



(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **315357**

(13) B1

(51) Int Cl⁷

B 01 J 13/00, C 09 C 1/56

Patentstyret

(21) Søknadsnr	19972733	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	1995.12.14, PCT/US95/16196
(22) Inng. dag	1997.06.13	(85) Videreføringsdag	1997.06.13
(24) Løpedag	1995.12.14	(30) Prioritet	1994.12.15, US, 356849
(41) Alm. tilgj.	1997.06.13		
(45) Meddelt dato	2003.08.25		

(71) Patenthaver	Cabot Corp, 75 State Street, Boston, MA 02109-1806, US
(72) Oppfinner	Ralph Ulrich Boes, West Concord, MA 01742, US James A. Belmont, Acton, MA 01720, US David J. Kaul, Acton, MA 01720, US Douglas M. Smith, Albuquerque, NM 87106, US William C. Ackerman, Albuquerque, NM 87120, US
(74) Fullmektig	Tandbergs Patentkontor AS, 0306 Oslo

(54) Benevnelse **Gelmateriale omfattende en metalloksidgel og en karbonholdig komponent**

(56) Anførte publikasjoner US 5240968

(57) Sammendrag

Nye gelmaterialer som omfatter en karbonholdig komponent knyttet til en gelkomponent. Den karbonholdige komponent er fortrinnsvis valgt blant: sot, karbonfibre, aktivt kull og grafitt; og gelkomponenten er valgt blant: metalloksidgeler og polymergeler. Det er også beskrevet nye gelmaterialer som omfatter: en gelkomponent og et sotprodukt som har knyttet til seg minst én organisk gruppe, idet den organiske gruppe omfatter: a) minst én aromatgruppe, og b) minst én ionegruppe, minst én ioniserbar gruppe, eller en blanding av en ionegruppe og en ioniserbar gruppe, hvor minst én aromatgruppe i den organiske gruppe er direkte knyttet til soten. Videre er det beskrevet nye gelmaterialer som omfatter: en gelkomponent og et sotprodukt som har knyttet til seg minst én organisk gruppe, idet den organiske gruppe omfatter: a) minst én C₁-C₁₂-alkylgruppe, og b) minst én ionegruppe, minst én ioniserbar gruppe, eller en blanding av en ionegruppe og en ioniserbar gruppe, hvor minst én alkylgruppe i den organiske gruppe er direkte knyttet til soten. Anvendelser for gelmaterialet er også angitt.

Oppfinnelsens område

Den foreliggende oppfinnelse angår nye gelmaterialer.

Bakgrunn

Geler og fremgangsmåter for å fremstille dem er velkjente. Slik det er anvendt her omfatter begrepet "gel" aerogeler, xerogeler, hydrogeler og andre geler kjent innen teknikken. Begrepet "aerogel" ble lansert av S.S. Kistler i US patentskrift nr. 2188007, og anvendes vanligvis for å henviser til en gel som er blitt tørket under overkritiske temperatur/trykk-forhold. Geler, særlig aerogeler, anvendes innen et bredt felt av anvendelsesområder; innbefattende termisk og akustisk isolasjon, katalysatorstøtter og bærere, filtere og molekylsikker og elektronikk.

Geler med lav bulkttetthet er mer fordelaktige for mange anvendelser. På grunn av deres lave bulkttetthet, har aerogeler blitt de geler som velges for mange anvendelser. Som angitt ovenfor fremstilles imidlertid aerogeler vanligvis ved overkritisk tørking, hvilket krever anvendelse av relativt kostbart prosessutstyr og -betingelser.

Det er også fordelaktig for visse anvendelser, slik som for adsorbenter, å anvende geler med høyere bulkttetthet.

Oppsummering av oppfinnelsen

Med den foreliggende oppfinnelse tilveiebringes et nytt gelmateriale som har forbedrede egenskaper sammenlignet med hittil kjente geler. Gelaterialet ifølge oppfinnelsen har utforming og særpreg slik det fremgår av patentkrav 1, med foretrukne utførelsesformer slik det fremgår av patentkrav 2-11.

Med oppfinnelsen tilveiebringes også anvendelse av gelaterialet ifølge oppfinnelsen, for termisk isolasjon.

Mengden av den karbonholdige komponent som er innbefattet i gelaterialet vil avhenge av den påtenkte sluttanvendelse til gelaterialet. Vanligvis kan mengder på 1-99 vekt% av den karbonholdige komponent anvendes i gelaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse. Hvor det er

ønskelig å fremstille et gelmateriale med en lavere bulk tetthet, anvendes mengder på 1-50 vekt%, fortrinnsvis 10-20 vekt%, av den karbonholdige komponent i gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse. Hvor det alternativt er ønskelig å fremstille et gelmateriale med en høyere bulk tetthet, anvendes mengder på 50-99 vekt%, fortrinnsvis 75-85 vekt%, av den karbonholdige komponent i gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse. Slik det her anvendes henviser begrepet "bulk tetthet" til massen til en gelpartikkel delt på det totale volum til partikkelen.

Videre detaljer angående gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse, deres fremstilling og anvendelser, fremsettes i den etterfølgende detaljerte beskrivelse. Fordelene med gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse vil bli innlysende for dem med vanlig kyndighet innen teknikken fra den etterfølgende mer detaljerte beskrivelse.

Kort beskrivelse av tegningene

Figur 1 er et sveipeelektronmikroskop (SEM)-fotografi av en bruddflate på gelmaterialet, tørket for heptan, fremstilt i Eksempel 5.

Figur 2 er et SEM-fotografi av en bruddflate på gelmaterialet, tørket for heptan, fremstilt i Eksempel 8.

Figur 3 er et SEM-fotografi av en bruddflate på gelmaterialet, tørket for heptan, fremstilt i Eksempel 14.

Figur 4 er et SEM-fotografi av en bruddflate på gelmaterialet, tørket for heptan, fremstilt i Eksempel 18.

Figur 5 er et SEM-fotografi av en bruddflate på gelmaterialet, tørket for heptan, fremstilt i Eksempel 19.

Figur 6 er et SEM-fotografi av en bruddflate på gelmaterialet, tørket for heptan, fremstilt i Eksempel 20.

Figur 7 er et SEM-fotografi av en bruddflate på gelmaterialet, tørket for heptan, fremstilt i Eksempel 21.

Figur 8 er et SEM-fotografi av en bruddflate på gelmaterialet, tørket for heptan, fremstilt i Eksempel 22.

Detaljert beskrivelse av oppfinnelsen

Som fremsatt ovenfor omfatter gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse:

en karbonholdig komponent knyttet til en gelkomponent.

De tilhørende figurer med fotografier med sveipeelektronmikroskop er tilveiebragt for å illustrere spesielle karbonholdige komponenter knyttet til et gelmateriale.

Figur 1 er et SEM-fotografi av en bruddflate på et gelmateriale som ikke innbefatter en karbonholdig komponent.

Figur 2 er et SEM-fotografi av en bruddflate på et gelmateriale som innbefatter en karbonholdig komponent som ikke er knyttet til gelkomponenten. I motsetning til dette er Figur 3 et SEM-fotografi av en bruddflate på et gelmateriale som innbefatter en karbonholdig komponent som er knyttet til gelkomponenten.

En mer detaljert forklaring av Figurene 1-3, og en forklaring av de resterende Figurene 4-8, fremsettes nedenfor i eksempelseksjonen.

I tillegg er avgnidningen til gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse, hvis karbonholdig komponent er knyttet til gelkomponenten, lavere enn den for sammenlignbare gelmaterialer hvor den karbonholdige komponent ikke er knyttet til gelkomponenten. Ytterligere detaljer vedrørende avgnidning fremsettes i den etterfølgende eksempelseksjon.

Den karbonholdige komponent til gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse kan velges blant: sot som kan knyttes til en gelkomponent, karbonfibre som kan knyttes til en gelkomponent, aktivt kull som kan knyttes til en gelkomponent og grafitt som kan knyttes til en gelkomponent. Visse karbonholdige komponenter vil ikke knyttes til en gelkomponent såfremt de ikke modifiseres. Fortrinnsvis modifiseres den karbonholdige komponent kjemisk på følgende måte.

En tilknyttbar karbonholdig komponent kan fremstilles ved å la en karbonholdig komponent reagere med et diazoniumsalt i et flytende reaksjonsmedium, for å tilknytte minst én

organisk gruppe til overflaten på den karbonholdige komponent. Foretrukne reaksjonsmedia innbefatter vann, ethvert medium som inneholder vann og ethvert medium som inneholder alkohol. Vann er det mest foretrukne medium. Modifiserte karbonholdige komponenter og ulike metoder for deres fremstilling er beskrevet i US-patentsøknaden med tittel "Reaction of Carbon Black with Diazonium Salts, Resultant Carbon Black Products and Their Uses," innlevert 15. desember 1994, samme dag som den foreliggende oppfinnelse, og herved innbefattet som referanse. Modifiserte karbonholdige komponenter og ulike metoder for deres fremstilling er også beskrevet i US patentsøknaden med tittel "Reaction of Carbon Materials With Diazonium Salts and Resultant Carbon Products" innlevert 15. desember 1994, samme dag som den foreliggende søknad, også herved innbefattet som referanse.

En fremgangsmåte for fremstilling av tilknyttbare karbonholdige komponenter for anvendelse i gelmaterialer ifølge den foreliggende oppfinnelse, beskrives i det etterfølgende avsnitt med henvisning til sot som den karbonholdige komponent. Tilsvarende fremgangsmåter kan utføres for å fremstille andre tilknyttbare karbonholdige komponenter enn sot.

For å fremstille tilknyttbart sot behøver diazoniumsaltet kun å være tilstrekkelig stabilt til å muliggjøre reaksjon med soten. Således kan reaksjonen utføres med noen diazoniumsalter som ellers anses å være ustabile og være utsatt for dekomposisjon. Noen dekomposisjonsprosesser kan konkurrere med reaksjonen mellom soten og diazoniumsaltet og kan redusere det totale antall organiske grupper tilknyttet soten. Videre kan reaksjonen utføres ved forhøyede temperaturer, ved hvilke mange diazoniumsalter kan være utsatt for dekomposisjon. Forhøyede temperaturer kan også fordelaktig heve løseligheten til diazoniumsaltet i reaksjonsmediet og forbedre dets håndtering under prosessen. Imidlertid kan forhøyede temperaturer resultere i noe tap av diazoniumsaltet på grunn av andre dekomponeringsprosesser.

