



(19) **UA** ⁽¹¹⁾ **61 049** ⁽¹³⁾ **C2**
(51)МПК ⁷ **B 01J 13/00, C 01B 33/14, C 09C 1/56, F 16L 59/00**

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: 97063392, 14.12.1995
(24) Дата начала действия патента: 17.11.2003
(30) Приоритет: 15.12.1994 US 08/356,849
(46) Дата публикации: 15.11.2003
(86) Заявка РСТ:
РСТ/US95/16196, 19951214

(72) Изобретатель:
Боес Ральф Ульрих, DE,
Бельмон Джеймс Э., US,
Кол Дэвид Дж., US,
Смит Дуглас М., US,
Аккерман Уильям К., US
(73) Патентовладелец:
КАБОТ КОРПОРЕЙШН, US

(54) ГЕЛЕВАЯ КОМПОЗИЦИЯ, КОТОРАЯ СОДЕРЖИТ УГЛЕРОДИСТОЕ СОЕДИНЕНИЕ

(57) Реферат:
Гелевые композиции, включающие углеродистый компонент, присоединенный к гелевому компоненту, предпочтительно углеродистый компонент выбирают из группы, включающей: углеродистые сажи, углеродистые волокна, активированные угли и графитовые угли; и гелевый компонент выбирают из группы, включающей: гели оксидов металлов и полимерные гели. Описаны также гелевые композиции, включающие: гелевый компонент и продукт углеродистой сажи, содержащий присоединенную по меньшей мере одну органическую группу, органическую группу, включающую: а) по меньшей мере одну ароматическую группу и б) по меньшей мере одну ионную группу, по меньшей мере одну ионизируемую группу или смесь ионной и ионизируемой группы, в котором по меньшей мере одна ароматическая группа органической группы

присоединена непосредственно к углеродистой саже. Патентуются также композиции геля, включающие: гелевый компонент и продукт углеродистой сажи, содержащий присоединенную по меньшей мере одну органическую группу, органическую группу, включающую: а) по меньшей мере одну C_1 - C_{12} алкильную группу и б) по меньшей мере одну ионную группу, по меньшей мере одну ионизируемую группу или смесь ионной группы и ионизируемой группы, в котором по меньшей мере одна алкильная группа органической группы непосредственно присоединена к углеродистой саже.

Официальный бюлетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2003, N 11, 15.11.2003. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **61 049** (13) **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **B 01J 13/00, C 01B 33/14, C**
09C 1/56, F 16L 59/00

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: 97063392, 14.12.1995

(24) Effective date for property rights: 17.11.2003

(30) Priority: 15.12.1994 US 08/356,849

(46) Publication date: 15.11.2003

(86) PCT application:
PCT/US95/16196, 19951214

(72) Inventor:

Boes Ralph Ulrich, DE,
Belmont James A., US,
Kaul David J., US,
Smith Douglas M., US,
Ackerman William C., US

(73) Proprietor:

CABOT CORPORATION, US

(54) **GEL COMPOSITION COMPRISING CARBONACEOUS COMPOUND**

(57) Abstract:

New gel compositions which comprise a carbonaceous component attached to a gel component. Preferably, the carbonaceous component is selected from the group consisting of: carbon blacks, carbon fibers, activated carbons and graphitic carbons; and the gel component is selected from the group consisting of: metal oxide gels and polymeric gels. Also disclosed are new gel compositions comprising: a gel component and a carbon black product having attached at least one organic group, the organic group comprising: a) at least one aromatic group, and b) at least one ionic group, at least one ionizable group, or a mixture of an ionic group and an ionizable group, wherein at least one aromatic group of the organic group is directly

attached to the carbon black. Further disclosed are new gel compositions comprising: a gel component and a carbon black product having attached at least one organic group, the organic group comprising: a) at least one C₁-C₁₂alkyl group, and b) at least one ionic group, at least one ionizable group, or a mixture of an ionic group and an ionizable group, wherein at least one alkyl group of the organic group is directly attached to the carbon black. Uses for the gel compositions are also disclosed.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2003, N 11, 15.11.2003. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.

UA 61049 C2

UA 61049 C2



(19) **UA** ⁽¹¹⁾ **61 049** ⁽¹³⁾ **C2**
(51)МПК ⁷ **B 01J 13/00, C 01B 33/14, C 09C 1/56, F 16L 59/00**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВИНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
97063392, 14.12.1995

(24) Дата набуття чинності: 17.11.2003

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької конвенції : 15.12.1994 US 08/356,849

(46) Публікація відомостей про видачу патенту (деклараційного патенту): 15.11.2003

(86) Номер та дата подання міжнародної заявки відповідно до договору РСТ:
PCT/US95/16196, 19951214

(72) Винахідник(и):

Боєс Ральф Ульріх , DE,
Бельмон Джеймс Е. , US,
Кол Девід Дж. , US,
Сміт Дуглас М. , US,
Акерман Уільям К. , US

(73) Власник(и):

КАБОТ КОРПОРЕЙШН, US

(54) ГЕЛЬОВА КОМПОЗИЦІЯ, ЯКА МІСТИТЬ ВУГЛЕЦЕВУ СПОЛУКУ

(57) Реферат:

Гелеві композиції, що містять вуглецевий компонент, сполучений з гелевим компонентом, переважно вуглецевий компонент вибирають із групи, що включає: вуглецеві сажі, вуглецеві волокна, активоване вугілля і графітове вугілля; і гелевий компонент вибирають із групи, що містить: гелі оксидів металів і полімерні гелі. Описані також гелеві композиції, що включають: гелевий компонент і продукт вуглецевої сажі, що містить сполучену принаймні з однією органічною групою, органічною групою, що містить: а) принаймні одну ароматичну групу і б) принаймні одну іонну групу, принаймні одну групу, що

іонізується, чи групу суміш іонної і групи, що іонізується, у якому принаймні одна ароматична група органічної групи сполучена безпосередньо з вуглецевою сажею. Патентуються також композиції гелю, що містять: гелевий компонент і продукт вуглецевої сажі, що містить приєднану принаймні одну органічну групу, органічну групу, що містить: а) принаймні одну Z_{1-312} алкільну групу і б) принаймні одну іонну групу, принаймні одну групу, що іонізується, чи групу суміш іонної групи і групи, що іонізується, у якому принаймні одна алкільна група органічної групи безпосередньо сполучена з вуглецевою сажею.

UA 61049 C2

UA 61049 C2

Опис винаходу

Данное изобретение относится к новым гелевым композициям.

Гели и способы их получения хорошо известны. Термин "гель" в данном описании включает аэрогели, ксерогели, гидрогели и другие известные гели. Термин "аэрогель" был впервые введен S. S. Kistel в патенте США №2188007 и обычно используется для обозначения геля, который высушен в сверхкритических условиях давление/температура. Гели, особенно аэрогели, используются в широкой области различных применений, включая термическую и звуковую изоляцию, носители и подложки для катализаторов, фильтры и молекулярные сита и в электронике.

Гели, имеющие более низкий насыпной вес, более предпочтительны для использования во многих областях применения. Аэрогели, благодаря более низкому насыпному весу, становятся тем видом геля, который выбирают для применения во многих случаях. Однако, как указано выше, аэрогели обычно получают с использованием сушки в сверхкритических условиях, для которой необходимо применение относительно дорогостоящего технологического оборудования и условий.

Выгодно также в некоторых случаях применения, таких как адсорбенты, применять гели, имеющие более высокий насыпной вес.

Данное изобретение относится к новой гелевой композиции, которая обладает улучшенными эксплуатационными свойствами по сравнению с известными до этого времени гелями. Гелевая композиция данного изобретения включает:

углеродистый компонент, присоединенный к гелевому компоненту. Углеродистый компонент может выбираться из группы, включающей: углеродистые сажи, углеродные волокна, активированные угли и графитовые углероды, которые могут присоединяться к гелевому компоненту. Если это необходимо, углеродистый компонент может быть модифицирован таким образом, что углеродистый компонент будет присоединен к гелевому компоненту композиции геля данного изобретения. Предпочтительно углеродистый компонент является химически модифицированным.

Данное изобретение относится также к новой гелевой композиции, включающей гелевый компонент и продукт углеродистой сажи, содержащий по меньшей мере одну присоединенную органическую группу, органическую группу, включающую: а) по меньшей мере одну ароматическую группу и б) по меньшей мере одну ионную группу, по меньшей мере одну ионизируемую группу или смесь ионной группы и ионизируемой группы, в котором по меньшей мере одна ароматическая группа органической группы присоединена непосредственно к углеродистой саже. Подробности, относящиеся к способу получения продукта углеродистой сажи, и предпочтительные воплощения новой гелевой композиции представлены в разделе Подробное Описание Изобретения.

Данное изобретение относится также к новой гелевой композиции, включающей гелевый компонент и сажу, содержащую по меньшей мере одну органическую группу, причем органическая группа включает: а) по меньшей мере одну C_1 - C_{12} алкильную группу и б) по меньшей мере одну ионную группу, по меньшей мере одну ионизируемую группу или смесь ионной группы и ионизируемой группы, где по меньшей мере одна алкильная группа органической группы присоединена непосредственно к углеродистой саже. Подробности, относящиеся к способам получения продукта углеродистой сажи, и предпочтительные воплощения новой гелевой композиции приведены далее в разделе Подробное Описание Изобретения.

Подходящими гелевыми компонентами для применения в гелевых композициях данного изобретения являются гели оксидов металлов, такие как силикагели, гели оксидов титана, гели оксида алюминия и т.п., и полимерные гели, такие как резорцин-формальдегидные (R-F) гели, меланин-формальдегидные (M-F) гели, фенол-фурфуральные (P-F) гели и т.п. Предпочтительным гелевым компонентом является гель оксида металла.

Количество углеродистого компонента, включенного в композиции гелей, будет зависеть от предполагаемого конечного применения композиции геля. Обычно в композиции геля данного изобретения углеродистый компонент может использоваться в количествах 1-99% (мас.). В том случае, когда необходимо получить композицию с более низким насыпным весом, углеродистый компонент в композиции геля используется в количествах 1-50% (мас.), предпочтительно 10-20% (мас.). С другой стороны, когда необходимо получить композицию геля с более высоким насыпным весом, углеродистый компонент в композиции геля данного изобретения используется в количествах 50-99% (мас.), предпочтительно 75-85% (мас.). Термин "насыпной вес" в данном описании относится к массе частицы геля, деленной на общий объем этой частицы.

Композиции гелей данного изобретения могут преимущественно использоваться в областях применения гелей, известных квалифицированному специалисту. В частности, композиции гелей данного изобретения могут использоваться в следующих областях применения:

Изоляция, в том числе термическая, электрическая и звуковую изоляция.

Особые Добавки, в том числе матирующие добавки, загустители, наполнители и армирующие наполнители

Адсорбенты

Носители для катализаторов

Мембраны

Фильтры

Детекторы излучения

Покрытия, в том числе термостойкие покрытия

Диэлектрики, в том числе диэлектрики с низким К

Дополнительные подробности, относящиеся к композициям гелей данного изобретения, представлены далее в разделе Подробное Описание Изобретения. Преимущества композиций геля данного изобретения станут понятны специалистам из этого более подробного описания.

