9

Для получения смеси алкоксидов кремния в качестве источника кремнезема использовали кремнеземный песок. Сначала частицы кремнеземного песка раздробили с помощью щековой дробилки до частиц со средним размером 5-50 мкм. Затем 40 г кремнеземного песка добавили к смеси, состоящей из 100-180 г метанола, 80-120 г изопропилового спирта, 3 г гидроксида цезия, 5-25 г пропиленоксила (акцептора протонов), и 140 г диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана), в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перемешивания при 400 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли, нагревали до температуры в диапазоне 200-260°С подведением поля микроволнового излучения, заполнили диоксидом углерода и повысили давление до около 2-4 МПа, в то же время с перемешиванием при 400-800 об/мин в течение 72 часов. Метанол и изопропиловый спирт реагировали с кремнеземом с образованием алкоксидов кремния. Около 70 вес.% кремнезема были преобразованы в алкоксиды кремния. Затем получили смесь алкоксидов кремния в спирте и ацетоне, в которой по меньшей мере 90 мол.% образованных алкоксидов содержали не более трех атомов кремния. Свыше 80 мол.% алкоксидов кремния содержали 2 различных алкоксигруппы, в этом случае метоксигруппы и изопропоксигруппы. Затем концентрацию кремнезема (в процентах по массе) в смеси алкоксидов кремния в спирте и ацетоне скорректировали до 6-10 вес.%, при этом с переносом в еще один баковый реактор с непрерывным перемешиванием емкостью 1 л при перемешивании со скоростью от около 200 до 500 об/мин. Непрореагировавший кремнезем оставался в первом реакторе (автоклаве). Затем сформировали золь, и дополнительно обработали с образованием аэрогеля, следуя такой же методике, как описано в Примере 7. Конечная усадка общего объема более 20%, но менее 50%, была измерена для полученных аэрогелей. Аэрогели имели общую плотность около 130-170 кг/м^3, пористость свыше 80%, удельную площадь поверхности по BET около 400-600 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 15%, краевой угол смачивания поверхности более 100°,

и теплопроводность около 25-35 мВт/м·К.

ПРИМЕР 10

Золь получили согласно методике, описанной в Примере 7. Затем такой же объем золя равномерно распылили через мобильное дозирующее сопло на полотно с размером 25 см×25 см×1 см (длина×ширина×толщина), сформированное из стеклянных волокон. Пропитанное золем полотно нагревали до температуры 40-70°С посредством поля микроволнового излучения в течение 5 часов, чтобы завершить гелеобразование, старение и гидрофобизации, вместе с тем время от времени с опрыскиванием этанолом для предотвращения высыхания геля в полотне. Затем полотно высушили при давлении окружающей среды и температуре 80°С в течение 2 часов, с последующей сушкой при 160°С в течение 2 часов посредством поля микроволнового излучения. Получили полотно аэрогеля, имеющее 24-часовое водопоглощение менее 10%, краевой угол смачивания поверхности более 110°, и теплопроводность около 20-30 мВт/м·К.

ПРИМЕР 10-А

Золь получили согласно методике, описанной в Примере 1-А. Волокнистый ватин с размером 25 см×25 см×1 см (длина×ширина×толщина), сформированный из стеклянных волокон, погрузили в ванну, содержащую золь, в течение 30 минут. Затем пропитанное золем полотно нагревали до температуры 60°С посредством поля микроволнового излучения в течение 15 минут, чтобы завершить гелеобразование, старение и гидрофобизации, вместе с тем время от времени с опрыскиванием этанолом для предотвращения высыхания геля в полотне. Затем полотно высушили при давлении окружающей среды и температуре 90°С в течение 20 минут, с последующей сушкой при 160°С в течение 20 минут посредством поля микроволнового излучения. Получили полотно аэрогеля, имеющее 24-часовое водопоглощение менее 30%, краевой угол смачивания поверхности более 110°, и теплопроводность около 33 мВт/м·К.