Soten kan reageres med et diazoniumsalt når dette er til stede som en fortennet, lett omrørt, vandig oppslemming,

eller i nærvær av en egnet mengde vann for dannelsen av sotpellets. Om ønsket kan pellets av sot dannes ved anvendelse av konvensjonell pelletiseringsteknologi.

Et foretrukket sett av organiske grupper som kan tilknyttes til soten er organiske grupper substituert med en ionisk eller en ioniserbar gruppe som en funksjonell gruppe. En ioniserbar gruppe er en som er istand til å danne en ione gruppe i anvendelsesmediet. Ionegruppen kan være en aniongruppe eller en kationgruppe, og den ioniserbare gruppe kan danne et anion eller et kation.

Ioniserbare funksjonelle grupper som danner anioner innbefatter for eksempel syregrupper eller salter av syregrupper. De organiske grupper innbefatter derfor grupper avledet fra organiske syrer. Når de inneholder en ioniserbar gruppe som danner et anion, har en slik organisk gruppe fortrinnsvis a) en aromatgruppe eller en C₁-C₁₂-alkylgruppe og b) minst én syregruppe med en pKa mindre enn 11, eller minst et salt av en syregruppe med en pKa mindre enn 11, eller en blanding av minst én syregruppe med en pKa mindre enn 11, og minst ett salt av en syregruppe med en pKa mindre enn 11. pKa til syregruppen henviser til pKa til den organiske gruppe som helhet, ikke bare syresubstituenten. Mer foretrukket er pKa mindre enn 10, og mest foretrukket mindre enn 9. Aromatgruppen eller C₁-C₁₂-alkylgruppen i den organiske gruppe er fortrinnsvis direkte tilknyttet til soten. Aromatgruppen kan videre være substituert eller ikke-substituert, for eksempel med alkylgrupper. C₁-C₁₂-alkylgruppen kan være forgrenet eller uforgrenet, og er fortrinnsvis etyl. Mer foretrukket er den organiske gruppe en fenyl- eller en naftylgruppe og syregruppen er en sulfonsyregruppe, en sulfinsyregruppe, en fosfonsyregruppe, eller en karboksylsyregruppe. Eksempler innbefatter -COOH, -SO₃H og -PO₃H₂ og deres salter, for eksempel -COONa, -COOK, -COO⁻NR₄⁺, -SO₃Na, -HPO₃Na, -SO₃⁻NR₄⁺, og PO₃Na₂, hvor R er en alkyl- eller fenylgruppe. Spesielt foretrukne ioniserbare substituent er -COOH og -SO₃H og deres natrium- og kaliumsalter.

Mest foretrukket er den organiske gruppe en substituert eller ikke-substituert sulfofenylgruppe eller et

salt derav; en substituert eller ikke-substituert (poly-sulfo)fenylgruppe eller et salt derav; en substituert eller ikke-substituert sulfonaftylgruppe eller et salt derav; eller en substituert eller ikke-substituert (polysulfo)naftylgruppe eller et salt derav. En foretrukken substituert sulfofenylgruppe er hydroksysulfofenylgruppen eller et salt derav.

Spesifikke organiske grupper med en ioniserbar funksjonell gruppe som danner et anion er p-sulfofenyl, 4-hydroksey-3-sulfofenyl og 2-sulfoetyl.

Aminer representerer eksempler på ioniserbare funksjonelle grupper som danner kationgrupper og som kan tilknyttes til de samme organiske grupper som diskutert ovenfor for de ioniserbare grupper som danner anioner. Aminer kan for eksempel protoneres til å danne ammoniumgrupper i sure media. En organisk gruppe med en aminsubstituent har fortrinnsvis en pK_b mindre enn 5. Kvaternære ammoniumgrupper ($-NR_3^+$) og kvaternære fosfongrupper ($-PR_3^+$) representerer også eksempler på kationgrupper, og kan tilknyttes de samme organiske grupper som diskutert ovenfor for de ioniserbare grupper som danner anioner. Den organiske gruppe inneholder fortrinnsvis en aromatgruppe slik som en fenyl- eller naftylgruppe og en kvaternær ammonium- eller en kvaternær fosfoniumgruppe. Den aromatiske gruppe er fortrinnsvis direkte tilknyttet til soten. Kvaterniserte, sykliske aminer og kvaterniserte aromatiske aminer kan også anvendes som den organiske gruppe. Således kan N-substituerte pyridiniumforbindelser, slik som N-metyl-pyridyl, anvendes i dette henseende.

En fordel med sotproduktene som har en tilknyttet organisk gruppe substituert med en ione- eller en ioniserbar gruppe, er at sotproduktene kan ha forhøyet dispersibilitet i vann i forhold til de tilsvarende ubehandlede soter. Vanligvis øker dispersibiliteten i vann til sotprodukter med antallet organiske grupper med en ioniserbar gruppe tilknyttet til soten, eller antallet ioniserbare grupper tilknyttet en gitt organisk gruppe. Således bør en økning av antallet ioniserbare grupper forbundet med sotproduktet øke dispersibiliteten i vann og tillate kontroll av dispersibiliteten til et ønsket

nivå. Det kan bemerkes at dispersibiliteten i vann til sotprodukter som inneholder et amin som den organiske gruppe knyttet til soten, kan økes ved å forsure de vandige media.

Når vanddispersible, tilknyttbare sotprodukter fremstilles, foretrekkes det at de ioniske- eller ioniserbare grupper ioniseres i reaksjonsmediumet. Den resulterende produktløsning eller oppslemming kan anvendes som den er eller fortynnes før bruk. Alternativt kan sotproduktene tørkes ved teknikker anvendt for konvensjonelle soter. Disse teknikker innbefatter tørking i ovner og rotasjonstørkeovner. Overtørking kan imidlertid medføre et tap i graden av dispersibilitet i vann. I tilfellet at sotproduktene ovenfor ikke dispergeres i vandig løsning så lett som ønskelig, kan sotproduktene dispergeres ved anvendelse av konvensjonelle kjente teknikker som knusing og oppmaling.

I motsetning til konvensjonelle sotpigmenter er de kjemisk modifiserte, tilknyttbare sotprodukter ikke vanskelige å dispergere i et vandig medium. De kjemisk modifiserte, tilknyttbare sotprodukter behøver ikke nødvendigvis en konvensjonell oppmaling, og dispergeringsmidler er heller ikke nødvendige for å oppnå en anvendbar dispersjon. De kjemisk modifiserte, tilknyttbare sotprodukter påkrever fortrinnsvis kun en omrøring eller blanding med lav skjærvirkning for lett å få dispergert pigmentet i vann.

Pelletisering av de tilknyttbare sotprodukter utføres fortrinnsvis ved anvendelse av en konvensjonell våt pinne-pelletiseringsmetode. De resulterende pellets er lette å dispergere i vann med minimal skjæromrøring eller -blanding, hvilket reduserer eller gir bortfall av behovet for oppmaling eller anvendelse av et dispergeringsmiddel.

Den foreliggende oppfinnelse innbefatter også et nytt gelmateriale som omfatter:

en gelkomponent og

et sotprodukt som har tilknyttet minst én organisk gruppe, hvor den organiske gruppe omfatter a) minst én aromatgruppe, og b) minst én ione gruppe, minst én ioniserbar gruppe, eller en blanding av en ione gruppe og en ioniserbar gruppe, hvor minst én aromatgruppe i den organiske gruppe er

direkte knyttet til soten. Den ioniske eller ioniserbare gruppe velges fortrinnsvis blant: en karboksylsyre eller et salt derav; en sulfonsyre eller et salt derav; og et kvaternært ammoniums salt. Den organiske gruppe velges fortrinnsvis blant: en sulfofenylgruppe eller et salt derav; p-sulfofenyl eller et salt derav; og karboksyfenyl eller et salt derav. Sotproduktene som er egnet for anvendelse i de ulike utførelsesformer av dette gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse kan fremstilles på måten som er beskrevet ovenfor med henvisning til dannelsen av en tilknyttbar karbonholdig komponent.

Gelmaterialet kan fremstilles ved enhver prosess som er kjent innen teknikken for fremstilling av gelmaterialer. For eksempel kan et gelmateriale fremstilles ved den følgende fremgangsmåte som angår et alkoksidsystem:

- 1) Å oppløse en forløper for den ønskede gelkomponent (et alkoksid i dette tilfelle) i alkohol;
- 2) Å tilsette vann til løsningen slik at molforholdet alkoksid/vann er ca. 1;
- 3) Å tilsette en syre til den resulterende løsning slik at molforholdet mellom vann og syre tilsvarer omtrent 1:0,0007, for å fremstille en sol;
- 4) Å tilsette en karbonholdig komponent til solen;
- 5) Å tilsette en katalysator (generelt en syre eller en base) for å starte gelering av solen;
- 6) Å elde den resulterende gel i en form i omtrent 24 timer ved 50 °C;
- 7) Å vaske den resulterende gel med vann for å erstatte løsningsmiddelkomponenten med vann, og deretter å elde gelen i vann ved forhøyet temperatur (opp til 100 °C, fortrinnsvis ca. 70 °C) i opp til 24 timer;
- 8) Å vaske den eldede gel i løsningsmiddel for å blø ut vannet og erstatte vannet med løsningsmiddel;
- 9) Å tørke den resulterende gel for å danne et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse.

Gelforløpere som er egnede for anvendelse i gelmaterialer ifølge den foreliggende oppfinnelse innbefatter metalloksidgelforløpere kjent innen teknikken, slik som:

<u>Metalloksid</u>	<u>Form(er) som gelforløper</u>
SiO ₂	Alkoksid, Natriumsilikat, Kolloidalt
TiO ₂	Alkoksid, Kolloidalt
Al ₂ O ₃	Alkoksider, Kolloidalt, Natriumaluminat, Salter

Valget av en spesiell forløper gjøres på grunnlag av typen av gel som ønskes.

Ytterligere detaljer vedrørende fremgangsmåten for å fremstille et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse, og eksemplifiserte fremgangsmåter, fremsettes nedenfor i eksempelseksjonen.

Som det fremsettes i den etterfølgende seksjon kan gelmaterialer ifølge den foreliggende oppfinnelse anvendes for enhver anvendelse kjent for gelmaterialer. De med ordinær kyndighet innen teknikken vil fastslå om et spesiell gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse er ønskelig for bruk i en spesiell anvendelse, hvilken vil avhenge av egenskapene til gelmaterialet, slik som mengden av karbonholdig materiale innarbeidet i materialet og bulk tettheten til materialet.

Gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse kan med fordel anvendes for termisk isolasjon, slik det fremsettes nedenfor.