Краткое описание рисунков

Фигура 1 представляет собой фотографию, снятую на сканирующем электронном микроскопе (SEM), поверхности разлома высушенной в гептане композиции геля, которая получена в Примере 5.

Фигура 2 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома высушенной в гептане композиции геля, которая получена в Примере 8.

Фигура 3 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома высушенной в гептане композиции геля, которая получена в Примере 14.

Фигура 4 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома высушенной в гептане композиции геля, которая получена в Примере 18.

Фигура 5 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома высушенной в гептане композиции геля, которая получена в Примере 19.

Фигура 6 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома высушенной в гептане композиции геля, которая получена в Примере 20.

Фигура 7 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома высушенной в гептане композиции геля, которая получена в Примере 21.

Фигура 8 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома высушенной в гептане композиции геля, которая получена в Примере 22.

Подробное описание изобретения

Как указано выше, гелевая композиция данного изобретения включает:

углеродистый компонент, присоединенный к гелевому компоненту.

Прилагаемые фотографии, полученные на сканирующем электронном микроскопе и представленные на Фигурах, обеспечивают наглядное изображение конкретных углеродистых компонентов, присоединенных к гелевому компоненту.

Фигура 1 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома гелевой композиции, которая не включает углеродистый компонент.

Фигура 2 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома гелевой композиции, которая включает углеродистый компонент, не присоединенный к гелевому компоненту. Для сравнения, Фигура 3 представляет собой SEM-фотографию поверхности разлома гелевой композиции, которая включает углеродистый компонент, присоединенный к гелевому компоненту.

Более подробное описание Фигур 1-3, описание Фигур 4-8 представлено ниже в разделе Примеры.

Кроме того, показатели истирания композиций геля данного изобретения, в которых углеродистый компонент присоединен к гелевому компоненту, ниже этих показателей сравнительных гелевых композиций, в которых углеродистый компонент не присоединен к гелевому компоненту. Дополнительные подробности, относящиеся к показателям истирания, представлены далее в разделе Примеры.

Углеродистый компонент композиции геля данного изобретения может выбираться из группы, включающей: углеродистые сажи, способные присоединяться к гелевому компоненту, углеродные волокна, способные присоединяться к гелевому компоненту, активированные угли, способные присоединяться к гелевому компоненту и графитовые углероды, способные присоединяться к гелевому компоненту. Некоторые углеродистые компоненты не будут присоединяться к гелевому компоненту, если их не модифицировать.

Предпочтительно углеродистый компонент химически модифицирован следующим образом.

Углеродистый компонент, способный присоединяться, может быть получен взаимодействием углеродистого компонента с солью диазония в жидкой реакционной среде с присоединением по меньшей мере одной органической группы к поверхности углеродистого компонента. Предпочтительная реакционная среда представляет собой воду, любую среду, содержащую воду и любую среду, содержащую спирт. Вода является наиболее предпочтительной средой. Модифицированные углеродистые компоненты и различные способы их получения описаны в заявке США с названием "Взаимодействие углеродистой сажи с солями диазония, полученные продукты углеродной сажи и их применение", поданной 15 декабря 1994 года, т.е. в тот же день, что и данная заявка, и включенной в качестве ссылки. Модифицированные углеродистые компоненты и различные способы их получения описаны также в заявке США с названием "Взаимодействие углеродистых материалов с солями диазония и полученные углеродистые продукты", поданной 15 декабря 1994 года, т.е. в тот же день, что и данная заявка, и включенной в качестве ссылки.

Способ получения способных присоединяться углеродистых компонентов для применения в гелевых композициях данного изобретения описывается в следующем абзаце с использованием в качестве углеродистого компонента углеродистой сажи. Аналогичные способы могут использоваться для получения способных присоединяться углеродистых компонентов, отличных от углеродистой сажи.

Для получения углеродистой сажи, способной присоединяться, требуется только соль диазония, достаточно стабильная для реакции с углеродистой сажой. Таким образом, реакцию можно проводить с некоторыми солями диазония, которые в другом случае рассматриваются как нестабильные и подвергаются разложению. Некоторые процессы разложения могут конкурировать с реакцией между углеродистой сажой и солью диазония и уменьшать общее количество органических групп, присоединенных к углеродистой саже. Кроме того, реакцию можно проводить при повышенных температурах, при которых многие соли диазония могут быть

чувствительными к разложению. Повышенные температуры могут также преимущественно повышать растворимость соли диазония в реакционной среде и облегчать работу с ней во время процесса. Однако, повышенные температуры могут приводить к некоторой потере соли диазония, вследствие других процессов разложения.

Углеродистая сажа может реагировать с солью диазония, когда присутствует в виде разбавленной легко перемешиваемой водной суспензии или в присутствии подходящего количества воды для получения гранулированной углеродистой сажи. Если это необходимо, гранулы углеродистой сажи могут быть получены с использованием общепринятой технологии гранулирования.

Предпочтительный набор органических групп, которые могут присоединяться к углеродистой саже, представляют собой группы, содержащие в качестве заместителя функциональную ионную группу или ионизируемую группу. Ионизируемая группа представляет собой группу, которая способна образовывать ионную группу в среде применения. Ионная группа может быть анионной группой или катионной группой, и ионизируемая группа может образовывать анион или катион.

Ионизируемые функциональные группы, которые образуют анион, включают, например, кислотные группы или соли кислотных групп. Следовательно, органические группы включают группы, полученные (производные) из органических кислот. Предпочтительно, когда она содержит ионизируемую группу, образующую анион, органическую группу, содержащую а) ароматическую группу или C₁-C₁₂ алкильную группу и б) по меньшей мере одну кислотную группу с pKa менее 11, или по меньшей мере одну соль кислотной группы с pKa менее 11, или смесь по меньшей мере одной кислотной группы, имеющей pKa меньше чем 11, с по меньшей мере одной солью кислотной группы, имеющей pKa меньше чем 11. pKa кислотной группы относится к pKa органической группы в целом, а не только к кислотному заместителю. Более предпочтительно, pKa составляет менее 10, и наиболее предпочтительно менее 9. Предпочтительно ароматическая группа или C₁-C₁₂ алкильная группа органической группы непосредственно присоединена к углеродистой саже. Ароматическая группа может содержать дополнительный заместитель, например, алкильные группы, или быть незамещенной. C₁-C₁₂ алкильная группа может быть разветвленной или неразветвленной и предпочтительно представляет собой этил. Более предпочтительно органическая группа представляет собой фенил или нафтил и кислотная группа представляет собой сульфоновую кислотную группу (группу сульфоновой кислоты), сульфоновую кислотную группу (группу сульфоновой кислоты), фосфоновую кислотную группу (группу фосфоновой кислоты) или группу карбоновой кислоты. Примеры таких групп включают -COOH, -SO₃H и PO₃H₂ и их соли, например, -COONa, -COOK, -COO⁻NR₄⁺, -SO₃⁻Na, -HPO₃⁻Na, -SO₃⁻NR₄⁺ и PO₃Na₂, где R. представляет собой алкильную или фенильную группу. Особенно предпочтительными ионизируемыми заместителями являются -COOH и SO₃H и их натриевая и калиевая соли.

Наиболее предпочтительно, органическая группа представляет собой замещенную или незамещенную сульфофенильную группу или ее соль; замещенную или незамещенную (полисульфо) фенильную группу или ее соль; замещенную или незамещенную сульфонафтильную группу или ее соль, или замещенную или незамещенную (полисульфо) нафтильную группу или ее соль. Предпочтительная замещенная сульфофенильная группа представляет собой гидроксисульфофенильную группу или ее соль.

Конкретными органическими группами, имеющими ионизируемую функциональную группу, образующую анион, являются п-сульфофенил, 4-гидрокси-3-сульфонил и 2-сульфоэтил.

Амины представляют собой примеры ионизируемых функциональных групп, которые образуют катионные группы и могут присоединяться к тем же органическим группам, которые обсуждаются выше для ионизируемых групп, образующих анионы. Например, в кислой среде амины могут протонироваться с образованием аммонийных групп. Предпочтительно органическая группа, содержащая аминный заместитель, имеет pKb меньше 5. Четвертичные аммонийные группы (-NR₃⁺) и четвертичные фосфониевые группы (-PR₃⁺) также представляют собой примеры катионных групп и могут присоединяться к тем же органическим группам, которые описаны выше для ионизируемых групп, образующих анионы. Предпочтительно органическая группа содержит ароматическую группу, такую как фенильная или нафтильная группа и четвертичная аммониевая или четвертичная фосфониевая группа. Ароматическая группа предпочтительно непосредственно присоединяется к углеродной саже. Кватернизованные циклические амины и кватернизованные ароматические амины могут также использоваться в качестве органической группы. Следовательно, N-замещенные производные пиридина, такие как N-метилпиридил, могут использоваться для этой цели.

Преимущество продуктов углеродистой сажи, включающих присоединенную органическую группу, которая содержит в качестве заместителя ионную или ионизируемую группу, состоит в том, что продукты углеродистой сажи могут обладать повышенной способностью диспергироваться (диспергируемостью) в воде по сравнению с соответствующей необработанной углеродистой сажей. Обычно диспергируемость в воде продуктов углеродистой сажи повышается с увеличением числа органических групп, присоединенных к углеродистой саже, содержащей ионизируемую группу, или с повышением числа ионизируемых групп, присоединенных к данной органической группе. Таким образом, повышение количества ионизируемых групп, присоединенных к продуктам углеродистой сажи, должно повышать их способность диспергироваться в воде и позволяет регулировать эту способность до нужного уровня. Можно отметить, что способности диспергироваться в воде продуктов углеродистой сажи, содержащих амин в качестве присоединенной к углеродистой саже органической группы, может быть повышена подкислением водной среды.

Когда получают вододиспергируемые способные присоединяться продукты углеродистой сажи, предпочтительно, чтобы ионная или ионизируемая группы были ионизированными в реакционной среде.

Образующиеся раствор или суспензия продукта могут использоваться в таком виде или разбавляться перед применением. С другой стороны, продукты углеродистой сажи могут быть высушены методами, используемыми для традиционных углеродистых саж. Эти методы включают, но не ограничиваются только этим перечнем, сушку в печах и вращающихся печах. Однако пересушивание может приводить в некоторой степени к потере способности диспергироваться. В том случае, когда продукты углеродистой сажи, описанные выше, не диспергируются в водном разбавителе так легко, как это требуется, они могут быть диспергированы с использованием известных методов, таких как помол или дробление.

В отличие от общеизвестных сажевых наполнителей, химически модифицированные способные присоединяться продукты углеродистой сажи не являются труднодиспергируемыми в водной среде. Химически модифицированные способные присоединяться продукты углеродистой сажи не требуют ни обязательного применения общеизвестного способа измельчения, ни обязательного применения дисперсантов, необходимых для достижения применимой дисперсии. Предпочтительно, для химически модифицированных способных присоединяться продуктов углеродистой сажи необходимо лишь перемешивание или смешение для облегчения распределения наполнителя в воде.