ПРИМЕР 11

Аэрогели получили согласно такой же методике, описанной в Примере 1, за исключением состава реакционной смеси для получения смеси алкоксидов кремния. Вместо метанола и изопропилового спирта применяли этанол и трет-бутанол, соответственно. Конечная усадка общего объема была менее 20%, по измерению для полученных аэрогелей. Аэрогели имели общую плотность около 100-150 кг/м^3, пористость свыше 90%, удельную площадь поверхности по BET около 500-700 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 10%, краевой угол смачивания поверхности более 110°, и теплопроводность около 18-35 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе этоксигруппы, трет-бутоксигруппы и алкоксигруппы стеариновой кислоты.

ПРИМЕР 11-А

Аэрогели получили согласно такой же методике, описанной в Примере 1-А, за исключением состава реакционной смеси для получения смеси алкоксидов кремния. Вместо метанола и изопропилового спирта применяли этанол и трет-бутанол, соответственно. Конечная усадка общего объема была менее 40%, по измерению для

полученных аэрогелей. Аэрогели имели общую плотность около 110-140 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 380 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 20%, краевой угол смачивания поверхности более 100°, и теплопроводность около 34 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе этоксигруппы, трет-бутоксигруппы и алкоксигруппы стеариновой кислоты.

ПРИМЕР 12

40 г золы рисовой шелухи (полученной, как в Примере 1, содержащей около 30-38 г кремнезема) добавили к смеси, состоящей из 100-180 г метанола, 60-100 г изопропилового спирта, 50-60 г этенола (винилового спирта), 3,3 г гидроксида калия, 5-25 г оксида калия, и 140 г диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана), в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перемешивания со скоростью 400 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли и нагревали до температуры в диапазоне 180-260°С подведением поля микроволнового излучения, и с повышением давления до около 1-2 МПа, в то же время с перемешиванием при 400-800 об/мин в течение 6-24 часов. Метанол, изопропиловый спирт и этенол реагировали с оксидами кремния золы рисовой шелухи с образованием алкоксидов кремния. Реакция катализировалась гидроксидом калия. Оксид калия и диметилацеталь ацетона использовали в качестве дегидратирующих агентов. После гидратации оксид калия превратился в гидроксид калия; диметилацеталь ацетона преобразовался в метанол и ацетон. Затем была получена смесь алкоксидов кремния в спирте и ацетоне, в которой по меньшей мере 90 мол.% образованных алкоксидов содержали не более трех атомов кремния. Свыше 50 мол.% алкоксидов кремния содержали 3 различных алкоксигруппы, в этом случае метоксигруппы, изопропоксигруппы и винилоксигруппы. Свыше 40 мол.% алкоксидов кремния содержали 2 различных алкоксигруппы, в этом случае метоксигруппы и изопропоксигруппы. Затем автоклав охладили и выдерживали при температуре 120-180°С перед добавлением путем впрыскивания 5-7 г ди-трет-бутилпероксида (DTBP) к образованной внутри смеси алкоксидов кремния, продолжая перемешивание при 200-700 об/мин в течение 15 минут, после чего перемешивание прекратили. Температуру поддерживали при 120-180°С в течение 48 часов. Затем автоклав охладили и выдерживали при температуре 50-60°С перед добавлением путем впрыскивания 18-50 г воды, содержащей 10 г монооктилового простого эфира диэтиленгликоля в качестве поверхностно-активного вещества, к образованной внутри полимеризованной смеси алкоксидов кремния, в то же время продолжая перемешивание при 200-700 об/мин в течение 1-15 минут, после чего перемешивание прекратили. Обработку микроволновым излучением продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, теперь золь-гель-материал, при температуре 50-60°С в течение 6-24 часов, для инициирования полного гелеобразования, полимеризации, старения и гидрофобизации. Затем жидкостную фазу системы экстрагировали при давлении окружающей среды и температуре 150-170°С в течение 3 часов с приложением поля микроволнового излучения. Собрали спирт и ацетон, которые были удалены из системы во время процесса

образования аэрогеля (пары были сконденсированы обратно до жидкостной фазы), и использовали для получения новых алкоксидов и золей. Образованные аэрогели получались главным образом в форме монолитов и кусков. Аэрогели имели общую плотность около 100-150 кг/м^3, пористость свыше 90%, удельную площадь поверхности по BET около 500-700 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 10%, краевой угол смачивания поверхности более 110°, и теплопроводность около 18-35 мВт/м·К.