Termisk isolasjon

Et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse kan innbefattes som løst fyllmateriale i termisk isolasjon. I tillegg kan et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse også kombineres med et materiale valgt blant: kalsiumsilikat, en mineralfiber, et metalloksidpulver, et polymerskum, glassfiber, og lignende, og kombinasjoner kan innarbeides i termisk isolasjon. Alternativt kan et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse anvendes under vakuum for termisk isolasjon.

Som det vil fastslås av dem med vanlig kyndighet innen teknikken, kan gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse anvendes for mange, om ikke alle, anvendelser som

hittil er tatt i bruk for konvensjonelle gelmaterialer.

Effektiviteten og fordelene med de ulike aspekter og utførelsesformer av den foreliggende oppfinnelse vil illustreres nærmere ved de etterfølgende eksempler, hvor den følgende testprosedyre ble anvendt.

Nitrogenoverflatearealet (N_2SA) til soten anvendt i disse eksempler, uttrykt som kvadratmeter pr. gram (m^2/g), ble bestemt i henhold til ASTM testprosedyre D3037, metode A.

Dibutylftalatadsorpsjonsverdien (DBP) til soten anvendt i eksemplene, uttrykt som milliliter pr. 100 gram sot ($ml/100g$), ble bestemt i henhold til prosedyren fremsatt i ASTM D2414.

Den midlere partikkelstørrelse til soten anvendt i eksemplene, uttrykt i nanometer (nm), ble bestemt i henhold til prosedyren fremsatt i ASTM D3849.

Sveipeelektronmikroskop (SEM)-fotografiene ble tatt i et Hitachi S570 sveipeelektronmikroskop, fremstilt og solgt av Hitachi Corporation. Hvert SEM-fotografi ble tatt med en spenningsinnstilling på 20 kilovolt og forstørrelse på 25000.

Den vandige rest av modifisert og ikke-modifisert sot ble bestemt ved følgende prosedyre. Soten (5 g) ble ristet med 45 g vann i 5 minutter. Den resulterende dispersjon ble helt gjennom en sikt og renset med vann inntil vaskevannene ble fargeløse. En 325-mesh sikt ble anvendt om ikke annet er indikert. Etter tørking av sikten ble resten på sikten veid og uttrykt som et prosentinnhold av soten anvendt i testen.

Bulktettheten og avgnidningen til gelmaterialet ble bestemt ved anvendelse av følgende prosedyrer:

Bulktetthet

Gelene ble støpt og formet i sylindriske former. I alle tilfeller ble den sylindriske form til gelen bevart under tørking. Det totale gelvolum ble bestemt ved fysisk å måle dimensjonene til en tørr gel. Bulktettheten ble bestemt ved å veie den tørre gel og å dele på det geometriske volum. I tilfeller hvor en stavlignende geometri ikke ble opprettholdt, eller som en verifikasjon av metoden ovenfor, ble kvikksølvfortrengning anvendt. Måling av bulktettheten til gelmaterialer ved kvikksølvfortrengning ble utført som følger.

En ren, tom glasscelle fylles med kvikksølv til en spesifikk høyde og cellen veies. Kvikksølvet fjernes deretter og cellen rengjøres på ny. Deretter plasseres en tørr gelprøve med kjent vekt i glasscellen og kvikksølv tilføres til cellen til samme spesifikke høyde som tidligere. Vekten av cellen som inneholder kvikksølv og prøven måles. Vekten av kvikksølv i begge tilfeller omregnes deretter til et volum basert på tettheten av kvikksølv. Forskjellen mellom volumet av kvikksølv som fyller en tom celle og volumet av kvikksølv som fyller cellen som inneholder en prøve er kjent som fortrenningsvolumet. Ettersom kvikksølv ikke fukter prøven er dette volum likt det totale volum av prøven. Tettheten bestemmes deretter ved å dele vekten av prøven på det fortrenge volum.

Avgnidning ("Rub-off")

Avgnidningen til gelmaterialer ble bestemt på følgende måte. En tørr gel med spesifikk størrelse (omtrent 6 mm diameter og 25 mm høyde) ble ført for hånd flere ganger 50-76 mm langs sin 25 mm lengde mot en hvit duk. Det relative nivå av karbonavsetning ble deretter sammenlignet med en kalibrert datagenerert gråskala. Datamaskinen genererer ulike grader av grått og tilegner tall som spenner fra 0 til 50 avhengig av graden av grått. Ettersom tallet øker fra 0 til 50 øker graden av grått. Etter at gelen ble påført mot duken, ble det foretatt en visuell sammenligning mellom det avsatte karbon og datakartet, og et gråskalanummer ble følgelig tilordnet. Lavere nummere tilsvarende mindre avgnidning. Avgnidningsverdiene i kombinasjon med SEM-fotografier anvendes for å bestemme om det karbonholdige materiale er knyttet til gelkomponenten.

De følgende eksempler illustrerer metoder for å modifisere karbonholdige materialer og fremstillingen av gelmaterialer, innbefattende gelmaterialer ifølge den foreliggende oppfinnelse, fra en alkoksidforløper og en natriumsilikatforløper.

Eksempler

Tre soter, CB-A, CB-B og CB-C, ble anvendt i de

følgende eksempler. De analytiske egenskaper til hver sot, som bestemt ved prosedyrene beskrevet ovenfor, var som vist i Tabell 1 nedenfor:

Tabell 1 - Analytiske sotegenskaper

Sot	N ₂ SA (m ² /g)	DBP (ml/100g)	Midlere primær partikkelstr. (nm)
CB-A	24	132	130
CBB	230	70	16
CB-C	560	120	16

Modifikasjon av karbonholdige materialer

Eksempler 1-4 illustrerer metoder for modifikasjon av karbonholdige materialer, særlig sot. Disse eksempler fremsetter også prosedyrene anvendt for å fremstille de modifiserte soter, modifisert CB-A, modifisert CB-B, fenolisk CB-B og modifisert CB-C anvendt i de resterende eksempler.

Eksempel 1

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et modifisert sotprodukt ved anvendelse av soten betegnet CB-A i Tabell 1 ovenfor.

200 g CB-A ble tilsatt en løsning av 10,1 g sulfanilsyre og 6,23 g konsentrert salpetersyre i 21 g vann. En løsning på 4,87 g NaNO₂ i 10 g vann ble tilsatt til den hurtig omrørte blanding. 4-sulfobenzendiazoniumhydroksid indre salt dannes in situ, hvilket reagerer med soten. Etter 15 minutter ble dispersjonen tørket i en ovn ved 125 °C.

Det resulterende sotprodukt ble betegnet "Modifisert CB-A" og er en sot med tilknyttede 4-C₆H₄SO₃⁻-grupper.

Eksempel 2

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et modifisert sotprodukt ved anvendelse av soten betegnet CB-B i Tabell 1 ovenfor.

En løsning fremstilt av 36,2 g sulfanilsyre, 8,76 g NaOH og 162 g vann ble avkjølt på is. 20 g NO₂ ble tilsatt under omrøring og den resulterende suspensjon ble varmet til 75 °C og tilført uten opphold til en pelletiserer inneholdende 300 g CB-B. Etter pelletisering i 3 minutter ble ytterligere 35 g vann tilført. Etter pelletisering i ytterligere 2 minutter ble produktet fjernet fra pelletisereren og tørket i en ovn ved omtrent 125 °C. Produktet hadde en 325 mesh rest på 0,14 %, sammenlignet med 94 % for den ubehandlede sot.

Det resulterende sotprodukt ble betegnet "Modifisert CB-B" og er en sot med tilknyttede 4-C₆H₄SO₃⁻-grupper.

Eksempel 3

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et annet modifisert sotprodukt enn Eksempel 2, ved anvendelse av soten betegnet CB-B i Tabell 1 ovenfor.

5-amino-2-hydroksybenzensulfonsyre (1,89 g) ble løst i 100 g varmt vann, 10 g CB-B ble tilført, og blandingen ble avkjølt til romtemperatur. Konsentrert HCl (1,18 g) ble tilført og deretter ble en løsning av 0,85 g natriumnitritt i vann tilført, hvilket dannet et diazoniumsalt in situ, hvilket reagerte med soten. Etter omrøring i 15 minutter ble den resulterende dispersjon tørket i en ovn ved 125 °C. Produktet hadde en 325 mesh rest på 0,06 %, sammenlignet med 94 % for den ikke-reagerte sot.

Det resulterende sotprodukt ble betegnet "fenolisk CB-B" og er en sot med tilknyttede 4,3-C₆H₄(OH)(SO₃⁻)-grupper.

Eksempel 4

Dette eksempel illustrerer fremstillingen av et modifisert sotprodukt ved anvendelse av soten betegnet CB-C i Tabell 1 ovenfor.

200 g CB-C ble blandet i 1,8 l vann. Sulfanilsyre (42,4 g) ble løst i den omrørte blanding, og deretter ble en

kald løsning av 25,5 g NO_2 i 100 g vann tilført under hurtig omrøring. 4-sulfobenzendiazoniumhydroksid indre salt ble dannet in situ, hvilket reagerte med soten. Bobler ble frigjort. Etter omrøring i én time ble 5 g NO_2 innførte direkte i blandingen. Dispersjonen ble omrørt i 15 minutter, fikk stå over natten og ble tørket i en ovn ved 130 °C.

Det resulterende sotprodukt ble betegnet "Modifisert CB-C" og er en sot med tilknyttede $4\text{-C}_6\text{H}_4\text{SO}_3^-$ -grupper.

Som illustrert i de følgende eksempler er de modifiserte soter modifisert CB-A, modifisert CB-B, fenolisk CB-B og Modifisert CB-C tilknyttbare til en gelkomponent, og anvendes for å danne gelmaterialer ifølge den foreliggende oppfinnelse. For sammenligning ble gelmaterialer også fremstilt ved anvendelse av umodifiserte soter, CB-A, CB-B og CB-C.

Eksempler med alkoksidgeforløpere (opp til 50 vekt% faststoffinnhold)

Eksempler 5-22 er rettet mot geler kun fremstilt av en alkoksidgeforløper, og med en mengde mindre enn eller lik 50 vekt% av en fast karbonholdig komponent.

Eksempel 5

En konsentrert silikasol ble fremstilt ved å blande 61 ml tetraetylortosilikat (98 % rent), 61 ml etylalkohol, 4,87 ml avionisert vann og 0,2 ml 1 M saltsyre i en 500 ml rundbunnet flaske med kraftig omrøring. Flasken ble plassert i en varmekledning og blandingen ble tilbakestrømmet ved hjelp av en kjøler ved 70 °C i 2 timer. Den resulterende sol som inneholdt 15 vekt% SiO_2 , ble avkjølt og lagret ved 5 °C inntil anvendelse.