Получение гранул из способных присоединяться продуктов углеродистой сажи предпочтительно выполняют с использованием общеизвестного влажного способа, способа игольчатого гранулирования. Образующиеся гранулы легко диспергируются в воде при минимальном перемешивании или смешении, уменьшая или устраняя необходимость помола или применения дисперсанта.

Данное изобретение также включает новую гелевую композицию, содержащую гелевый компонент и продукт углеродистой сажи, содержащий по меньшей мере одну органическую группу, органическую группу, включающую а) по меньшей мере одну ароматическую группу, и б) по меньшей мере одну ионную группу, по меньшей мере одну ионизируемую группу или смесь ионной группы и ионизируемой группы, в котором по меньшей мере одна ароматическая группа органической группы непосредственно присоединена в углеродистой саже. Предпочтительно ионную или ионизируемую группу выбирают из группы, включающей: карбоновую кислоту или ее соль; сульфоновую кислоту или ее соль; четвертичную аммониевую соль. Предпочтительно органическую группу выбирают из группы, включающей: сульфенильную группу или ее соль; п-сульфофенил или его соль; карбоксифенил или его соль. Продукты углеродистой сажи, приемлемые для применения в различных воплощениях этой гелевой композиции данного изобретения, могут быть получены способом, описанным выше при описании способного присоединяться углеродистого компонента.

Данное изобретение относится также к новой композиции геля, включающей:

гелевый компонент и продукт углеродистой сажи, содержащий присоединенные по меньшей мере одну органическую группу, органическую группу, включающую а) по меньшей мере одну C₁-C₁₂ алкильную группу и б) по меньшей мере одну ионную группу, по меньшей мере одну ионизируемую группу или смесь ионной группы и ионизируемой группы, в котором по меньшей мере одна алкильная группа органической группы непосредственно присоединена к углеродистой саже. Предпочтительно ионную или ионизируемую группу выбирают из группы, включающей: этансульфоновую кислоту или ее соль. Продукты углеродистой сажи, приемлемые для применения в различных воплощениях этой композиции геля данного изобретения, могут быть получены также способом, описанным выше при описании способного присоединяться углеродистого компонента.

Гелевые композиции данного изобретения могут быть получены любым известным способом получения гелевых композиций. Например, гелевая композиция данного изобретения может быть получена следующим способом, который относится к алкоксидной системе:

- 1) Растворение исходного вещества для получения нужного гелевого компонента (в данном примере алкоксид) в спирте,
- 2) Добавление воды к раствору таким образом, что молярное соотношение алкоксида и воды составляет приблизительно 1,
- 3) Добавление кислоты к полученному раствору таким образом, что молярное соотношение воды и кислоты равно приблизительно 1:0,0007, для получения золя,
- 4) Добавление к золю углеродистого компонента,
- 5) Добавление катализатора (обычно кислоты или основания) для начала желатинирования золя,
- 6) Выдерживание образующегося геля в форме в течение приблизительно 24 часов при температуре 50°C,
- 7) Промывка образованного геля водой для замещения компонента растворителя водой и затем выдерживание геля в воде при повышенной температуре (до 100°C, приблизительно 70°C) в течение периода до 24 часов,
- 8) Промывка выдержанного геля в растворителе для отвода воды и замены воды растворителем,
- 9) Сушка полученного геля для получения композиции геля данного изобретения.

Исходные вещества для получения геля, подходящие для применения в композиции геля данного изобретения, включают, но перечень не ограничивается только этим списком, известные исходные вещества для получения геля оксида металла, такие как:

Оксид металла	Форма (ы) в качестве исходного вещества для получения геля
SiO ₂	Алкоксид, силикат натрия, коллоидный
TiO ₂	Алкоксид, коллоидный
Al ₂ O ₃	Алкоксид, коллоидный, алюминат натрия, соли

Конкретное исходное вещество (предшественник) выбирают, исходя из типа геля, который необходимо получить.

Дополнительные подробности, относящиеся к способу получения композиции геля данного изобретения, и типичные способы приведены ниже в разделе Примеры.

Как указано в предыдущем разделе, композиции гелей данного изобретения могут использоваться в любом применении, известном для гелевых композиций. Для специалиста понятно ясно, применимость конкретной композиции геля данного изобретения для использования в конкретном случае, будет зависеть от характеристик композиции, таких как количество углеродистого материала, введенного в композицию геля, и насыпной вес композиции.

Типичными примерами применения композиций геля данного изобретения, но применение не ограничивается только этим перечнем, являются следующие:

Применение для изоляции

Композиции геля данного изобретения могут преимущественно использоваться для термической, электрической и/или звукоизоляции, как показано ниже.

Термоизоляция

Гелевая композиция данного изобретения может вводиться в качестве разрыхляющего наполнителя в термоизоляцию. Кроме того, композиция геля данного изобретения может соединяться с материалом, выбранным из группы, включающей: силикат кальция, минеральное волокно, порошок оксида металла, пенополимер, стекловолокно и т.п. и в таком сочетании вводиться в термоизоляцию. С другой стороны, гелевая композиция данного изобретения может использоваться под вакуумом в термоизоляции.

Электроизоляция

Гелевая композиция данного изобретения может вводиться в полимерную композицию, предназначенную для применения в качестве электроизоляции.

Звукоизоляция

Гелевая композиция данного изобретения может вводиться в качестве разрыхляющего наполнителя в звукоизоляцию. С другой стороны, гелевая композиция данного изобретения может соединяться с другим материалом, таким как целлюлоза или пенопласт, и в таком сочетании вводиться в качестве наполнителя в звукоизоляцию.

Применение в качестве особых добавок

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в качестве особых добавок, таких как загустители, матирующие добавки (flatters), наполнители или упрочняющие наполнители. Примеры каждого применения включают следующие:

Загустители

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в качестве загустителя в композициях пигментов и красок для печати. Нетоксичные гелевые композиции данного изобретения могут также использоваться в качестве загустителя в пищевых продуктах.

Матирующие добавки

Термин "матирующая добавка" или "матирующий агент" относится к композиции, которая будет матировать или придавать матовость краске, лаку или пленке. Композиция геля данного изобретения может использоваться в качестве матирующей добавки для палитур, лаков для полуглянцевых покрытий, эмалей или виниловых пленок.

Наполнитель

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в качестве наполнителя в цементах, адгезивах и композициях природного или синтетического каучука.

Упрочняющий наполнитель

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в качестве упрочняющего наполнителя в полимерных композициях, таких как расплавленные тормозные лигнины и в композициях природных или синтетических каучуков.

Адсорбент

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в качестве материала для жидкостной, газовой или паровой адсорбции.

Носитель катализатора

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в качестве носителя-хозяина для катализатора порошкообразного металла или оксида металла.

Мембраны

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в качестве материала для селективного выделения жидкостей, газов или паров.

Фильтры

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в качестве фильтрующего материала для микрочастиц.

Детекторы излучения

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться для обнаружения излучения- в детекторе излучения, таком как детектор Черепкова.

Термостойкое покрытие

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в форме тонкой пленки в качестве

термозащитного покрытия.

Диэлектрик с низким значением К

Гелевая композиция данного изобретения может использоваться в диэлектрических материалах, например, в качестве материала с низкой диэлектрической постоянной.

Из приведенного выше описания для специалиста понятно, что гелевые композиции данного изобретения могут использоваться во многих, если не во всех областях применения, где обычно используются гелевые композиции. Будет также реализовано, что приведенный выше перечень не является исчерпывающим описанием, но лишь представляет многие возможные применения гелевых композиций данного изобретения.

Эффективность и преимущества различных аспектов и воплощений данного изобретения будут дополнительно проиллюстрированы приведенными далее примерами, в которых используются следующие методики испытания.

Азотная площадь поверхности (nitrogen surface area N_2SA) углеродистых саж, используемых в примерах, представленная в квадратных метрах на грамм (m^2/g), определяется в соответствии с методикой A S TM B3037 Метод А.

Показатель адсорбции дибутилфталата (DBP) углеродистых саж, используемых в примерах, представленная в миллилитрах на 100 грамм углеродистой сажи (мл/100г), определяется в соответствии с методикой A S TM 2414.

Средний первичный размер частиц углеродистых саж, используемых в примерах, выраженный в нанометрах (нм), определяется в соответствии с методикой, представленной в A S TM 3849.

Фотографии, выполненные на сканирующем электронном микроскопе (SEM), сделаны с использованием Сканирующего Электронного Микроскопа Хитачи S570, производимого и поставляемого фирмой Хитачи Корпорейшн. Каждая из SEM-фотографий выполнена при установленной мощности 20 киловольт с 25000 увеличением.

Водный осадок модифицированной и немодифицированной углеродистых саж определяют в соответствии со следующей методикой. Углеродистую сажу (5г) взбалтывают в воде (45г) в течение 5 минут, полученную дисперсию выливают через сито и промывают до тех пор, пока промывные воды не будут бесцветными. Если не указано другого, то используют сито 325меш. После сушки сита, определяют массу осадка на сите и выражают ее в процентах от массы использованной в опыте углеродистой сажи.

Насыпной вес и показатель истирания гелевых композиций определяют по следующей методике:

Насыпной вес

Гели отливают и формируют в цилиндрические формы. Во всех случаях цилиндрическая форма геля сохраняется во время сушки. Общий объем геля определяют физическим изменением размеров сухого геля. Насыпной вес определяют взвешиванием сухого геля и делением на геометрический объем. В примерах, где брусок подобной геометрической формы не подлежит измерению, или в качестве проверки описанного выше способа используют замещение ртутью. Измерение насыпного веса гелевой композиции при помощи замещения ртутью проводят следующим образом. Чистый пустой стеклянный сосуд заполняют ртутью до определенной высоты и сосуд взвешивают. Затем ртуть удаляют и сосуд очищают. После этого образец сухого геля известного веса помещают в стеклянный сосуд и добавляют в сосуд ртуть, доводя объем до той же конкретной высоты, что и ранее. Определяют вес сосуда, содержащего ртуть и образец. Зная плотность ртути и вес ртути в обоих случаях, находят объем ртути для обоих случаев. Разность между объемом ртути, которая заполняет пустой сосуд, и объемом ртути, который заполняет сосуд, содержащий образец, находят как объем замещения. Так как ртуть не смачивает образец, этот объем равен общему объему образца. После этого делением веса образца на замещенный объем определяют насыпной вес образца.

Истирание

Истирание гелевых композиций определяют следующим образом. Сухим гелем определенного размера (приблизительно диаметром 6мм и высотой 25мм) несколько раз проводят по белому сукну вдоль длины образца (25мм) по длине 2-3 дюйма (5,08-7,59см), используя давление руки. Относительную степень осаждения углерода затем сравнивают с полученной на компьютере калиброванной шкалой интенсивности серого цвета.