ПРИМЕР 12-А

40 г золы рисовой шелухи (полученной, как в Примере 6) добавили к смеси, состоящей из 100 г метанола, 60 г изопропилового спирта, 50 г этенола (винилового спирта), 3,3 г гидроксида калия, 5 г оксида калия, и 140 г диметилацеталя ацетона (2,2-диметоксипропана), в автоклаве из нержавеющей стали с внутренним объемом 1 л, содержащем магнитную мешалку для перемешивания со скоростью 600 об/мин. Затем автоклав герметически закрыли и заполнили диоксидом углерода до давления 2,5 МПа, перед проведением нагревания до температуры 260°С в течение 24 часов. Метанол, изопропиловый спирт и этенол реагировали с оксидами кремния золы рисовой шелухи с образованием алкоксидов кремния. Реакция катализировалась гидроксидом калия. Оксид калия и диметилацеталь ацетона были использованы в качестве дегидратирующих агентов. После гидратации оксид калия превратился в гидроксид калия; диметилацеталь ацетона преобразовался в метанол и ацетон. Затем была получена смесь алкоксидов кремния в спирте и ацетоне. Затем автоклав охладили и выдерживали при температуре 90°С перед добавлением путем впрыскивания 5 г ди-трет-бутилпероксида (DTBP) к образованной внутри смеси алкоксидов кремния, продолжая перемешивание при 400 об/мин в течение 15 минут, после чего перемешивание прекратили. Температуру поддерживали при 90°С в течение 48 часов. Затем автоклав охладили и выдерживали при температуре 50°С перед добавлением путем впрыскивания 40 г воды, содержащей 10 г монооктилового простого эфира диэтиленгликоля в качестве поверхностно-активного вещества, к образованной внутри полимеризованной смеси алкоксидов кремния, в то же время продолжая перемешивание при 500 об/мин в течение 15 минут, после чего перемешивание прекратили. Воздействие микроволнового излучения продолжали, чтобы поддерживать реакционную среду, теперь золь-гель-материал, при температуре 50°С в течение 24 часов, для инициирования полного гелеобразования, полимеризации, старения и гидрофобизации. Затем жидкостную фазу системы экстрагировали при давлении окружающей среды и температуре 150-170°С в течение 30 минут с приложением поля микроволнового излучения. Собрали спирт и ацетон, которые были удалены из системы во время процесса образования аэрогеля (пары были сконденсированы обратно до жидкостной фазы) и использовали для получения новых алкоксидов и золей. Образованные частицы аэрогеля имели общую плотность около 100-120 кг/м^3, пористость свыше 50%, удельную площадь поверхности по BET около 450 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 20%, краевой угол смачивания поверхности более 110°, и теплопроводность около 31 мВт/м·К.

ПРИМЕР 13

Аэрогели были получены согласно такой же методике, описанной в Примере 1, за исключением состава реакционной смеси для получения смеси алкоксидов кремния. Вместо метанола и изопропилового спирта использовали н-бутанол и трет-бутанол, соответственно. Конечная усадка общего объема была менее 20%, по измерению для полученных аэрогелей. Аэрогели имели общую плотность около 110-150 кг/м^3, пористость свыше 90%, удельную площадь поверхности по BET около 500-700 м^2/г, 24-часовое водопоглощение менее 10%, краевой угол смачивания поверхности более 100°, и теплопроводность около 18-35 мВт/м·К. Аэрогель имел на своем каркасе бутоксигруппы, трет-бутоксигруппы и алкоксигруппы стеариновой кислоты.