Før gelering ble solen varmet til romtemperatur og konsentrasjonen ble justert ved fortykning med etylalkohol slik at den resulterende blanding inneholdt 11 vekt% SiO_2 . Dette ble utført ved å kombinere 70 volum% opprinnelig sol med 30 volum% etylalkohol. Gelering ble initiert ved tilsats av 0,5 M NH_4OH i et volumforhold på 1:10 ammoniakk til sol. Etter tilførsel av ammoniakk fikk løsningen stå under omrøring i 2-5

minutter og den ble deretter støpt inn i sylindriske rør. Gelering fant sted i løpet av 7-10 minutter. Gelene ble deretter forseglest inne i formene for å forhindre tørking, og eldet ved 50 °C i 24 timer. Etter den initielle elding ble gelene fjernet fra formen, plassert i forseglede rør som inneholdt avionisert vann, og eldet videre ved 70 °C i ytterligere 24 timer. Ved borttagelse fra ovnen ble gelene rensset flere timer med avionisert vann.

Gelene ble deretter plassert i forseglede rør som inneholdt aceton og fikk utveksle porevæske (primært vann) i 10 timer ved 50 °C. Ved slutten av 10-timers intervallet ble gelene rensset med aceton. Denne prosess ble gjentatt totalt 3 ganger. Etter tre slike intervaller ble en del av gelene deretter direkte tørket for aceton, først ved 50 °C i 12 timer og deretter ved 140 °C i ytterligere 12 timer. De resulterende geler viste noe krymping og hver hadde en målt bulktetthet på 0,5-0,6 g/cm³.

De resterende geler ble plassert i forseglede rør som inneholdt heptan og fikk stå å utveksle porevæske i 10 timer ved 50 °C. Ved slutten av 10-timers intervallet ble gelene rensset med heptan. Denne prosess ble gjentatt tre ganger. Etter tre slike intervaller ble gelene deretter direkte tørket for heptan, først ved 70 °C i 12 timer og deretter ved 140 °C i ytterligere 12 timer. Disse geler bibeholdt sine sylindriske former med den minste grad av krymping, og hver hadde en bulktetthet på 0,4-0,44 g/cm³.

Bulktettheten og avgnidningen for representative prøver av gelene tørket i aceton og heptan ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Eksempel 6

Dette eksempel illustrerer fremstilling av gelmaterier som inneholder en ikke-modifisert sotkomponent, betegnet "CB-A", med analytiske egenskaper som fremsatt i Tabell 1.

I dette eksempel ble trinnene fra Eksempel 5 i hovedsak gjentatt med ett unntak. Før initierting av geldannelse ble en spesifikk mengde CB-A tilført til solen som var

blitt fortynnet med 70 volum% opprinnelig sol og 30 volum% etylalkohol. Mengden av tilført sot ble beregnet slik at det totale innhold av faste stoffer forble det samme, slik at virkningen ble at mengden tilført sot erstattet en tilsvarende mengde silika. I dette eksempel var det ønskede innhold av faste stoffer 11 %, akkurat som i Eksempel 5. Av de 11 % faste stoffer besto derfor 95 % av silika og de resterende 5 % faste stoffer var tilført som fri sot. For å holde innholdet av faste stoffer likt, ble solen fortynnet med en hensiktsmessig mengde etylalkohol for å gi det ønskede silikainnhold.

Straks de relative forhold ble bestemt ble den hensiktsmessige mengde sot omrørt i solen i 5-10 minutter. CB-A ble dispergert i løsningen slik at 5 % av det totale innhold av faste stoffer var CB-A og resten var silika. Gelering ble initiert som i det foregående eksempel. Volumforholdet anvendt for å fremme gelering ble holdt på 1:10, og konsentrasjonen av basen forble 0,5 M.

Som i det foregående eksempel ble ammoniakk tilført, CB-A ble dispergert med kraftig omrøring i 2-5 minutter og deretter støpt inn i sylindriske rør. Gelering fant sted i løpet av 8-12 minutter. Gelene ble deretter eldet i 24 timer ved 50 °C, deretter fjernet fra støpene og eldet på ny i 24 timer i avionisert vann ved 70 °C. Gelene ble deretter løsningsmiddelbyttet og tørket for aceton og heptan som redegjort for i Eksempel 5.

Bulktettheten og avgnidningen for representative prøver av gelene tørket i aceton og heptan ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Eksempler 7-11

Trinnene fra Eksempel 6 ble gjentatt med det unntak at mengden av CB-A ble økt fra 10 til 50 % av det totale innhold av faste stoffer, med silika som rest. Den partikkelformede mengde av sot som ble anvendt i hvert eksempel, som prosentandel av totalmengde faste stoffer, er gitt i tabellen nedenfor:

Eksempel	Mengde av sot (CB-A) i % av faste stoffer totalt
7	10
8	15
9	20
10	30
11	50

Når mengden av CB-A varierte fra 10 til 20 % var de våte geler merkbart sterkere. For et gitt løsningsmiddel viste de tørkede geler redusert krymp og lavere bulkthet ettersom CB-A-innholdet økte. En faktor som var uavhengig av sotinnholdet var avgnidningen til hver av de tørkede geler. Ved å håndtere en tørket gel som inneholdt CB-A, ble en vesentlig mengde av restsot avsatt fra materialet på hanskene med hvilke den ble håndtert, og til de omgivende media. I tillegg var slitasjehastigheten til karbonspen for gelene fremstilt med CB-A vesentlig. Avgnidningen og vesentlige slitasjehastigheter for gelene, indikerer nærvær av sot som ikke er blitt bundet til gelkomponenten.

Bulktheten og avgnidningen til resrepresentative prøver av gelene tørket i aceton og heptan, for hvert eksempel, ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Eksempel 12

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 6-11 i hovedsak gjentatt, med unntak av at gelmaterialet innbefattet Modifisert CB-A ifølge Eksempel 1.

Som i Eksempel 6 ble Modifisert CB-A dispergert inn i

den delvise hydrolyserte silikaløsning, slik at 5 % av det totale faststoffinnholdet var Modifisert CB-A og resten var silika. Et sett geler ble deretter fremstilt ved tilsats av ammoniakk, eldet på samme måte som beskrevet tidligere, løsningsmiddelbyttet med aceton og heptan, og tørket som redegjort for i Eksempler 7-11.

Modifisert CB-A ble lettere dispergert og forble dispergert lengre, i betydningen utfellingsoppløsning, enn umodifisert CB-A. I våt tilstand virker gelene sterkere enn dem uten sot og noe sterkere enn geler som inneholdt umodifisert CB-A. For et gitt løsningsmiddel var imidlertid bulk tettheten lavere for materialer fremstilt med anvendelse av Modifisert CB-A. Viktigere var observasjonen at avgnidningen var vesentlig redusert, hvilket indikerte at soten var aktivt innbefattet i gelnettverket og knyttet til gelkomponenten.

Bulk tettheten og avgnidningen til representative prøver av gelene tørket i aceton og heptan ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Eksempler 13-17

Disse eksempler illustrerer fremstilling av gelmaterialer ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

Trinnene fra Eksempel 12 ble gjentatt med unntak av at mengden Modifisert CB-A ble økt fra 10 til 50 % av det totale faststoffinnhold, med silika som rest. Den spesielle mengde sot anvendt i hvert eksempel, som prosentinnhold av det totale innhold av faste stoffer, er vist i tabellen nedenfor:

Eksempel	Mengde av sot (Modifisert CB-A) i % av faste stoffer totalt
13	10
14	15
15	20
16	30
17	50

Sammenlignet med gelene fremstilt med umodifisert CB-A demonstrerte de tørkede geler ifølge Eksempler 13-17, hvilke innbefattet Modifisert CB-A, redusert krymp og lavere bulktheter for et gitt løsningsmiddel ettersom innholdet av Modifisert CB-A økte. For et gitt løsningsmiddel og innhold av Modifisert CB-A var de våte geler i tillegg fysisk sterkere og de tørkede geler hadde lavere bulktheter sammenlignet med gelen fremstilt med umodifisert CB-A.

Et annet adskillende trekk ved hele rekken av geler med Modifisert CB-A var en merkbar forskjell i avgnidning. Ved håndtering av de tørre geler ble det merket en vesentlig reduksjon av avsetning av restkarbon på hansker og omgivende media i sammenligning med gelmaterialer fremstilt med umodifisert CB-A. Avslitningshastigheten av karbonspon for gelene fremstilt med Modifisert CB-A ble også kraftig forminsket sammenlignet med geler fremstilt med umodifisert CB-A. Disse resultater indikerer at den Modifiserte CB-A var knyttet til gelmaterialer.

Bulktheten og avgnidningen til representative prøver av gelene tørket i aceton og heptan, for hvert eksempel, ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Eksempel 18

I dette eksempel ble i hovedsak prosedyrene anvendt i Eksempler 6-12 repetert ved anvendelse av en annen sot, her

betegnet "CB-B", med analytiske egenskaper som fremsatt i Tabell 1.

Som i de tidligere eksempler ble CB-B dispergert inn i den delvis hydrolyserte silikaløsning, slik at 15 % av det totale faststoffinnhold var CB-B og resten var silika. Et sett geler ble deretter fremstilt med tilsats av ammoniakk, eldet, løsningsmiddelbyttet og tørket som redegjort for i Eksempel 5.

Bulk tettheten og avgnidningen til representative prøver av gelene tørket i aceton og heptan ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Eksempel 19

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 18 i hovedsak repetert med unntak av at gelmaterialet innbefattet Modifisert CB-B ifølge Eksempel 2.

Som i de foregående eksempler ble Modifisert CB-B vasket i henhold til den etablerte prosedyre og deretter dispergert inn i den delvis hydrolyserte silikaløsning, slik at 15 % av det totale faststoffinnhold var Modifisert CB-B og resten var silika. Et sett geler ble deretter fremstilt, eldet på samme måte som beskrevet tidligere, løsningsmiddelbyttet med aceton og heptan, og tørket som redegjort for i de foregående eksempler.

Bulk tettheten og avgnidningen til representative prøver av gelen tørket i aceton og heptan ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Eksempel 20

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel

19 i hovedsak repetert med unntak av at gelmaterialet innbefattet Fenolisk CB-B ifølge Eksempel 3.