Компьютер выдает различные оттенки серого цвета и ранжирует их, присваивая ¹ номера от 0 до 50 в зависимости от степени интенсивности серого цвета. При повышении номера от 0 до 50 увеличивается относительная интенсивность серого цвета. После применения геля к сукну визуальное сравнение осажденного углерода с компьютерной шкалой и соответственно присваивают полученному осадку номер по шкале серого цвета. Меньшие номера соответствуют меньшему истиранию. Величины истирания в сочетании с SEM-фотографиями используют для определения, присоединен ли углеродистый материал к гелевому компоненту.

Приведенные далее примеры иллюстрируют способы модифицирования углеродистых материалов и получения композиций данного изобретения из исходного алкоксида и исходного силикат натрия.

Примеры

В следующих примерах используются три углеродные сажи: СВ-А, СВ-В и СВ-С. Аналитические свойства каждой из углеродистых саж, определенные с помощью описанных выше методик, приведены в таблице 1:

Таблица 1			
Аналитические свойства саж			
Саж	N_2SA (m^2/g)	DBP (мл/100г)	Средний первичный размер частиц (нм)

CB-A	24	132	130
CB-B	230	70	16
CB-C	560	120	16

5

Модифицирование углеродистых материалов

Примеры 1-4 показывают способы модифицирования углеродистых материалов, в частности саж. В этих примерах представлены также методики, использованные для получения модифицированных саж: Модифицированной CB-A, Модифицированной CB-B, Фенольной CB-B и Модифицированной CB-C, используемых в остальных примерах.

10

Пример 1

В данном примере показано получение модифицированного продукта сажи с использованием сажи, обозначенной в Таблице 1 как CB-A.

15

К раствору 10,1г сульфаниловой кислоты и 6,23г концентрированной азотной кислоты в 21г воды добавляют 200г CB-A, раствор 4,87г NaHO₂ в 10г воды и смесь быстро перемешивают. Полученная внутренняя соль 4-сульфобензолдиазоний гидроксид взаимодействует с сажей. Спустя 15 минут дисперсию сушат в печи при температуре 125°C.

Образующийся продукт сажи обозначают как "Модифицированная CB-A", он представляет собой сажу, содержащую присоединенные 4-C₆H₄SO₃⁻ группы.

20

Пример 2

Данный пример иллюстрирует получение продукта модифицированной сажи с использованием сажи, обозначенной в приведенной выше таблице 1 как CB-B.

25

Раствор, полученный из 36,2г сульфаниловой кислоты, 8,76г NaOH и 162г воды охлаждают льдом. Двести граммов NO₂ добавляют при перемешивании, образующуюся суспензию нагревают до 75°C и тут же переносят ее в гранулятор, содержащий 300г CB-B. После гранулирования в течение трех минут дополнительно добавляют 35г воды. После гранулирования в течение нескольких дополнительных минут продукт удаляют из гранулятора и сушат в печи при температуре приблизительно 126°C. Продукт содержит 0,14% остатка на сите 325меш, в то время как необработанная сажа содержит 94% такого остатка.

30

Полученный продукт сажи обозначают как "Модифицированная CB-C" и он представляет собой сажу, содержащую 4-C₆H₄SO₃⁻ группы.

Пример 3

Данный пример иллюстрирует получение продукта - модифицированной сажи, отличного от продукта примера 2, с использованием сажи, обозначенной в представленной выше таблице 1 как CB-B.

35

5-Амино-2-гидроксibenзолсульфокислоту (1,89г) растворяют в 100г теплой воды, добавляют 10г CB-C и смесь охлаждают до комнатной температуры. Добавляют концентрированную HCl (1,18г), затем раствор 0,85г нитрита натрия в воде, в результате образуется соль диазония, которая реагирует с сажей. После перемешивания в течение 15 минут полученную дисперсию сушат в печи при температуре 125°C. Продукт содержит 0,06% остатка на сите 325меш, в то время как необработанная сажа - 94%.

40

Полученный продукт сажи обозначают как "Фенольная CB-B", и он представляет собой сажу, содержащую присоединенные 4,3-C₆H₄(OH)(SO₃⁻) группы.

Пример 4

Данный пример иллюстрирует получение продукта - модифицированной сажи с использованием сажи, обозначенной в представленной выше Таблице 1 как CB-C.

45

Двести грамм CB-C смешивают с 2,8л воды. Сульфаниловую кислоту (42,4г) растворяют в смеси при перемешивании, а затем добавляют холодный раствор 25,5г NO₂ в 100г воды при быстром перемешивании. Образуется внутренняя соль - 4-сульфобензолдиазоний гидроксид, которая реагирует с сажей. Выделяются пузырьки газа. После перемешивания в течение одного часа, непосредственно в смесь вводят 5г NO₂. Дисперсию перемешивают в течение 15 минут, оставляют на ночь и сушат в печи при температуре 130°C.

50

Полученный продукт сажи обозначают как "Модифицированная CB-C", он представляет собой сажу, содержащую присоединенные 4-C₆H₄SO₃⁻ группы.

Как показано в приведенных далее примерах, модифицированные сажи: Модифицированная CB-A, Модифицированная CB-C, Фенольная CB-B и Модифицированная CB-C - присоединяются к гелевому компоненту и используются для получения композиций гелей данного изобретения. Для сравнения были получены также гелевые композиции с использованием немодифицированных саж CB-A, CB-B и CB-C.

55

Примеры с использованием в качестве исходного вещества алкоксида (загрузка - до 50% мас, твердых веществ)

Примеры 5-22 относятся к гелям, полученным с использованием в качестве исходного вещества только алкоксида и алкоксида с углеродистым компонентом в количестве менее или равном 50% мас. (тв. в-во).

60

Пример 5

Концентрированный золь диоксида кремния получают смешением 61мл тетраэтилортосиликата (98% чистоты), 61мл этилового спирта, 4,87мл деионизированной воды и 0,2мл 1М соляной кислоты в круглодонной колбе объемом 500мл при энергичном перемешивании. Колбу помещают в нагревающую оболочку и смесь кипятят с обратным холодильником с помощью конденсатора при 70°C в течение 2 часов. Полученный золь, который содержит 15% мас. SiO₂, охлаждают и хранят при температуре 5°C до применения.

65

Перед желатинированием золь нагревают до комнатной температуры и регулируют концентрацию разбавлением этиловым спиртом таким образом, что образующаяся смесь содержит 11% мас. SiO₂. Желатинирование осуществляют смешением 70% (объемн.) исходного золя с 30% объем, этилового спирта. Желатинирование инициируют добавлением 0,5М NH₄OH при объемном соотношении гидроксида аммония и золя, равном 1:10. После добавления гидроксида аммония смесь перемешивают в течение 2-5 минут и затем заливают в цилиндрические трубки. Желатинирование проводят в течение 7-10 минут. После этого гели запаивают внутри матриц для предотвращения высыхания и выдерживают при температуре 50°C в течение 24 часов. После первоначального выдерживания гели удаляют из матрицы, помещают в запаиваемые трубки, содержащие деионизированную воду и выдерживают дополнительно при температуре 70°C в течение 24 часов. После удаления из печи гели несколько раз промывают деионизированной водой.

Затем гели помещают в запаиваемые трубки, содержащие ацетон, для замены жидкости, находящейся в порах (первоначально - вода), и выдерживают в течение 10 часов при температуре 50°C. В конце 10-часового периода гели промывают ацетоном. Этот процесс повторяют в общей сложности 3 раза. После трех таких интервалов порцию гелей сушат непосредственно из ацетона, сначала при температуре 50°C в течение 12 часов, затем при температуре 140°C в течение дополнительных 12 часов. Полученные гели показывают некоторое сжатие и каждая имеет измеренный насыпной вес 0,5-0,6г/см³.

Оставшиеся гели помещают в запаиваемые трубки, содержащие гептан, и оставляют для замены жидкости, находящейся в порах, на 10 часов при температуре 50°C. В конце 10-часового интервала гели промывают гептаном. Этот процесс повторяют три раза. После трех таких интервалов гели сушат непосредственно из гептана, сначала при 70°C в течение 12 часов, затем при 140°C в течение дополнительных 12 часов. Эти гели сохраняют свои цилиндрические формы с наименьшим сжатием и каждый образец имеет насыпной вес в интервале 0,4-0,44г/см³.

Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблицах 2 и 3, представленных ниже.

Пример 6

Этот пример иллюстрирует получение композиций геля, которые содержат компонент немодифицированной сажи, обозначенной как "СВ-А" и обладающей аналитическими свойствами, которые представлены в Таблице 1.

В этом примере по существу повторяют стадии из Примера 5 с одним исключением. Перед инициированием образования геля конкретное количество СВ-А добавляют к золю, который разбавлен и содержит 70% (объем.) первоначального золя и 30% (объем.) этилового спирта. Количество добавляемой углеродной сажи вычисляют таким образом, что общее содержание твердых веществ остается тем же самым, таким образом фактически количество добавленной сажи замещает эквивалентную массу диоксида кремния. В этом примере необходимое содержание твердых веществ равно 11%, как и в Примере 5. Таким образом, из этих 11% твердых веществ 95% составляет диоксид кремния, а остальные 5% твердых веществ добавляют в виде свободной сажи. Для того, чтобы сохранить содержание твердых веществ на том же уровне, золь разбавляют подходящим количеством этилового спирта из расчета на выверенное содержание диоксида кремния.

После того, как определены относительные пропорции, соответствующее количество сажи добавляют в золь и смесь перемешивают в течение 5-10 минут. СВ-А диспергируют в раствор таким образом, что 5% общего содержания твердых веществ составляет СВ-А, а остальное - диоксид кремния. Желатинирование инициируют как и в предыдущем опыте. Объемное соотношение, используемое для ускорения желатинирования, поддерживают на уровне 1:10 и концентрацию основания сохраняют на уровне 0,5М.

Как и в предыдущем примере, добавляют аммоний, СВ-А диспергируют при энергичном перемешивании в течение 2-5 минут и затем заливают в цилиндрические трубки. Желатинирование проводят в течение 8-12 минут. Затем гели выдерживают в течение 24 часов при температуре 50°C, удаляют из форм и выдерживают в течение дополнительных 24 часов в деионизированной воде при 70°C. Затем заменяют содержащийся в порах растворитель и гели сушат, как указано в Примере 5, из ацетона и гептана.

Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методикой, описанной выше. Результаты приведены в таблицах 2 и 3, представленных ниже.

Примеры 7-11

Повторяют стадии примера 6 за исключением того, что количество СВ-А увеличивают с 10 до 50% от общего содержания твердых веществ, а остальное количество твердых веществ составляет диоксид кремния. Конкретное количество сажи, используемой в каждом примере, приведено в Таблице, ниже, в виде процента от общего количества твердых веществ

Таблица	
Пример	Количество сажи (СВ-А) % от общего содержания твердых веществ
7	10
8	15
9	20
10	30
11	50

Когда количество СВ-А изменяют с 10 до 20%, влажные гели становятся заметно прочнее. Для данного растворителя при повышении содержания СВ-А высушенные гели демонстрируют снижение сжатия и более низкий насыпной вес. Фактором, который не зависит от содержания углеродной сажи, является показатель

5 истирания каждого высушенного геля. В процессе работы с высушенным гелем, который содержит СВ-А, значительное количество остаточной сажи высаживается из материала в перчатку и в окружающую среду. Кроме того, скорость истирания углеродистых выпрессовок для гелей, полученных с СВ-А, была значительной. Показатели истирания и значительные скорости истирания гелей указывают на присутствие сажи, не присоединенной к гелевому компоненту.