В то время, как здесь были описаны и иллюстрированы некоторые варианты осуществления настоящего изобретения, специалистам с обычной квалификацией в этой области технологии будет легко представимым многообразие других средств и/или структур для исполнения функций, и/или получения результатов, и/или одного или многих преимуществ, как здесь описанных, и каждые из таких вариантов и/или модификаций считаются входящими в пределы области настоящего изобретения. В более общем смысле, квалифицированным специалистам в этой области технологии будет без труда понятно, что все параметры, размеры, материалы и конфигурации, описанные здесь, предполагаются примерными, и что фактические параметры, размеры, материалы и/или конфигурации будут зависеть от конкретного варианта или вариантов применения, для которых использованы инструкции настоящего изобретения. Квалифицированным специалистам в этой области технологии будет понятно, или они будут в состоянии выяснить с использованием не более чем обычных экспериментов, многие эквиваленты конкретных описанных здесь вариантов осуществления изобретения. Поэтому должно быть понятно, что вышеизложенные варианты осуществления приведены только как примеры, и что, в пределах пунктов прилагаемой формулы изобретения и их эквивалентов, изобретение может быть практически исполнено иным образом, нежели тем, который конкретно описан и заявлен. Настоящее изобретение направлено на каждые из описанных здесь индивидуальных признаков, системы, изделия, материала и/или способа. В дополнение, любая комбинация двух или многих таких признаков, систем, изделий, материалов и/или способов, если такие признаки, системы, изделия, материалы и/или способы не являются взаимно несовместимыми, включена в пределы области настоящего изобретения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения аэрогеля, причем способ включает

введение в реакцию источника кремнезема с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами, с образованием тем самым алкоксида кремния;

гидролиз алкоксида кремния;

формирование силикагеля из гидролизованного алкоксида кремния;

и высушивание силикагеля для получения аэрогеля.

2. Способ по п. 1, в котором источник кремнезема включает кремнезем, выделенный из рисовой шелухи, кремнеземного песка, кремнезем, выделенный из стекла, и/или кремнезем, полученный из стеклянного волокна.

3. Способ по любому из п.п. 1-2, в котором гидроксилсодержащая органическая молекула включает спирт и/или жирную кислоту, причем, необязательно, спирт представляет собой алкиловый спирт, такой как C_1-C_{18}-алкиловый спирт, предпочтительно C_1-C_5-алкиловый спирт.

4. Способ по любому из п.п. 1-3, в котором гидроксилсодержащая органическая молекула включает спирт, выбранный из группы, включающей метанол, этанол, изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, и их смеси, и/или жирную кислоту.

5. Способ по любому из п.п. 1-4, в котором источник кремнезема реагирует со смесью, включающей

i) метанол и/или этанол, и

ii) один или многие C_3-C_5-спирты, такие как C_3-C_5-спирты, выбранные из группы, включающей изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, амиловый спирт,

iii) необязательно, жирную кислоту и

iv) необязательно, органический полимер, предпочтительно полиол, более предпочтительно поливиниловый спирт.

6. Способ по п. 5, в котором молярное отношение i) метанола и/или этанола к ii) одному или многим C_3-C_5-спиртам в смеси составляет величину между 1:1 и 4:1, предпочтительно между 2:1 и 3:1.

7. Способ по любому из п.п. 1-6, в котором алкоксид кремния включает по меньшей мере две различных алкоксигруппы.

8. Способ по любому из п.п. 1-7, в котором алкоксид кремния включает

(A)

i) метоксигруппу и/или этоксигруппу, и

ii) одну или многие C_3-C_5-алкоксигруппы, такие как одна или многие C_3-C_5-алкоксигруппы, выбранные из группы, включающей изопропоксигруппу, н-пропоксигруппу, трет-бутоксигруппу, втор-бутоксигруппу, н-бутоксигруппу, и амилоксигруппу, и

iii) необязательно, группу сложного эфира жирной кислоты, или

(B)

i) одну или многие C_3-C_5-алкоксигруппы, такие как одна или многие C_3-C_5-алкоксигруппы, выбранные из группы, включающей изопропоксигруппу, н-пропоксигруппу, трет-бутоксигруппу, втор-бутоксигруппу, н-бутоксигруппу, и амилоксигруппу, и

ii) группу сложного эфира жирной кислоты, и

(C)

i) н-бутоксигруппу и/или трет-бутоксигруппу, и

ii) группу сложного эфира жирной кислоты.

9. Способ по любому из п.п. 1-8, в котором алкоксид кремния включает метоксигруппу и изопропоксигруппу.

10. Способ по любому из п.п. 1-9, в котором высушивание выполняют при давлении окружающей среды.

11. Способ по любому из п.п. 1-10, в котором высушивание выполняют в присутствии микроволнового излучения.

12. Способ по любому из п.п. 1-11, в котором высушивание выполняют сверхкритической экстракцией поровой жидкости из силикагеля.