Som i de tidligere eksempler ble Fenolisk CB-B vasket og deretter dispergert inn i den delvis hydrolyserte silikaløsning, slik at 15 % av det totale faststoffinnhold var Fenolisk CB-B og resten var silika. Et sett geler ble deretter fremstilt ved tilsats av ammoniakk, løsningsmiddelbyttet og tørket som redegjort for i de foregående eksempler.

Bulktettheten og avgnidningen til representative prøver av gelene tørket i aceton og heptan ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Eksempel 21

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i de foregående Eksempler 5-21 i hovedsak repetert ved anvendelse av en annen sot, her betegnet "CB-C", med analytiske egenskaper som fremsatt i Tabell 1.

Som i de foregående eksempler ble CB-C dispergert inn i den delvis hydrolyserte silikaløsning, slik at 15 % av det totale faststoffinnhold var CB-C og resten var silika. Et sett geler ble deretter fremstilt ved tilsats av ammoniakk, løsningsmiddelbyttet og tørket som redegjort for i de forutgående eksempler.

Bulktettheten og avgnidningen til representative prøver av gelene tørket i aceton og heptan ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Eksempel 22

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 21 i hovedsak repetert med unntak av at gelmaterialet innbefattet Modifisert CB-C ifølge Eksempel 4.

Som i de tidligere eksempler ble Modifisert CB-C

vasket og deretter dispergert inn i den delvis hydrolyserte silikaløsning, slik at 15 % av det totale faststoffinnhold var Modifisert CB-C og resten var silika. Et sett geler ble deretter fremstilt ved tilsats av ammoniakk, løsningsmiddelbyttet og tørket som redegjort for i de tidligere eksempler.

Bulktettheten og avgnidningen til representative prøver av gelene tørket i aceton og heptan ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabellene 2 og 3 nedenfor.

Tabell 2

Alkoksidforløpergeler (≤ 50 % karbon) tørket i aceton

Eks.	Sot	Sot vekt%, (faststoffer)	Tørkeløsnings- middel	Bulk- tetthet	Avfarg- ing
5	Intet	Intet	Aceton	0,60	---
6	CB-A	5 %	Aceton	0,55	17,5
7	CB-A	10 %	Aceton	0,45	23
8	CB-A	15 %	Aceton	0,48	35
9	CB-A	20 %	Aceton	0,43	40
10	CB-A	30 %	Aceton	0,49	35
11	CB-A	50 %	Aceton	0,51	45
12	Modifi- sert CB-A	5 %	Aceton	0,45	7,5
13	Modifi- sert CB-A	10 %	Aceton	0,43	15
14	Modifi- sert CB-A	15 %	Aceton	0,38	15
15	Modifi- sert CB-A	20 %	Aceton	0,38	25
16	Modifi- sert CB-A	30 %	Aceton	0,42	25
17	Modifi- sert CB-A	50 %	Aceton	0,47	30
18	CB-B	15 %	Aceton	0,45	25
19	Modifi- sert CB-B	15 %	Aceton	0,44	15
20	Fenol- isk CB-B	15 %	Aceton	0,35	10
21	CB-C	15 %	Aceton	0,38	35
22	Modifi- sert CB-C	15 %	Aceton	0,37	15

Tabell 3 - Alkoksidforløpergel (≤ 50 % karbon) tørket i heptan

Eks.	Sot	Sot vekt% (faststoffer)	Tørkeløsningsmiddel	Bulketthet (g/cm ³)	Avgnidning	SEM Fig.#
5	Intet	Intet	Heptan	0,40	---	1
6	CB-A	5 %	Heptan	0,38	15	---
7	CB-A	10 %	Heptan	0,37	20	---
8	CB-A	15 %	Heptan	0,31	30	2
9	CB-A	20 %	Heptan	0,34	40	---
10	CB-A	30 %	Heptan	0,36	35	---
11	CB-A	50 %	Heptan	0,41	45	---
12	Modifisert CB-A	5 %	Heptan	0,36	5	---
13	Modifisert CB-A	10 %	Heptan	0,34	15	---
14	Modifisert CB-A	15 %	Heptan	0,29	10	3
15	Modifisert CB-A	20 %	Heptan	0,30	25	---
16	Modifisert CB-A	30 %	Heptan	0,31	20	---
17	Modifisert CB-A	50 %	Heptan	0,33	30	---
18	CB-B	15 %	Heptan	0,36	25	4
19	Modifisert CB-B	15 %	Heptan	0,31	10	5
20	Fenolisk CB-B	15 %	Heptan	0,26	5	6
21	CB-C	15 %	Heptan	0,31	30	7
22	Modifisert CB-C	15 %	Heptan	0,30	10	8

SEM Fig. #- Sveipeelektronmikroskop Figurnummer

Som vist på SEM-fotografiene, særlig Figur 3 av gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse ifølge Eksempel 14, Figur 5 av gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse ifølge Eksempel 19, Figur 6 av gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse ifølge Eksempel 20 og Figur 8 av gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse ifølge Eksempel 22, er de modifiserte sotene knyttet til silikagelkomponenten i gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse. Som illustrert på Figurene 3, 5, 6 og 8, fremkommer minimale mengder, om noen, av de tilknyttede karbonholdige komponenter (modifisert sot) som et distinkt aggregat i bruddflaten på SEM-fotografiene av disse gelmaterialer. Disse resultater indikerer at den modifiserte sot er knyttet til silikagelkomponenten på flere steder og at silika-sot-tilknytningen er sterkere enn silika-silikatilknytningen i konvensjonelle gelmaterialer som ikke innbefatter en karbonholdig komponent knyttet til gelkomponenten.

I motsetning til dette, som illustrert på Figurene 2, 4 og 7, viser bruddoverflatene på SEM-fotografiene av gelmaterialer som innbefatter en karbonholdig komponent som ikke er knyttet til gelkomponenten, distinkte aggregater av sot. I disse gelmaterialer er soten ikke knyttet til silikagelkomponenten.

Eksempler med natriumsilikatgelforløper (opp til 50 vekt% faststoff)

Eksempler 23-28 er rettet mot geler fremstilt av en natriumsilikatforløper, og mindre enn eller lik 50 vekt% faste stoffer av en karbonholdig komponent.

Eksempel 23

En silikaråstoffløsning ble fremstilt ved å blande kommersielt tilgjengelig natriumsilikat ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ molforhold på 3,22:1) med avionisert vann i et volumforhold på 1,33:1 vann til natriumsilikat. Temperaturen i blandingen ble holdt på 15 °C med kraftig omrøring i et beger med kledning. En separat løsning omfattende 2 M H_2SO_4 ble fremstilt ved å

fortynne konsentrert svovelsyre (96 %) med vann. En aliquot på 104 ml natriumsilikat-råstoffløsning ble deretter langsomt tilført til 50 ml omrørt 2 M-syre. Hastigheten av silikattilsats ble holdt konstant på 1 ml/minutt og syreløsningen ble holdt ved 15 °C i et beger med kledning. Den resulterende silikasol inneholdt omtrent 10 vekt% silika i en saltløsning.

Gelering ble utført ved kontrollert tilsats av 1 M NaOH inntil pH i solen nådde 5. Ved dette punkt ble solen kraftig omrørt i 1 minutt og deretter støpt inn i sylindriske rør. Gelering fant sted i løpet av 5 minutter og rørene ble forseglet for å hindre uttørring. Gelene fikk stå å elde i 1-2 timer ved 50 °C i formene, hvorefter de ble plassert i forseglede rør som inneholdt avionisert vann og holdt ved romtemperatur. Friskt vann ble tilført hver tredje time i totalt 12 timer, hvorved det ble bestemt (ved innsetting av en natriumelektrode) at natriumsulfatsaltet var fullstendig fjernet fra gelen.

Gelene ble deretter eldet ved 70 °C i avionisert vann i opp til 24 timer. Ved borttagning fra ovnen ble gelene rensed flere ganger med avionisert vann, plassert i forseglede rør med aceton, og de fikk stå å utveksle porefluid i 10 timer ved 50 °C. Ved slutten av de 10 timer ble gelene rensed med aceton og lagret i frisk aceton ved 50 °C. Denne prosedyre ble gjentatt tre ganger.

Etter tre slike intervaller ble gelene plassert i forseglede rør som inneholdt heptan, og de fikk stå å utveksle porefluid i 10 timer. Ved slutten av de 10 timer ble gelene rensed med heptan og lagret i frisk heptan ved 50 °C. Denne prosedyre ble gjentatt tre ganger.

Etter tre slike intervaller ble gelene tørket direkte for heptan, først ved 70 °C i 12 timer og deretter ved 140 °C i ytterligere 12 timer. De resulterende tørkede geler bibeholdt sine sylindriske former og fremviste minimal krymp.

Bulktettheten og avgnidningen til en representativ prøve av gelmaterialet ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabell 4 nedenfor.

Eksempel 24

Dette eksempel illustrerer fremstilling av gelmaterialer som inneholder en umodifisert sotkomponent, her betegnet "CB-A", med analytiske egenskaper som fremsatt i Tabell 1.

Trinnene fra Eksempel 23 ble i hovedsak gjentatt, med noen prosessendringer. Før initiering av geldannelse ble en spesifikk mengde av en spesiell sot, CB-A (som i Eksempel 6-11), tilsatt solen. Mengden av tilført sot ble beregnet slik at det totale innhold av faste stoffer forble det samme, slik at virkningen av den tilførte sot ble at den erstattet en tilsvarende mengde silika. I dette eksempel er de ønskede faststoffinnhold 10 %, som i Eksempel 23. Av de 10 % faste stoffer består derfor 90 % av silika og de resterende 10 % faste stoffer ble tilført som fri sot (CB-A). For å holde innholdet av faste stoffer likt ble solene fortynnet med en hensiktsmessig mengde avionisert vann for å bevirke det tiljusterte silikainnhold.

Straks de relative forhold var bestemt ble en hensiktsmessig mengde sot rørt inn i solen i 5-10 minutter. I dette eksempel ble CB-A dispergert inn i løsningen som inneholdt natriumsilikat kombinert med svovelsyre, slik at 10 % av det totale faststoffinnhold var CB-A og resten var silika. Gelering ble initiert som i Eksempel 23, ved å øke pH med 1M NaOH til en slutt-pH på 5.

Etter gelering ble materialene eldet ved 50 °C i 1-2 timer, som i Eksempel 23, fjernet fra formene og deretter vasket fritt for salt i 12 timer ved romtemperatur. De pålastede geler ble deretter løsningsmiddelbyttet og tørket for heptan slik det er redegjort for i Eksempel 23.

Bulktettheten og avgnidningen til en representativ prøve av gelmaterialet ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabell 4 nedenfor.