Насыпной вес и показатели истирания типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, из каждого примера определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблицах 2 и 3, представленных ниже,

10 Пример 12

Этот пример иллюстрирует получение композиции геля данного изобретения, включающей сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

В данном примере по существу повторяют методику примеров 6-11, за исключением того, что в композиции геля вводят Модифицированную СВ-А Примера 1.

15 Как и в примере 6, Модифицированную СВ-А диспергируют в раствор частично гидролизованного диоксида кремния так, что 5% общего содержания твердых веществ составляет Модифицированная СВ-А, а остальное - диоксид кремния. Получают группу гелей с добавлением гидроксида аммония, выдерживают точно также, как описано выше, раствор замещают ацетоном и гептаном, и гель сушат, как описано в Примерах 7-11.

20 Модифицированная СВ-А диспергируется легче и дисперсия сохраняется дольше с точки зрения осаждения, чем при использовании немодифицированной СВ-А. Во влажном состоянии гели оказываются прочнее, чем гели без сажи, и несколько прочнее, чем гели, содержащие немодифицированную СВ-А. Для данного растворителя, однако, насыпной вес был ниже у материалов, изготовленных с использованием Модифицированной СВ-А. Более важно значительное снижение показателя истирания, которое показывает, что сажа действительно внедрена в структуру геля и присоединена к гелевому компоненту.

25 Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблицах 2 и 3, представленных ниже.

Примеры 13-17

Эти примеры иллюстрируют получение гелевых композиций данного изобретения, которые включают сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

30 По существу повторяют стадии Примера 13, за исключением того, что количество Модифицированной СВ-А повышают с 10 до 50% от общего содержания твердых веществ, а остальное приходится на диоксид кремния. Конкретное количество сажи, используемой в каждом примере, приведено в Таблице, ниже, в виде процента от общего количества твердых веществ:

Пример	Количество Сажи (СВ-А) % от общего содержания твердых веществ
13	10
14	15
15	20
16	30
17	50

40 При сравнении с гелями, полученными с немодифицированной СВ-А, высушенные гели примеров 13-17, содержащие модифицированную СВ-А, для данного растворителя при повышении содержания Модифицированной СВ-А демонстрируют уменьшенное сжатие и более низкий насыпной вес. Кроме того, для данного растворителя и содержания Модифицированной СВ-А влажные гели были физически прочнее, а высушенные гели обладали более низкими насыпными весами по сравнению с гелями, полученными с немодифицированной СВ-А.

45 Другим отличительным признаком всей серии гелей с Модифицированной СВ-А является заметное отличие в характеристиках истирания. В процессе работы с сухими гелями отмечается значительное снижение остаточного углерода, осажденного в перчатке и окружающей среде, по сравнению с композициями геля, полученными с немодифицированной СВ-А. Эти результаты показывают, что Модифицированная СВ-А присоединена к гелевому компоненту.

50 Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, из каждого примера определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в таблицах 2 и 3, представленных ниже.

55 Пример 18

В данном примере по существу повторяют методики примеров 6-12, используя другую сажу, обозначенную как "СВ-В", аналитические свойства которой приведены в Таблице 1.

60 Как и в предыдущих примерах, СВ-С диспергируют в раствор частично гидролизованного диоксида кремния так, что 15% общего содержания твердых веществ составляет СВ-В, а остальное - диоксид кремния. После этого получают ряд гелей - с добавлением аммиака, выдерживанием, заменой растворителя и сушкой, как описано в Примере 5.

Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблицах 2 и 3, представленных ниже.

65 Пример 19

Этот пример иллюстрирует получение гелевой композиции данного изобретения, включающей сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

В данном Примере по существу повторяют методику, используемую в Примере 18, за исключением того, что в композиции геля вводят Модифицированную СВ-В Примера 2.

Как и в предыдущих примерах, Модифицированную СВ-В промывают в соответствии с установленной последовательностью и затем диспергируют в раствор частично гидролизованного диоксида кремния так, что 15% общего содержания твердых веществ составляет Модифицированная СВ-В, а остальное - диоксид кремния. Затем получают ряд гелей, выдерживают так же, как описано выше, растворитель заменяют ацетоном и гептаном и гели сушат, как описано в предыдущих примерах.

Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблицах 2 и 3, представленных ниже.

Пример 20

Данный пример иллюстрирует получение композиции геля данного изобретения, включающей углеродную сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

В данном примере по существу повторяют методику, использованную в Примере 19, за исключением того, что в композиции геля вводят Фенольную СВ-В примера 3.

Как и в предыдущих Примерах, Фенольную СВ-В промывают, затем диспергируют в раствор частично гидролизованного диоксида кремния, так что 15% общего содержания твердых веществ составляет Фенольная СВ-В, а остальное - диоксид кремния. Затем получают ряд гелей - добавлением аммиака, заменой растворителя и сушкой, как описано в предыдущих примерах.

Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблицах 2 и 3, представленных ниже.

Пример 21

В данном примере по существу повторяют методику предыдущих Примеров 5-21, но используя другую углеродную сажу, обозначенную как "СВ-С" и обладающую аналитическими свойствами, представленными в Таблице 1.

Как и в предыдущих примерах, СВ-С диспергируют в раствор частично гидролизованного диоксида кремния так, что 15% общего содержания твердых веществ составляет СВ-С, а остальное - диоксид кремния. Затем получают серию гелей - с добавлением аммиака, заменой растворителя и сушкой, как описано в предыдущих примерах.

Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблицах 2 и 3, представленных ниже.

Пример 22

Данный пример иллюстрирует получение композиции геля данного изобретения, включающей углеродную сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

В данном Примере по существу повторяют методику, использованную в Примере 21 за исключением того, что в композиции геля вводят Модифицированную СВ-С Примера 4.

Как и в предыдущих примерах, Модифицированную СВ-С промывают и диспергируют в раствор частично гидролизованного диоксида кремния таким образом, что 15% общего содержания твердых веществ составляет Модифицированная СВ-С, а остальное - диоксид кремния. Затем получают ряд гелей - с добавлением аммиака, заменой растворителя и сушкой, как описано в предыдущих примерах.

Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблицах 2 и 3, представленных ниже.

Таблица 2

Гели ($\leq 50\%$ углерода) полученные при использовании в качестве исходных веществ алкоксидов и высушенные в ацетоне

При мер	Сажа	Сажа % мас. (от массы твердых веществ)	Растворитель осушения	Насыпной вес ($г/см^3$)	Истирание
5	нет	нет	Ацетон	0,60	-
6	СВ-А	5%	Ацетон	0,55	17,5
7	СВ-А	10%	Ацетон	0,45	23
8	СВ-А	15%	Ацетон	0,48	35
9	СВ-А	20%	Ацетон	0,43	40
10	СВ-А	30%	Ацетон	0,49	35
11	СВ-А	50%	Ацетон	0,51	45
12	Модифицированная	СВ-А 5%	Ацетон	0,45	7,5
13	Модифицированная	СВ-А 10%	Ацетон	0,43	15
14	Модифицированная	СВ-А 15%	Ацетон	0,38	15
15	Модифицированная	СВ-А 20%	Ацетон	0,38	25
16	Модифицированная	СВ-А 30%	Ацетон	0,42	25
17	Модифицированная	СВ-А 50%	Ацетон	0,47	30
18	СВ-В	15%	Ацетон	0,45	25
19	Модифицированная	СВ-В 15%	Ацетон	0,44	15
20	Фенольная СВ-В	15%	Ацетон	0,35	10

21	СВ-С	15%	Ацетон	0,38	35
22	Модифицированная	СВ-С 15%	Ацетон	0,37	15

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Таблица 3							
Гели ($\leq 50\%$ углерода), полученные с использованием в качестве исходного вещества алкоксидов и высушенные в гептане							
Пример	Сажа-% мас. (от массы твердых веществ)	Сажа	Растворитель осушения	Насыпной вес ($г/см^3$)	Истирание	SEM Фиг. #	
5	нет	нет	Гептан	0,40	-	1	
6	СВ-А	5%	Гептан	0,38	15	-	
7	СВ-А	10%	Гептан	0,37	20	-	
8	СВ-А	15%	Гептан	0,31	30'	2	
9	СВ-А	20%	Гептан	0,34	40	-	
10	СВ-А	30%	Гептан	0,36	35	-	
11	СВ-А	50%	Гептан	0,41	45	-	
12	Модифицированная СВ-А	5%	Гептан	0,36	5	-	
13	Модифицированная СВ-А	10%	Гептан	0,34	15	-	
14	Модифицированная СВ-А	15%	Гептан	0,29	10	3	
15	Модифицированная СВ-А	20%	Гептан	0,30	25	-	
16	Модифицированная СВ-А	30%	Гептан	0,31	20	-	
17	модифицированная СВ-А	50%	Гептан	0,33	30	-	
18	СВ-В	15%	Гептан	0,36	25	4	
19	Модифицированная СВ-В	15%	Гептан	0,31	10	5	
20	Фенольная СВ-В	15%	Гептан	0,26	5	6	
21	СВ-С	15%	Гептан	0,31	30	7	
22	Модифицированная СВ-С	15%	Гептан	0,30	10	8	

SEM Фиг. #: = Номер фигуры с SEM-фотографией.

Как показано при помощи SEM-фотографий, в частности на Фигуре 3 композиции геля данного изобретения примера 14, на Фигуре 5 композиции геля данного изобретения примера 19, на Фигуре 6 композиции геля данного изобретения Примера 20 и на Фигуре 8 композиции геля данного изобретения Примера 22, модифицированные сажи присоединяются к силикагелевому компоненту в гелевых композициях данного изобретения. Как показано на Фигурах 3, 5, 6 и 8, минимальные количества или отсутствие присоединенного углеродистого компонента (модифицированной сажи) появляются в качестве различного агрегата на SEM-фотографиях поверхности разлома этих гелевых композиций. Эти результаты показывают, что модифицированная сажа присоединена к силикагелевому компоненту в нескольких местах и что химическая связь диоксида кремния с сажой является более прочной, чем связи диоксида кремния с диоксидом кремния в общеизвестных композициях гелей, которые не включают углеродистый компонент, присоединенный к гелевому компоненту.

И наоборот, как показано на Фигурах 2, 4 и 7, SEM-фотографии поверхностей разлома композиций геля, которые включают углеродистый компонент, не присоединенный к гелевому компоненту, показывают различные агрегаты сажи. В этих композициях геля сажа не присоединена к силикагелевому компоненту.