13. Способ по любому из п.п. 1-12, в котором аэрогель включает алкоксигруппу на своей поверхности.

14. Способ по любому из п.п. 1-13, в котором аэрогель включает изопропоксигруппу на своей поверхности.

15. Способ по любому из п.п. 1-14, в котором аэрогель проявляет краевой угол смачивания поверхности свыше 100°.

16. Способ по любому из п.п. 1-15, в котором аэрогель проявляет 24-часовое водопоглощение менее 15%.

17. Способ по любому из п.п. 1-16, в котором гидрофобная группа присоединена к силикагелю при содействии микроволнового излучения.

18. Способ по любому из п.п. 1-17, в котором гидрофобная группа присоединена к силикагелю в сверхкритических условиях.

19. Способ по любому из п.п. 1-18, в котором формирование алкоксида кремния выполняют в присутствии осушителя и/или нейтрализатора воды.

20. Способ по любому из п.п. 1-19, в котором формирование алкоксида кремния проводят в присутствии катализатора, включающего, или выбранного из них, основание, соль аммония, фторидное соединение, и их смеси.

21. Способ по любому из п.п. 1-20, в котором основание выбирают из группы, включающей гидроксид щелочного металла, гидроксид щелочноземельного металла, аммиак, гидроксид аммония, первичный амин, вторичный амин, третичный амин, четвертичное производное амина, и их смеси.

22. Способ по п. 20, в котором гидролиз алкоксида кремния и/или формирование

силикагеля катализируются катализатором, используемым для катализа образования алкоксида кремния.

23. Способ по любому из п.п. 1-21, причем способ дополнительно включает стадию выделения гидроксилсодержащей органической молекулы из гидролиза алкоксида кремния и/или из формирования силикагеля; и использование выделенной гидроксилсодержащей органической молекулы для получения еще одного алкоксида кремния.

24. Способ получения кремнеземного аэрогеля, причем способ включает

введение в реакцию источника кремнезема с одной или многими гидроксилсодержащими органическими молекулами, с образованием тем самым алкоксида кремния;

гидролиз алкоксида кремния;

формирование силикагеля из гидролизованного алкоксида кремния;

и высушивание силикагеля для получения кремнеземного аэрогеля;

причем способ дополнительно включает выделение гидроксилсодержащей органической молекулы, образованной при гидролизе алкоксида кремния и/или при формировании силикагеля;

и использование выделенной гидроксилсодержащей органической молекулы для получения еще одного алкоксида кремния.

25. Способ по п. 23, в котором гидроксилсодержащая органическая молекула включает спирт, выбранный из группы, включающей метанол, этанол, изопропанол, н-пропанол, трет-бутанол, втор-бутанол, н-бутанол, и их смеси, и/или жирную кислоту.

26. Способ по любому из п.п. 23-24, в котором выделение гидроксилсодержащей органической молекулы выполняют в присутствии осушителя и/или нейтрализатора воды.

27. Способ по любому из п.п. 23-25, в котором алкоксид кремния включает по меньшей мере две различных алкоксигруппы.

28. Способ по любому из п.п. 23-26, в котором процесс сушки проводят при давлении окружающей среды.

29. Кремнеземный аэрогель, включающий одну или многие гидрофобные боковые группы, причем гидрофобные боковые группы включают по меньшей мере одну алкоксигруппу и/или группу сложного эфира жирной кислоты.

30. Кремнеземный аэрогель по п. 28, причем теплопроводность кремнеземного аэрогеля составляет менее 25 мВт/м·К при 25°С.

По доверенности

ФИГ.1

Материал
Технологическая стадия
Необработанный содержащий кремний сырьевой материал (RSCF)
Кондиционирование/ предварительная обработка (преобразование RSCF в кремнезем)
Необработанный кремнезем
Органические молекулы с концевыми гидроксильными группами
Основный катализатор
Добавки
Реактор
(Вариант по выбору: содействие микроволнового излучения)
I. Формирование алкоксидов кремния + дегидратация
Смесь алкоксидов кремния
II. Золь-гель + гидрофобизация
Силикагель
III. Сушка при давлении окружающей среды
Кремнеземный аэрогель
Вода