Eksempel 25

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en

sot knyttet til en gelkomponent.

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 24 i hovedsak gjentatt, med unntak av at gelmaterialet innbefattet Modifisert CB-A ifølge Eksempel 1.

Modifisert CB-A ble dispergert i et beger med acetone, vakuumsfiltrert og renses flere ganger med avionisert vann inntil pH-verdien til vaskevannet var nær nøytral. Modifisert CB-A ble deretter tørket ved 140 °C i 12 timer.

Som i Eksempel 24 ble Modifisert CB-A dispergert inn i løsningen inneholdende natriumsilikat kombinert med svovelsyre slik at 10 % av det totale faststoffinnhold var Modifisert CB-A og resten var silika. I motsetning til ved umodifisert CB-A, ble tilsats av Modifisert CB-A begrenset på grunn av stabiliteten til overflategruppene. Kun ved pH-verdier større enn 3 kunne Modifisert CB-A innføres i solen slik at overflatemodifikasjonen kunne bevares. Derfor ble pH-verdien forsiktig hevet til 3 ved kontrollert tilsats av 1 M NaOH og den hensiktsmessige mengde Modifisert CB-A dispergert i solen. Gelering ble oppnådd, som tidligere, ved kontrollert tilsats av 1M NaOH inntil pH-verdien til solen nådde 5.

Etter gelering ble materialene eldet ved 50 °C i 1-2 timer, fjernet fra formene og deretter vasket frie for salt i 12 timer ved romtemperatur. Gelmaterialet ble deretter eldet opp til 24 timer ved 70 °C i avionisert vann. En del av gelene ble deretter løsningsmiddelbyttet og tørket for heptan slik det er redegjort for i de foregående eksempler.

Bulktettheten og avgnidningen til en representativ prøve av gelmaterialet ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabell 4 nedenfor.

Eksempel 26

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 24 i hovedsak gjentatt, ved anvendelse av en annen sot, her betegnet "CB-B", med analytiske egenskaper som fremsatt i Tabell 1.

Før initiering av geldannelse ble en spesifikk mengde CB-B (som ovenfor) tilført til solen. Mengden av tilført CB-B ble beregnet slik at det totale faststoffinnhold forble det

samme, slik at virkningen av den tilførte CB-B var å erstatte en ekvivalent mengde silika. I dette eksempel var det ønskede faststoffinnhold 10 %, akkurat som i Eksempel 23. Av de 10 % faste stoffer besto derfor 90 % av silika og de resterende 10 % ble tilført som fri CB-B. For å holde faststoffinnholdet likt ble solen fortynnet med en hensiktsmessig mengde avionisert vann for å bevirke det tiljusterte silikainnhold.

Straks de relative forhold var bestemt ble den hensiktsmessige mengde sot rørt inn i solen i 5-10 minutter. I dette eksempel ble CB-B dispergert inn i løsningen inneholdende natriumsilikat kombinert med svovelsyre, slik at 10 % av det totale faststoffinnhold var CB-B og resten var silika. Gelering ble initiert som i de foregående eksempler ved å øke pH-verdien med 1 M NaOH til en slutt-pH på 5.

Etter gelering ble materialene eldet ved 50 °C i 1-2 timer som tidligere, fjernet fra formene og deretter vasket frie for salt i 12 timer ved romtemperatur. Gelaterialet ble deretter eldet opp til 24 timer ved 70 °C i avionisert vann. Noen av gelaterialet ble deretter løsningsmiddelbyttet og tørket for heptan slik det er redegjort for i de foregående eksempler.

Bulktettheten og avgnidningen til en representativ prøve av gelaterialet ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabell 4 nedenfor.

Eksempel 27

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 26 i hovedsak gjentatt, med unntak av at gelaterialet innbefattet Modifisert CB-B ifølge Eksempel 2.

Modifisert CB-B ble dispergert i et beger med aceton, vakuumfiltrert og deretter rensert flere ganger med avionisert vann inntil pH-verdien i vaskevannet var nær nøytral. Modifisert CB-B ble deretter tørket ved 140 °C i 12 timer.

Som i Eksempel 24 ble den Modifiserte CB-B dispergert i løsningen inneholdende natriumsilikat kombinert med

svovelsyre, slik at 10 % av det totale faststoffinnhold var Modifisert CB-B og resten var silika. I motsetning til umodifisert CB-B, var tilsats av Modifisert CB-B begrenset på grunn av stabiliteten til overflategruppene. Kun ved pH-verdi høyere enn 3 kunne Modifisert CB-B innføres i solen slik at overflatemodifikasjonen kunne bevares. Derfor ble pH-verdien forsiktig hevet til 3 med styrt tilsats av 1M NaOH og den hensiktsmessige mengde Modifisert CB-B ble dispergert i solen. Gelering ble som tidligere oppnådd ved styrt tilsats av 1M NaOH inntil pH-verdien til solen nådde 5.

Etter gelering ble materialene eldet ved 50 °C i 1-2 timer som tidligere, fjernet fra formene og deretter vaske frie for salt i 12 timer ved romtemperatur. Gelaterialet ble deretter eldet opp til 24 timer ved 70 °C i avionisert vann. Gelene ble løsningsmiddelbyttet og tørket for heptan slik det er redegjort for i de foregående eksempler.

Bulktettheten og avgnidningen til en representativ prøve av gelaterialet ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabell 4 nedenfor.

Eksempel 28

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 26 i hovedsak gjentatt, med unntak av at gelaterialet innbefattet Fenolisk CB-B ifølge Eksempel 3.

Fenolisk CB-B ble dispergert i et beger med aceton, vakuumfiltrert og renset gjentatte ganger med avionisert vann, inntil pH-verdien til vaskevannet var nøytral. Fenolisk CB-B ble deretter tørket ved 140 °C i 12 timer.

Som i Eksempel 24 ble Fenolisk CB-B dispergert inn i løsningen inneholdende natriumsilikat kombinert med svovelsyre slik at 10 % av det totale faststoffinnhold var Fenolisk CB-B og resten var silika. I motsetning til ved umodifisert CB-B, ble tilsats av Fenolisk CB-B begrenset på grunn av stabiliteten til overflategruppene. Kun ved pH-verdier større

enn 3 kunne Fenolisk CB-B innføres i solen slik at overflatemodifikasjonen kunne bevares. Derfor ble pH-verdien forsiktig hevet til 3 ved kontrollert tilsats av 1M NaOH og den hensiktsmessige mengde Fenolisk CB-B ble dispergert inn i solen. Gelering ble oppnådd som tidligere ved kontrollert tilsats av 1M NaOH inntil pH-verdien i solen nådde 5.

Etter gelering ble materialene eldet ved 50 °C i 1-2 timer som tidligere, fjernet fra formene og deretter vasket frie for salt i 12 timer ved romtemperatur. Gelaterialet ble deretter eldet opp til 24 timer ved 70 °C i avionisert vann. Gelene ble deretter løsningsmiddelbyttet og tørket for heptan slik det er redegjort for i de foregående eksempler.

Bulktettheten og avgnidningen til en representativ prøve av gelaterialet ble bestemt i henhold til prosedyrene som er beskrevet. Resultatene er gitt i Tabell 4 nedenfor.

Tabell 4: Natriumsilikat gelforløpergel (≤ 50 % karbon)

Eks.	Sot	Mengde	Tørkeløsningsmiddel	Bulk-tetthet	Avfarging
23	Intet	Intet	Heptan	0,20 g/cm ³	---
24	CB-A	10 %	Heptan	0,22 g/cm ³	25
25	Modifisert CB-A	10 %	Heptan	0,21 g/cm ³	15
26	CB-B	10 %	Heptan	0,19 cm/g ³	16
27	Modifisert CB-B	10 %	Heptan	0,19 g/cm ³	17
28	Fenolisk CB-B	10 %	Heptan	0,21 g/cm ³	2,5

Eksempler med alkoxsidforløpere
(større enn 50 vekt% faststoffinnhold)

Eksempler 29-34 er rettet mot geler fremstilt av en alkoxsidforløper og mer enn 50 vekt% faste stoffer i form av en karbonholdig komponent.

Eksempel 29

Trinnene fra Eksempel 11 ble gjentatt med unntak av at mengden CB-A ble økt til 60 % av det totale faststoffinnhold og at eldingen og tørketrinnene ble endret. Som tidligere ble den hensiktsmessige mengde CB-A tilført og solen ble fortynnet med etylalkohol for å opprettholde et konstant innhold av faste stoffer. Gelering ble initiert på samme måte som i de foregående eksempler 5-22. Gelene ble deretter eldet i 24 timer ved 50 °C i de forseglede sylindriske former. I stedet for vasking med vann og elding ved 70 °C, ble disse gelene deretter tørket direkte for morvæsken, først ved 50 °C i 10 timer, deretter ved 140 °C i 10 timer.

De resulterende produkter var inkoherente legemer som i stor grad omfattet spon. Bulktettheten til en representativ prøve av det resulterende produkt ble bestemt ved prosedyren som er beskrevet. Resultatene er fremst i Tabell 5 nedenfor.

Eksempel 30

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 29 i hovedsak gjentatt, med unntak av at gelmaterialet innbefattet Modifisert CB-A ifølge Eksempel 1.

Som i tidligere eksempler ble Modifisert CB-A vasket og deretter dispergert inn i den delvis hydrolyserte silikaløsning slik at 60 % av det totale faststoffinnhold var Modifisert CB-A og resten var silika. Som tidligere ble solen fortynnet med etylalkohol for å opprettholde et konstant faststoffinnhold, og gelering ble initiert på tilsvarende måte som tidligere. Gelene ble deretter tørket direkte for morløsningen som i Eksempel 29, ved elding i 24 timer ved 50 °C i de

forseglede sylindriske former, deretter ved 140 °C i 10 timer.

De resulterende produkter var i form av faste pellets i ett stykke, hvilke var fysisk harde. Det var en neglisjerbar mengde karbonspen og gelgjenstanden var meget holdbar og koherent sammenlignet med gelgjenstanden fremstilt av et umodifisert karbonholdig materiale i Eksempel 29.

Bulktettheten til en representativ prøve av det resulterende produkt ble bestemt ved prosedyren som er beskrevet. Resultatet er fremsatt i Tabell 5 nedenfor.

Eksempel 31

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

Trinnene fra Eksempel 30 ble gjentatt, med unntak av at mengden Modifisert CB-A ble økt til 70 % av det totale faststoffinnhold med silika som rest. Som tidligere ble solen fortynnet med etylalkohol for å holde et konstant faststoffinnhold og gelering ble initiert på samme måte som tidligere. Gelene ble deretter eldet i 14 timer ved 50 °C i forseglede sylindrerformer og deretter tørket direkte for morvæsken, først ved 50 °C i 10 timer, deretter ved 140 °C i 10 timer.