Примеры с использованием в качестве исходного вещества для получения геля силиката натрия (загрузка до 50% мас. твердых веществ).

Примеры 23-28 относятся к гелям, полученным из исходного вещества - силиката натрия и менее чем или равного 50% мас. (твердых веществ) углеродистого компонента.

Пример 23

Исходный раствор диоксида кремния получают смешением коммерчески доступного силиката натрия (молярное соотношение SiO_2/Na_2O равно 3,22:1) с деионизированной водой в объемном соотношении воды к силикату натрия 1,33:1. Температуру смеси поддерживают на уровне $15^\circ C$ при энергичном перемешивании в химическом стакане с рубашкой. Отдельно приготавливают раствор 2M H_2SO_4 разбавлением концентрированной серной кислоты (96%) водой. Затем аликвоту 104мл исходного раствора силиката натрия медленно добавляют к 50мл 2M кислоты при перемешивании. Скорость добавления силиката сохраняют постоянной при 1мл/минуту и температуру кислотного раствора в химическом стакане с рубашкой поддерживают на уровне $15^\circ C$. Образующийся золь диоксида кремния содержит приблизительно 10% мае. диоксида кремния в солевом растворе.

Желатинирование выполняют регулируемым добавлением 1M NaOH до тех пор, пока pH золя не достигнет 5. В этой точке золь энергично перемешивают в течение 5 минут, и трубки запаивают для предотвращения высыхания. Гели выдерживают в течение 1-2 часов при температуре $50^\circ C$ в формах, после чего помещают в запаенные трубки, содержащие деионизированную воду, и хранят при комнатной температуре. Свежую воду добавляют каждые три часа в общей сложности в течение 12 часов, в процессе чего определяют (погружением натриевого электрода), что соль - сульфат натрия полностью удалена из геля.

Затем гели выдерживают при температуре $70^\circ C$ в деионизированной воде в течение до 24 часов. После удаления из печи гели несколько раз промывают деионизированной водой, помещают в запаенные трубки с ацетоном и оставляют для замены жидкости в порах на 10 часов при температуре $50^\circ C$. В конце 10-часового

периода гели промывают ацетоном и хранят в свежеприготовленном ацетоне при температуре 50°C. Эту процедуру повторяют три раза.

После трех таких интервалов гели сушат непосредственно из гептана, сначала при температуре 70°C в течение 12 часов, затем при температуре 140°C в течение дополнительных 12 часов. Образующиеся высушенные гели сохраняют свою цилиндрическую форму и демонстрируют минимальное сжатие.

Насыпной вес и истирание типичных образцов гелей, высушенных в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 4, представленной ниже.

Пример 24

Данный пример иллюстрирует получение композиций геля, которые содержат компонент немодифицированной углеродной сажи, обозначенный как "СВ-А" и обладающий аналитическими свойствами, которые представлены в таблице 1.

По существу повторяют стадии Примера 23 с некоторыми технологическими изменениями. Перед иницированием желатинирования к золю добавляют конкретное количество конкретной сажи, СВ-А (как в Примерах 6-11). Количество добавленной углеродной сажи рассчитывают таким образом, что общее содержание твердых веществ остается тем же самым, так что фактически количество добавляемой сажи заменяет эквивалентную массу диоксида кремния. В этом примере необходимое содержание твердых веществ равно 10%. Таким образом, из 10% твердых веществ 90% составляет диоксид кремния, а остальные 10% твердых веществ добавляют в виде свободной сажи (СВ-А). Для того, чтобы сохранить содержание твердых веществ на том же уровне, золь разбавляют подходящим количеством деионизированной воды из расчета на определенное содержание диоксида кремния.

После определения относительных соотношений, соответствующее количество сажи добавляют в золь и перемешивают в течение 5-10 минут. В этом примере СВ-А диспергируют в раствор, содержащий силикат натрия с серной кислотой так, что 10% общего содержания твердых веществ составляет СВ-А, а остальное - диоксид кремния. Желатинирование иницируют, как и в Примере 23, повышением pH до 5 при помощи 1M NaOH.

После желатинирования материалы выдерживают при температуре 50°C в течение 1-2 часов, как и в Примере 23, затем удаляют из форм, промывают для удаления соли в течение 12 часов при комнатной температуре. Затем в загруженных гелях заменяют растворитель и гели сушат, как описано в Примере 23, из гептана.

Насыпной вес и истирание типичного образца геля, высушенного в ацетоне и гептане, определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 4, представленной ниже.

Пример 25

Данный пример иллюстрирует получение композиции геля данного изобретения, включающей сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

В данном Примере по существу повторяют методики Примера 24 за исключением того, что в гелевую композицию вводят Модифицированную СВ-А Примера 1.

Модифицированную СВ-А диспергируют в химическом стакане в ацетоне, фильтруют под вакуумом и затем несколько раз промывают деионизированной водой до тех пор, пока pH промывной воды не будет близкой к нейтральной. После этого Модифицированную СВ-А сушат при температуре 140°C в течение 12 часов.

Как и в Примере 24, Модифицированную СВ-А диспергируют в раствор, содержащий силикат натрия в сочетании с серной кислотой таким образом, что 10% общего содержания твердых веществ составляет Модифицированная СВ-А, а остальное - диоксид кремния. В отличие от немодифицированной СВ-А добавление. Модифицированной СВ-А ограничивают вследствие стабильности поверхностных групп. Только при величинах pH, больших 3, Модифицированную СВ-А можно вводить в золь так, что поверхностная модификация может быть предотвращена. Поэтому pH осторожно доводят до 3 контролируемым добавлением 1M NaOH, и подходящее количество Модифицированной СВ-А диспергируют в золь. Желатинирование выполняют, как и раньше, контролируемым добавлением 1M NaOH до тех пор, пока pH золя не достигнет 5.

После желатинирования материалы выдерживают при температуре 50°C в течение 1-2 часов, как и ранее, удаляют из форм, затем промывают от соли в течение 12 часов при комнатной температуре. Гелевые композиции затем выдерживают до 24 часов при температуре 70°C в деионизированной воде. Затем в порции гелей заменяют растворитель и сушат их из гептана, как описано в предыдущих Примерах.

Насыпной вес и истирание типичного образца композиций геля определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 4, представленной ниже.

Пример 26

В данном примере повторяют методику Примера 24, но используют другую сажу, обозначенную в описании как "СВ-В" и обладающую аналитическими свойствами, которые приведены в Таблице 1.

Перед иницированием желатинирования к золю добавляют определенное количество СВ-В (как и выше). Добавляемое количество СВ-В вычисляют таким образом, что общее содержание твердых веществ остается таким же, так что дополнительное количество СВ-С замещает эквивалентную массу диоксида кремния. В данном примере необходимое содержание твердых веществ составляет 10%, как и в Примере 23. Следовательно из 10% твердых веществ 90% составляет диоксид кремния и остальные 10% твердых веществ добавляют в виде свободной СВ-В. Для того, чтобы сохранить содержание твердых веществ на том же уровне, золь разбавляют соответствующим количеством деионизированной воды из расчета на установленное содержание диоксида кремния.

После определения соотношений соответствующее количество сажи добавляют в золь при перемешивании в течение 5-10 минут. В данном примере СВ-В диспергируют в раствор, содержащий силикат натрия, соединенный с серной кислотой, так что 10% общего содержания твердых веществ составляет СВ-В, а остальное - диоксид кремния. Желатинирование инициируют, как и в предыдущих примерах, повышением pH до 5 с помощью 1M NaOH.

После желатинирования материалы выдерживают при температуре 50°C в течение 1-2 часов как и ранее, удаляют из форм и затем промывают от соли в течение 12 часов при комнатной температуре. Гелевые композиции выдерживают до 24 часов при температуре 70°C в деионизированной воде. Часть гелевых композиций затем замещают растворителем и гель сушат из гептана, как описано в предыдущих примерах.

Насыпной вес и истирание типичного образца гелевых композиций определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 4, представленной ниже. Пример 27

Данный пример иллюстрирует получение гелевых композиций данного изобретения, включающих сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

В данном Примере по существу повторяют методику, используемую в Примере 26, за исключением того, что в гелевой композиции вводят Модифицированную СВ-В Примера 2.

Модифицированную СВ-В диспергируют в химическом стакане в ацетоне, фильтруют под вакуумом и несколько раз промывают деионизированной водой до тех пор, пока pH промывной воды не будет близкой к нейтральной. Модифицированную СВ-В затем сушат при 140°C в течение 12 часов.

Как и в Примере 24, Модифицированную СВ-В диспергируют в раствор, содержащий силикат натрия, соединенный с серной кислотой так, что 10% общего содержания твердых веществ составляет модифицированная СВ-В, а остальное - диоксид кремния. В отличие от немодифицированной СВ-В добавление Модифицированной СВ-В ограничено, ввиду стабильности поверхностных групп. Только при pH большей 3 Модифицированную СВ-В можно вводить в золь таким образом, что поверхностная модификация может быть предотвращена. Поэтому pH осторожно доводят до 3 при помощи контролируемого добавления 1M NaOH и подходящее количество модифицированной СВ-В диспергируют в золь. Желатинирование выполняют как и выше контролируемым добавлением 1M NaOH до тех пор, пока pH золя не достигнет 5.

После желатинирования материалы выдерживают при температуре 50°C в течение 1-2 часов, как и ранее, удаляют из форм и затем промывают от соли в течение 12 часов при комнатной температуре. Гелевые композиции затем выдерживают в течение 24 часов при температуре 70°C в деионизированной воде. Затем в гелях замещают растворитель и гели сушат из гептана, как описано в предыдущих примерах.

Насыпной вес и истирание типичного образца композиций геля определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 4, представленной ниже.

Пример 28

Данный пример иллюстрирует получение гелевой композиции данного изобретения, включающей сажу, присоединенную к гелево-му компоненту.

В данном примере по существу повторяют методику, используемую в Примере 26 за исключением того, что в гелевой композиции вводят Фенольную СВ-В Примера 3.

Фенольную СВ-В диспергируют в химическом стакане в ацетоне, фильтруют под вакуумом и несколько раз промывают деионизированной водой до тех пор, пока pH промывной воды не будет близкой к нейтральной. Фенольную СВ-В затем сушат при температуре 140°C в течение 12 часов.

Как и в Примере 24, Фенольную СВ-В диспергируют в раствор, содержащий силикат натрия в сочетании с серной кислотой так, что 10% общего содержания твердых веществ составляет Фенольная СВ-В, а остальное - диоксид кремния. В отличие от немодифицированной СВ-В добавление Фенольной СВ-В ограничено, ввиду стабильности поверхностных групп. Только при величинах pH больше 3 Фенольную СВ-В можно вводить в золь таким образом, что поверхностная модификация может быть предотвращена. Поэтому контролируемым добавлением 1M NaOH pH осторожно доводят до 3 и подходящее количество Фенольной СВ-В диспергируют в золь. Желатинирование выполняют как и выше контролируемым добавлением 1M NaOH до тех пор, пока pH золя не достигнет 5.

После желатинирования материалы выдерживают при температуре 50°C в течение 1-2 часов, как и ранее, удаляют из форм, затем промывают от соли в течение 12 часов при комнатной температуре. Композиции геля затем выдерживают в течение до 24 часов при температуре 70°C в деионизированной воде. В гелях замещают растворитель и гели сушат из гептана, как описано в предыдущих Примерах.

Насыпной вес и истирание типичного образца гелевой композиции определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 4, представленной ниже.

Гели, полученные из исходного силиката натрия ($\leq 50\%$ углерода)					
Пример	Сажа	Сажа % мае. (от массы твердых веществ)	Растворитель осушения	Насыпной вес (г/см ³)	Истирание
23	нет	нет	Гептан	0,20	-
24	СВ-А	10%	Гептан	0,22	25
25	Модифицированная СВ-А	10%	Гептан	0,21	15
26	СВ-В	10%	Гептан	0,19	16
27	Модифицированная СВ-С	10%	Гептан	0,19	7
28	Фенольная СВ-В	10%	Гептан	0,21	2,5

Примеры с использованием в качестве исходного вещества алкоксида (загрузка твердых веществ более 50%)

Примеры 29-34 относятся к гелям, полученным из исходного алкоксида и содержание углеродистого компонента составляет более 50% мае. (твердых веществ).

Пример 29

Повторяют стадии примера 11, за исключением того, что количество СВ-А увеличивают до 60% от общего содержания твердых веществ, и стадии выдерживания и сушки заменяют. Как и ранее, добавляют подходящее количество СВ-А и золь разбавляют этиловым спиртом для сохранения на постоянном уровне общего содержания твердых веществ. Желатинирование иницируют таким же образом, как и в предыдущих примерах 5-22. Гели затем выдерживают в течение 24 часов при температуре 50°C в запаянных цилиндрических формах. Вместо промывки водой и выдерживания при температуре 70°C эти гели затем сушат непосредственно из маточного раствора, сначала при температуре 50°C в течение 10 часов, затем при температуре 140°C в течение 10 часов.-

Образующиеся продукты представляют собой несвязанные массы, в большом количестве содержащие тонкоизмельченные частицы. Насыпной вес типичного образца полученного продукта определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результат представлен в Таблице 5, приведенной ниже.

Пример 30

Данный пример иллюстрирует получение гелевой композиции данного изобретения, включающей сажу, присоединенную к гелево-му компоненту.

В данном примере повторяют методики, используемые в Примере 29 за исключением того, что в гелевые композиции вводят Модифицированную СВ-А Примера 1.

Как и в предыдущих примерах, Модифицированную СВ-А промывают и затем диспергируют в раствор частично гидролизованного диоксида кремния так, что 60% общего содержания твердых веществ составляет Модифицированная СВ-А, а остальное - диоксид кремния. Как и ранее, золь разбавляют этиловым спиртом для сохранения общего содержания твердых веществ на постоянном уровне, и желати-нирование иницируют аналогичным образом. Гели сушат непосредственно из маточного раствора, как и в Примере 29, выдерживанием в течение 24 часов при температуре 50°C в запаянных цилиндрических формах, затем при температуре 140°C в течение 10 часов.

Полученные продукты представляют собой твердые гранулы однородного качества, которые являются физически прочными. Продукт содержит незначительные количества тонкоизмельченных частиц сажи и изделия из геля являются очень прочными и связанными по сравнению с изделием из геля, полученного с немодифицированным углеродистым материалом в Примере 29.

Насыпной вес типичного образца полученного продукта определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 5, представленной ниже.

Пример 31

Данный пример иллюстрирует получение гелевой композиции данного изобретения, включающей сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

Повторяют стадии Примера 30 за исключением того, что количество Модифицированной СВ-А повышают до 70% от общего содержания твердых веществ, причем остальное приходится на диоксид кремния. Как и ранее, золь разбавляют этиловым спиртом для сохранения постоянного уровня содержания твердых веществ/ и желати-рование иницируют аналогичным образом. Затем гели выдерживают в течение 24 часов при температуре 50°C в запаянных цилиндрических формах, а после этого сушат из маточного раствора сначала при температуре 50°C в течение 10 часов, затем при температуре 140°C в течение 10 часов.

Образующиеся гранулы являются твердыми и с ними легко можно работать без разрушения или выделения тонкоизмельченных частиц. Насыпной вес типичного образца полученного продукта определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 5, представленной ниже.

Пример 32

В данном примере методики, использованные в примере 29 по существу повторяют, но, используя другую сажу, обозначенную как "СВ-С", аналитические свойства которой приведены в Таблице 1.

СВ-С диспергируют в раствор частично гидролизованного диоксида кремния так, что 80% общего содержания твердых веществ составляет СВ-С, а остальное - диоксид кремния. Как и ранее, золь разбавляют этиловым спиртом для сохранения постоянного уровня общего содержания твердых веществ, и желатинирование иницируют аналогичным образом. Затем гели выдерживают в течение 24 часов при температуре 50°C в запаянных цилиндрических формах, а после этого сушат непосредственно из маточного раствора, сначала при температуре 50°C в течение 10 часов, затем при температуре 140°C в течение 10 часов.

Образующийся продукт аналогичен продукту примера 29, то есть представляет собой слабый, разбитый гель, который включает большое количество тонкоизмельченных частиц углерода. Структура не является связанной и отсутствие структурной целостности видно в образцах композиций геля данного изобретения.

Насыпной вес типичного образца полученного продукта определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 5, представленной ниже.

Пример 33

Данный пример иллюстрирует получение гелевой композиции данного изобретения, включающей сажу, присоединенную к гелево-му компоненту.

В данном примере по существу повторяют методики, использованные в примере 29, за исключением того,

что в композиции геля вводят Модифицированную СВ-С Примера 4.

Как и в предыдущих примерах, модифицированную СВ-С диспергируют в раствор частично гидролизованного диоксида кремния так, что 80% общего содержания твердых веществ составляет модифицированная СВ-С, а остальное - диоксид кремния. Как и ранее, золь разбавляют этиловым спиртом для сохранения постоянного уровня общего содержания твердых веществ, и желатинирование инициируют аналогичным образом. Затем гели выдерживают в течение 24 часов при температуре 50°C в запаянных цилиндрических формах, а после этого сушат непосредственно из маточного раствора, сначала при температуре 50°C в течение 10 часов, затем при температуре 140°C в течение 10 часов.

Полученные изделия представляют собой гранулы, по внешнему виду и структурной целостности аналогичные продуктам, полученным в Примерах 30 и 31. Они содержат лишь минимальное количество тонкоизмельченного углерода и гель является очень связанным.

Насыпной вес типичного образца полученного продукта определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результаты приведены в Таблице 5, представленной ниже.

Пример 34

Данный пример иллюстрирует получение гелевой композиции данного изобретения, включающей сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

В данном примере повторяют стадии Примера 33 за исключением того, количество Модифицированной СВ-С, которое используют в композиции геля, увеличивают до 85% от общего содержания твердых веществ. Как и в предыдущих примерах добавляют соответствующее количество Модифицированной СВ-С. Как и ранее, золь разбавляют этиловым спиртом для сохранения постоянного уровня общего содержания твердых веществ, и желатинирование инициируют аналогичным образом. Затем гели выдерживают в течение 24 часов при температуре 50°C в запаянных цилиндрических формах, а после этого сушат непосредственно из маточного раствора, сначала при температуре 50°C в течение 10 часов, затем при температуре 140°C в течение 10 часов.

Полученные гранулы удобны в обращении без разрушения и выделения тонкоизмельченных частиц. Насыпной вес типичного образца полученного продукта определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результат приведен в Таблице 5, представленной ниже.

Пример 35

Данный пример иллюстрирует получение гелевой композиции данного изобретения, включающей сажу, присоединенную к гелевому компоненту.

В данном примере повторяют стадии Примера 33 за исключением того, количество Модифицированной СВ-С, которое используют в композиции геля, увеличивают до 90% от общего содержания твердых веществ. Как и в предыдущих примерах, добавляют соответствующее количество Модифицированной СВ-С и золь разбавляют этиловым спиртом для сохранения постоянного уровня общего содержания твердых веществ и желатинирование инициируют аналогичным образом. Затем гели выдерживают в течение 24 часов при температуре 50°C в запаянных цилиндрических формах, а после этого сушат непосредственно из маточного раствора, сначала при температуре 50°C в течение 10 часов, затем при температуре 140°C в течение 10 часов.

Полученные гранулы удобны в обращении без разрушения и выделения тонкоизмельченных частиц. Насыпной вес типичного образца полученного продукта определяют в соответствии с методиками, описанными выше. Результат приведен в Таблице 5, представленной ниже.

Гели, полученные с использованием в качестве исходного вещества алкоксида (>50% углерода)					
При мер	Сажа	Количество	Растворитель осушения	Насыпной вес (г/см ³)	Форма
29	СВ -А	60%	Маточный р-р	0,53	Т.п.
30	Модифицированная СВ-А	60%	Маточный р-р	0,54	Гранулы
31	Модифицированная СВ-А	70%	Маточный р-р	0,61	Гранулы
32	СВ-С	80%	Маточный р-р	0,66	Т.п.
33	Модифицированная СВ-С	80%	Маточный р-р	0,65	Гранулы
34	Модифицированная СВ-С	85%	Маточный р-р	0,66	Гранулы
35	Модифицированная СВ-С	90%	Маточный р-р	0,63	Гранулы

Результаты примеров 29-35 показывают, что гелевые композиции данного изобретения, Примеров 30, 31 и 33-35, полученные с углеродистым компонентом, присоединенным к гелевому компоненту представляют собой связанные твердые вещества. Напротив, гелевые композиции, полученные с углеродистым компонентом, который не присоединенный к гелевому компоненту, Примеры 29 и 32, разрушаются.

Эти результаты должны показать специалисту, что композиции геля данного изобретения, примеры 30, 31 и 33-35, являются выгодными для применения в качестве адсорбентов по сравнению с композициями геля примеров 29 и 32, которые разрушаются.

Краткое описание результатов

В целом, SEM-фотографии и характеристики истирания, полученные из представленных выше примеров, показывают, что в гелевых композициях данного изобретения углеродистый компонент {Модифицированная СВ-А, Модифицированная СВ-В, Фенольная СВ-В и Модифицированная СВ-С) присоединяется к гелевому компоненту.

В частности, гелевые композиции данного изобретения, полученные в Примерах 12-17, 19-20, 22, 25 и 27-28

и содержащие углеродистый компонент, присоединенный к гелевому компоненту, имеют более низкий показатель истирания, чем сравнительные композиции геля, полученные в Примерах 6-11, 18, 21, 24 и 26, в которых углеродистый компонент не присоединен к гелевому компоненту. Хотя данные не представлены выше, аналогичные результаты следует ожидать для гелевых композиций данного изобретения, полученных в примерах 30-31 и 33-35, содержащих углеродистый компонент, присоединенных к гелевому компоненту, по сравнению с композициями геля, полученными в примерах 29 и 32, в которых углеродистый компонент не присоединен к гелевому компоненту.