De resulterende pellets var harde og kunne lett håndteres uten brekkasje eller dannelsen av spon. Bulktettheten til en representativ prøve av det resulterende produkt ble bestemt ved prosedyren som er beskrevet. Resultatet er fremsatt i Tabell 5 nedenfor.

Eksempel 32

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 29 i hovedsak gjentatt, med anvendelse av en annen sot, betegnet "CB-C", med analytiske egenskaper som fremsatt i Tabell 1.

CB-C ble dispergert inn i den delvis hydrolyserte silikaløsning slik at 80 % av det totale faststoffinnhold var CB-C og resten var silika. Som tidligere ble solen fortynnet med etylalkohol for å holde et konstant faststoffinnhold og gelering ble initiert på samme måte som tidligere. Gelene ble deretter eldet i 24 timer ved 50 °C i de forseglede sylind-

riske former og deretter tørket direkte for morløsningen, først ved 50 °C i 10 timer, deretter ved 140 °C i 10 timer.

Den resulterende gjenstand var tilsvarende den som i Eksempel 29, idet en svak, nedbrutt gel ble dannet, hvilken i stor grad besto av karbonspon. Nettverket var ikke koherent og manglet den strukturelle integritet som ble sett i eksemplene med gelmaterialer ifølge den foreliggende oppfinnelse.

Bulktettheten til en representativ prøve av det resulterende produkt ble bestemt ved prosedyren som er beskrevet. Resultatet er fremsatt i Tabell 5 nedenfor.

Eksempel 33

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

I dette eksempel ble prosedyrene anvendt i Eksempel 32 i hovedsak gjentatt, med unntak av at gelmaterialet innbefattet Modifisert CB-C ifølge Eksempel 4.

Som i foregående eksempler ble Modifisert CB-C vasket og deretter dispergert inn i den delvis hydrolyserte silikaløsning slik at 80 % av det totale faststoffinnhold var Modifisert CB-C og resten var silika. Som tidligere ble solen fortynnet med etylalkohol for å opprettholde et konstant faststoffinnhold, og gelering ble initiert på samme måte som tidligere. Gelene ble deretter eldet i 24 timer ved 50 °C i de forseglede sylindriske former og deretter tørket direkte for morløsningen, først ved 50 °C i 10 timer, deretter ved 140 °C i 10 timer.

De resulterende gjenstander var pellets med likt utseende og integritet som dem fremstilt i Eksemplene 30 og 31. Kun en minimal mengde karbonspon eksisterte og gelen var meget koherent.

Bulktettheten til en representativ prøve av det resulterende produkt ble bestemt ved anvendelse av prosedyren som er beskrevet. Resultatet er fremsatt i Tabell 5 nedenfor.

Eksempel 34

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

Trinnene fra Eksempel 33 ble gjentatt, med unntak av at mengden Modifisert CB-C som ble anvendt i gelmaterialet ble økt til 85 % av det totale faststoffinnhold. Som tidligere ble den hensiktsmessige mengde Modifisert CB-C tilført, solen ble fortynnet med etylalkohol for å opprettholde et konstant faststoffinnhold, og gelering ble initiert på samme måte som tidligere. Gelene ble deretter eldet i 24 timer ved 50 °C i de forseglede sylindriske former og deretter tørket direkte for morløsningen, først ved 50 °C i 10 timer, deretter ved 140 °C i 10 timer.

De resulterende pellets kunne lett håndteres uten brekkasje eller dannelse av spon. Bulktettheten til en representativ prøve av det resulterende produkt ble bestemt ved anvendelse av prosedyren som er beskrevet. Resultatet er fremsatt i Tabell 5 nedenfor.

Eksempel 35

Dette eksempel illustrerer fremstilling av et gelmateriale ifølge den foreliggende oppfinnelse omfattende en sot knyttet til en gelkomponent.

Trinnene fra Eksempel 33 ble gjentatt med unntak av at mengden Modifisert CB-C som ble anvendt i gelmaterialet ble økt til 90 % av det totale faststoffinnhold. Som tidligere ble den hensiktsmessige mengde Modifisert CB-C tilført, solen ble fortynnet med etylalkohol for å opprettholde et konstant faststoffinnhold, og gelering ble initiert på samme måte som tidligere. Gelene ble deretter eldet i 24 timer ved 50 °C i de forseglede sylindriske former og deretter tørket direkte for morløsningen, først ved 50 °C i 10 timer, deretter ved 140 °C i 10 timer.

De resulterende pellets kunne lett håndteres uten brekkasje eller dannelse av spon. Bulktettheten til en representativ prøve av det resulterende produkt ble bestemt ved prosedyren som er beskrevet. Resultatene er fremsatt i Tabell

5 nedenfor.

Tabell 5 -
Alkoksidforløpergeler (≤ 50 % karbon)

Eks.	Sot	Mengde	Tørke- løsnings- middel	Bulk- tetthet	Form
29	CB-A	60 %	Morvåske	0,53 g/cm ³	Spon
30	Modifi- sert CB-A	60 %	Morvåske	0,54 g/cm ³	Pellet
31	Modifi- sert CB-A	70 %	Morvåske	0,61 g/cm ³	Pellet
32	CB-C	80%	Morvåske	0,66 g/cm ³	Spon
33	Modifi- sert CB-C	80 %	Morvåske	0,65 g/cm ³	Pellet
34	Modifi- sert CB-C	85 %	Morvåske	0,66 g/cm ³	Pellet
35	Modifi- sert CB-C	90 %	Morvåske	0,63 g/cm ³	Pellet

Resultatene fra Eksempel 29-35 illustrerer at gelmaterialer ifølge den foreliggende oppfinnelse, Eksempel 30, 31 og 33-35, fremstilt med en karbonholdig komponent knyttet til gelkomponenten, er koherente, faste stoffer. I motsetning faller gelmaterialer som er fremstilt med en karbonholdig komponent som ikke er knyttet til gelkomponenten, Eksempel 29 og 32, fra hverandre.

Disse resultater burde indikere, for dem som er vanlig kyndige innen teknikken, at gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse, Eksempel 30, 31 og 33-35, er fordelaktige for anvendelse som adsorbenter, sammenlignet med

gelmaterialet ifølge Eksemplene 29 og 32, hvilke faller fra hverandre.

Oppsummering av resultater

Som en helhet illustrerer SEM-fotografiene og avgnidningsdataene fra de foregående eksempler at i gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse er den karbonholdige komponent (Modifisert CB-A, Modifisert CB-B, Fenolisk CB-B og Modifisert CB-C) knyttet til gelkomponenten.

Spesielt gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse fremstilt i Eksemplene 12-17, 19-20, 22, 25 og 27-28, med den karbonholdige komponent knyttet til gelkomponenten, har lavere avgnidning enn sammenlignbare gelmaterialer fremstilt i Eksemplene 6-11, 18, 21, 24 og 26, hvor den karbonholdige komponent ikke er knyttet til gelkomponenten. Selv om dataene ikke er presentert ovenfor, burde tilsvarende resultater kunne forventes for gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse fremstilt i Eksemplene 30-31 og 33-35, med den karbonholdige komponent knyttet til gelkomponenten, sammenlignet med gelmaterialet fremstilt i Eksemplene 29 og 32, hvor den karbonholdige komponent ikke er knyttet til gelkomponenten.

Tilsvarende illustrerer SEM-fotografiene, særlig Fig. 3 av gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse ifølge Eksempel 14, Figur 5 av gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse ifølge Eksempel 19, Figur 6 av gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse ifølge Eksempel 20 og Figur 8 av gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse ifølge Eksempel 22, at den modifiserte sot er knyttet til silikagelkomponenten i gelmaterialet ifølge den foreliggende oppfinnelse. Som illustrert på Figurene 3, 5, 6 og 8, fremkommer minimale mengder, eller ingen mengde, av den tilknyttede karbonholdige komponent (modifisert sot) som et distinkt aggregat i bruddoverflaten på SEM-fotografiene av disse gelmaterialer. Disse resultater indikerer at den modifiserte sot er knyttet til silikagelkomponenten på flere steder og at silika-sottilknytningen er sterkere enn silika-silikatilknytningen i konvensjonelle gelmaterialer som ikke innbefatter en

karbonholdig komponent knyttet til gelkomponenten.

I motsetning til dette, som illustrert på Figurene 2, 4 og 7, viser SEM-fotografiene av bruddflatene på gelmaterialer som innbefatter en karbonholdig komponent som ikke er knyttet til gelkomponenten, distinkte aggregater av sot. I disse gelmaterialer er soten ikke knyttet til silikagelkomponenten.

P a t e n t k r a v

1. Gelmateriale omfattende en metalloksidgel og en karbonholdig komponent valgt blant sot, karbonfibre, aktivt kull, grafitt og blandinger derav, k a r a k t e r i s e r t v e d at den karbonholdige komponent har knyttet til seg minst én organisk gruppe omfattende a) minst én aromatgruppe eller minst én C₁-C₁₂-alkylgruppe, og b) minst én ionegruppe, minst én ioniserbar gruppe, eller en blanding av en ionegruppe og en ioniserbar gruppe, hvor minst én av aromatrgruppen eller alkylgruppe i den organiske gruppe er direkte knyttet til den karbonholdige komponent.
2. Gelmateriale ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den organiske gruppe omfatter en sulfofenylgruppe eller et salt derav, en karboksyfenylgruppe eller et salt derav, eller blandinger derav.
3. Gelmateriale ifølge hvilket som helst av krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den organiske gruppe omfatter p-sulfofenylgruppen eller et salt derav.
4. Gelmateriale ifølge hvilket som helst av krav 1-3, k a r a k t e r i s e r t v e d at den ioniske- eller ioniserbare gruppe omfatter en karboksylsyre eller et salt

derav; en sulfonsyre eller et salt derav; et kvaternært ammoniumsalt eller blandinger derav.

5. Gelmateriale ifølge hvilket som helst av krav 1-4, karakterisert ved at den ioniske- eller ioniserbare gruppe er en etansulfonsyre eller et salt derav.

6. Gelmateriale ifølge hvilket som helst av krav 1-5, karakterisert ved at metalloksidgelen omfatter silika, titanoksid, alumina eller blandinger derav.