Аналогично, ВЕМ-фотографии, в частности на Фигуре 3 -гелевые композиции данного изобретения Примера 14, на Фигуре 5 - гелевые композиции данного изобретения примера 19, на Фигуре 6 - композиции геля данного изобретения Примера 20 и на Фигуре 8 - гелевые композиции данного изобретения примера 22, показывают, что модифицированные сажи присоединены к силикагелевому компоненту в гелевых композициях данного изобретения. Как видно из Фигур 3, 5, 6 и 8, минимальные количества или отсутствие присоединенного углеродистого компонента (модифицированной сажи) появляется в виде отчетливого агрегата на фотографиях поверхности разлома этих гелевых композиций. Эти результаты показывают, что модифицированная сажа присоединена к силикагелевому компоненту в нескольких местах и что связь диоксида кремния с сажей прочнее, чем связи диоксида кремния с диоксидом кремния в общеизвестных гелевых композициях, которые не включают углеродистого компонента, присоединенного к гелевому компоненту.

И наоборот, как показано на Фигурах 2, 4 и 7, на фотографии поверхности разлома гелевых композиций данного изобретения, которые включают углеродистый компонент, не присоединенных к гелевому компоненту, отчетливо видны агрегаты сажи. В этих композициях геля сажа не присоединена к силикагелевому компоненту.

Следует четко представлять, что формы данного изобретения, которые описаны, являются только иллюстративными примерами и не ограничивают область данного изобретения.

Формула винаходу

1. Гелевая композиция, содержащая гель оксида металла и углеродистый компонент, выбираемый из группы, включающей углеродистую сажу, углеродное волокно, активированный уголь, графит и их смеси, где углеродистый компонент имеет присоединенную, по меньшей мере, одну органическую группу, содержащую (а) по меньшей мере, одну ароматическую группу или, по меньшей мере, одну C_1 - C_{12} алкильную группу, и b) по меньшей мере, одну ионную группу, по меньшей мере, одну ионизирующуюся группу или смесь ионной группы и ионизирующей группы, где, по меньшей мере, одна ароматическая группа или алкильная группа органической группы непосредственно присоединена к углеродистому компоненту.

2. Гелевая композиция по п. 1, в которой органическая группа включает сульфофенильную группу или ее соль, карбоксифенильную группу или ее соль или их смеси.

3. Гелевая композиция по п. 2, в которой органическая группа включает п-сульфофенильную группу или ее соль.

4. Гелевая композиция по любому из пп. 1-3, в которой ионная или ионизирующаяся группа включает карбоновую кислоту или ее соль, сульфоновую кислоту или ее соль и четвертичную аммониевую соль или их смеси.

5. Гелевая композиция по любому из пп. 1-4, в которой ионная или ионизирующаяся группа включает этансульфоновую кислоту или ее соль.

6. Гелевая композиция по любому из пп. 1-5, в которой гель оксида металла включает двуокись кремния, окись титана, окись алюминия или их смеси.

7. Гелевая композиция по п.6, в которой гель оксида металла представляет собой двуокись кремния.

8. Гелевая композиция по любому из пп. 1-7, в которой углеродистым компонентом является углеродистая сажа.

9. Гелевая композиция по любому из пп. 1-8, в которой углеродистый компонент составляет 1-50 мас. % из расчета на композицию.

10. Гелевая композиция по п.9, в которой углеродистый компонент составляет 10-20 мас. % из расчета на композицию.

11. Гелевая композиция по любому из п.1-8, в которой углеродистый компонент составляет 50-99 мас. % из расчета на композицию.

12. Гелевая композиция по п.11, в которой углеродистый компонент составляет 75-85 мас. % из расчета на композицию.

13. Термоизоляция, содержащая гелевую композицию по любому из пп.1-12.

U A 6 1 0 4 9 C 2

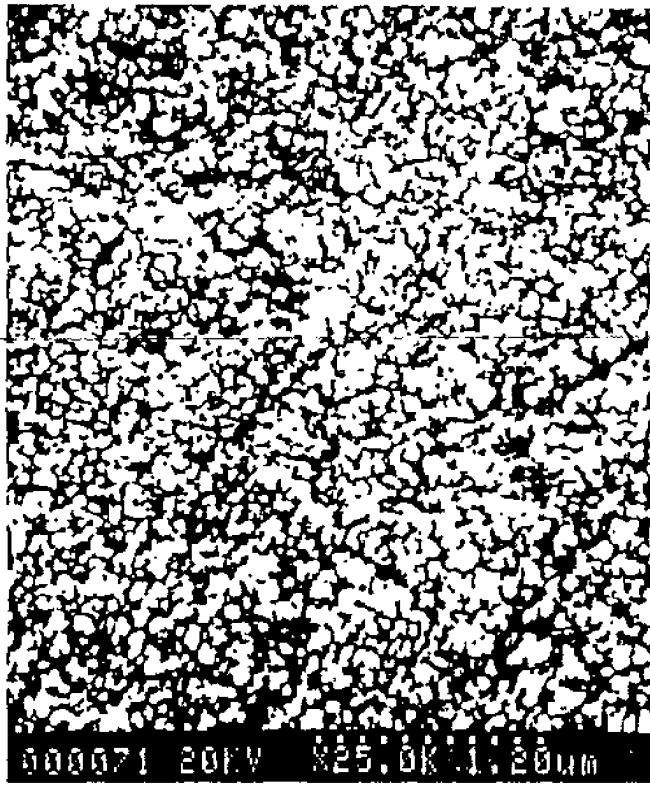


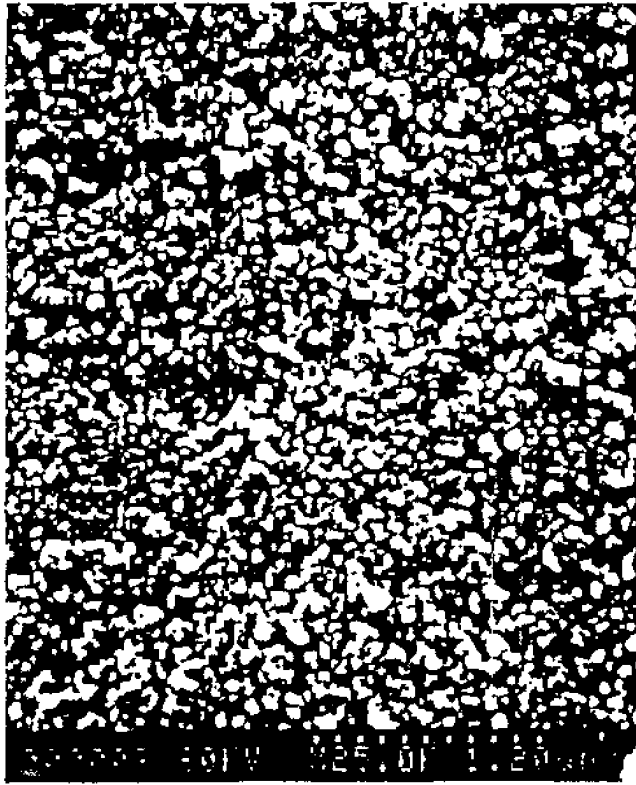
Fig. 1



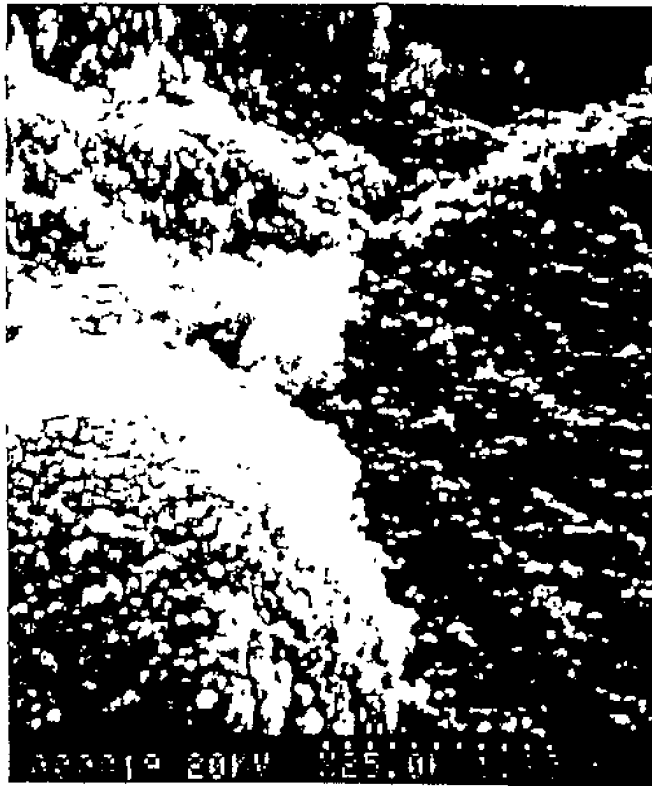
Fig. 2

U A 6 1 0 4 9 C 2

U A 6 1 0 4 9 C 2



Фур. 3



Фур. 4

U A 6 1 0 4 9 C 2

U A 6 1 0 4 9 C 2



Фур. 5

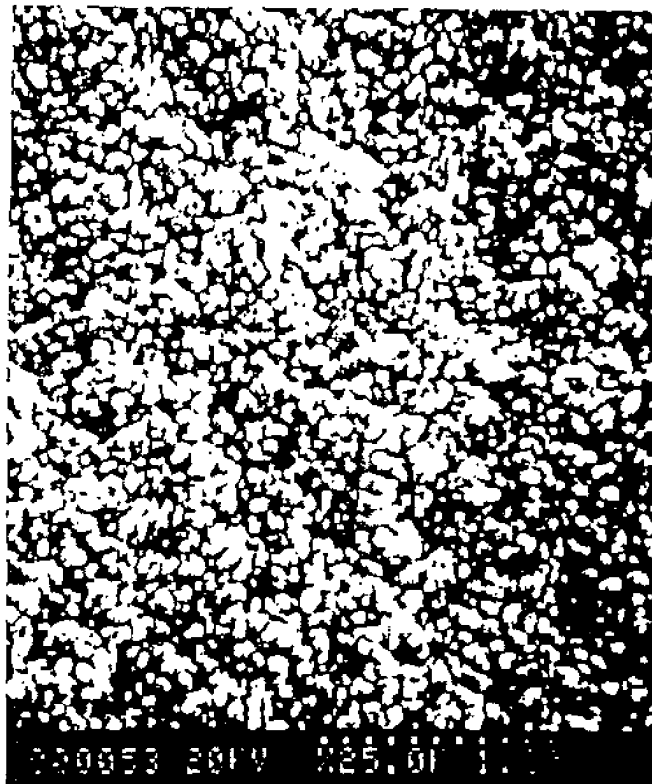


Фур. 6

U A 6 1 0 4 9 C 2



Фиг. 7



Фиг. 8

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2003, N 11, 15.11.2003. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.