7. Gelmateriale ifølge hvilket som helst av krav 1-6, karakterisert ved at den karbonholdige komponent er sot.

8. Gelmateriale ifølge hvilket som helst av krav 1-7, karakterisert ved at den karbonholdige komponent omfatter 1-50 vekt % av materialet.

9. Gelmateriale ifølge krav 8, karakterisert ved at den karbonholdige komponent omfatter 10-20 vekt % av materialet.

10. Gelmateriale ifølge hvilket som helst av krav 1-7, karakterisert ved at den karbonholdige komponent omfatter 50-99 vekt % av materialet.

11. Gelmateriale ifølge krav 10, karakterisert ved at den karbonholdige komponent omfatter 75-85 vekt % av materialet.

12. Anvendelse av gelmaterialet ifølge hvilket som helst av krav 1-11, for termisk isolasjon.

13. Anvendelse ifølge krav 12, idet den karbonholdige komponent er sot og metalloksidgelen omfatter silika.

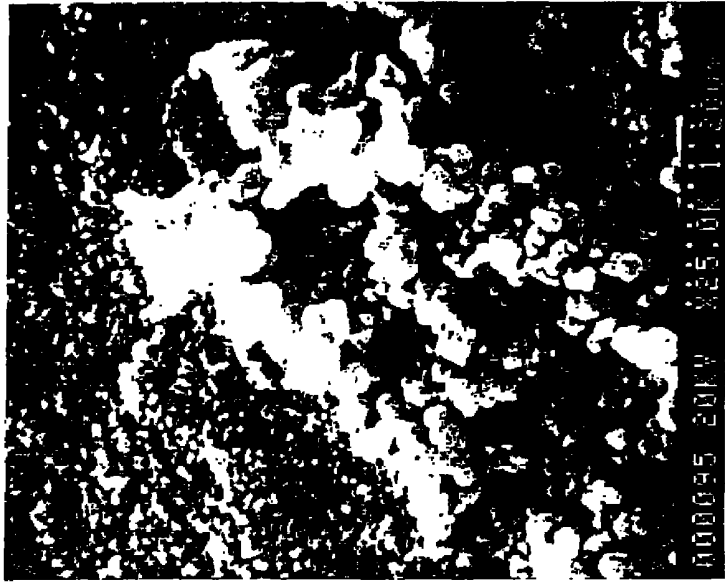


FIG. 2

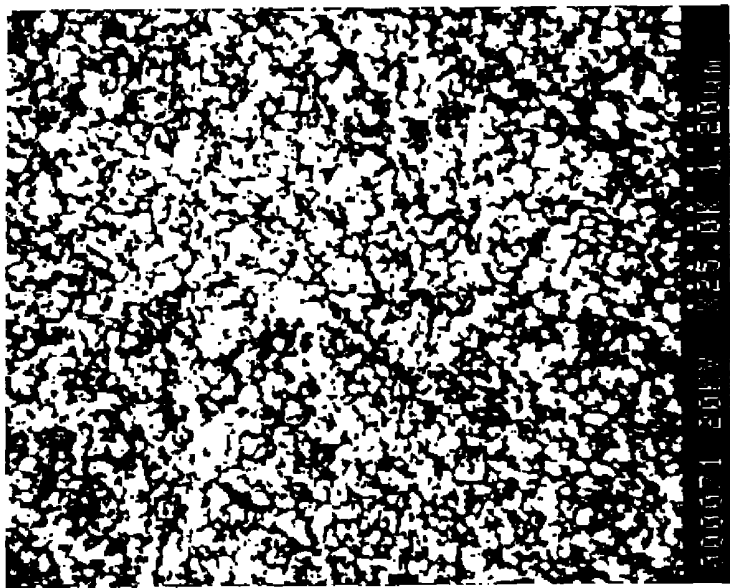


FIG. 1

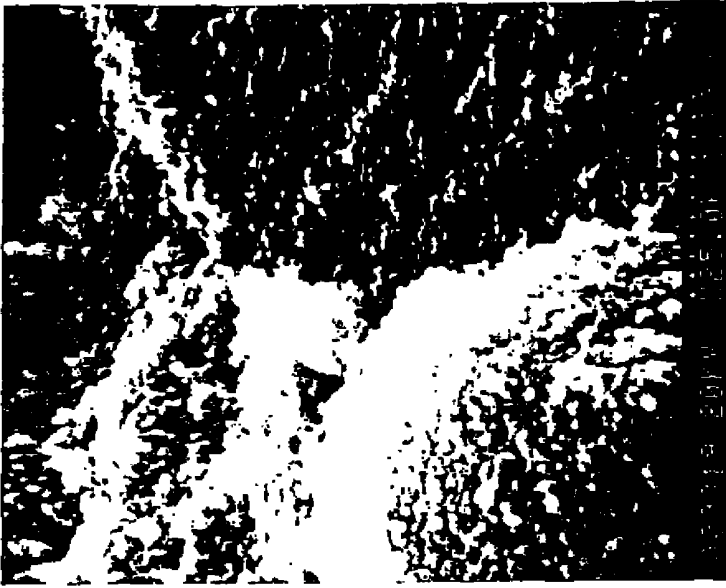


FIG. 4

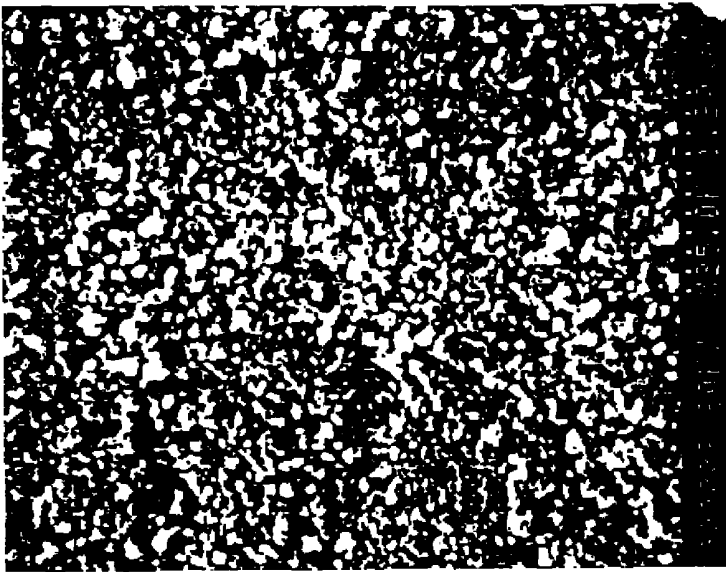


FIG. 3

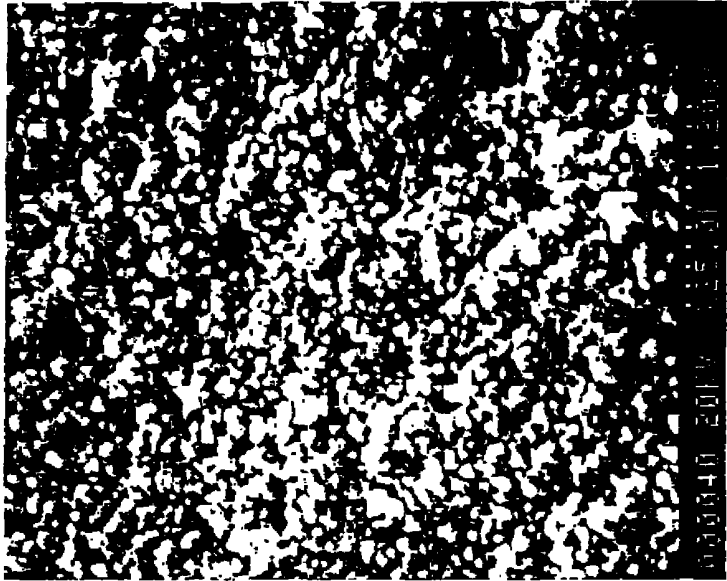


FIG. 6

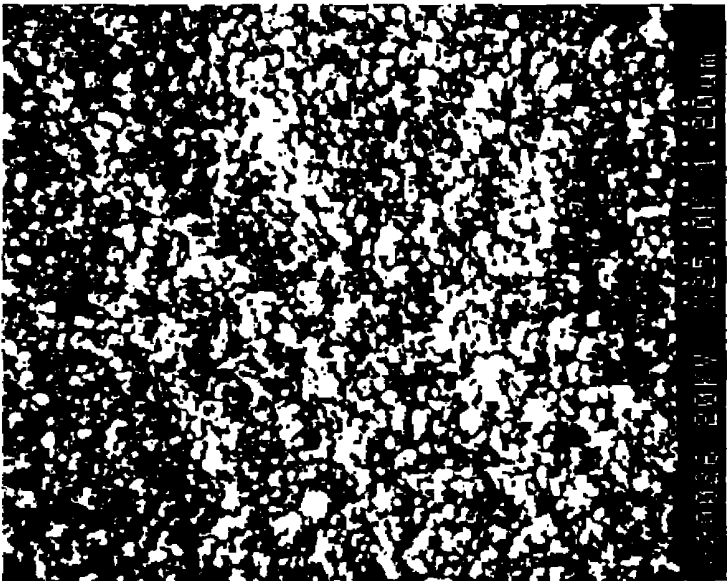


FIG. 5



FIG. 8

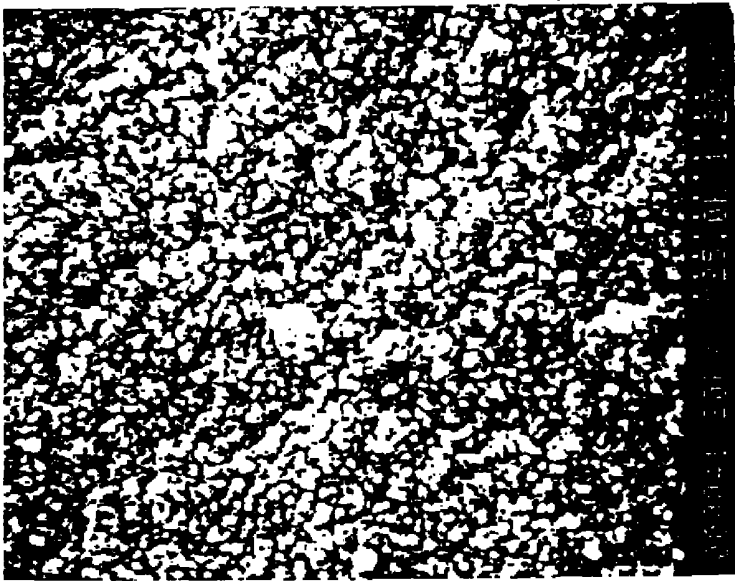


FIG. 7