

遮光剂掺杂 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 气凝胶/莫来石纤维毡 复合材料的高温隔热性能研究

朱召贤¹, 王飞², 姚鸿俊¹, 董金鑫¹, 龙东辉¹

(1. 华东理工大学 化学工程联合国家重点实验室, 上海 200237; 2. 中国空间技术研究所, 北京 100074)

摘要: 分别以 TiCl_4 和 $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 作为钛源和锆源, 经过溶胶-凝胶和超临界 CO_2 干燥过程, 将遮光剂粒子 TiO_2 和 ZrO_2 掺入到 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 气凝胶, 并进一步以莫来石纤维毡为增强相制备出具有一定力学性能的耐高温气凝胶复合材料, 分别探究了两种遮光剂粒子对复合材料的微观结构、力学性能和热导率的影响。结果显示: 遮光剂粒子的引入可以有效阻止气凝胶在高温下的塌陷和团聚, 保持气凝胶高孔隙率的特性; 复合材料呈现典型的气凝胶填充纤维结构, 并且具有轻质($0.21\sim 0.24\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)和高强度(弯曲强度为 $0.98\sim 1.26\text{ MPa}$)的优异性能, 拓展了材料的实用性; 在 1050°C 的高温下, 由于 TiO_2 和 ZrO_2 粒子对红外电磁波具有吸收和散射作用, 可以将复合材料的热导率由 $0.098\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 分别降低至 $0.085\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 和 $0.076\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, 从而有效提高材料的高温隔热性能。

关键词: $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 气凝胶; 红外遮光剂; 热导率; 高温隔热性能

中图分类号: TB35 文献标识码: A

High-temperature Insulation Property of Opacifier-doped $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ Aerogel/Mullite Fiber Composites

ZHU Zhao-Xian¹, WANG Fei², YAO Hong-Jun¹, DONG Jin-Xin¹, LONG Dong-Hui¹

(1. State Key Laboratory of Chemical Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China;
2. China Academy of Space Technology, Beijing 100074, China)

Abstract: Infrared opacifier-doped $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ aerogel/mullite fiber composites were successfully prepared through a mixed Sol-Gel and supercritical drying process by using TiCl_4 and $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ as the source of TiO_2 and ZrO_2 , respectively. Effects of two kinds of infrared opacifier on microstructure, mechanical property and thermal conductivity of composites were studied. The results show that introduction of infrared opacifier effectively prevent the aerogels from collapse and agglomeration when exposed to high temperature, leading to high-level retention of porosity. The aerogel/mullite fiber composites demonstrate a typical structure of aerogel filled fibrous fiber with marvelous properties—low density ($0.21\sim 0.24\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) and high bending strength performance ($0.98\sim 1.26\text{ MPa}$), which expands brilliant potential in many areas of application. When exposed to high temperature of 1050°C , the thermal conductivity of TiO_2 and ZrO_2 doped composites can be significantly reduced from $0.098\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ to $0.085\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ and $0.076\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, respectively, which could be attributed to outstanding scattering and absorbing ability of the infrared opacifiers to the infrared electromagnetic wave. All results indicate that the addition of infrared opacifiers is a promising approach to enhance high-temperature properties of aerogel materials.

Key words: $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ aerogels; infrared opacifier; thermal conductivity; high temperature insulation properties

收稿日期: 2017-11-27; 收到修改稿日期: 2018-02-07

作者简介: 朱召贤(1991-), 男, 博士研究生. E-mail: zxzhu1991@163.com

通讯作者: 龙东辉, 教授. E-mail: longdh@ecust.edu.cn

气凝胶是一种由纳米粒子交联而成的具有三维空间网络结构的多孔绝热材料,具有高比表面积($400\sim 1500\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$)、高孔隙率($80\%\sim 99.8\%$)、低密度($<100\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$)以及超低热导率($0.02\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)等优良性能^[1-4]。目前研究最为广泛的 SiO_2 气凝胶耐高温性能有限,而相比于纯硅气凝胶,硅铝气凝胶具有更高的耐温等级,并且其具有纳米网络的孔隙结构和超低密度,在常温常压状态下可以有效抑制热量的传递,因此在隔热领域有着广泛应用;但是随着温度的升高,红外辐射传热加剧,硅铝气凝胶对红外线辐射的透过性较强,因此在高温条件下气凝胶材料的隔热性能欠佳^[5-9]。

为了提高气凝胶材料的高温绝热性能,国内外进行了大量研究,目前广泛利用红外遮光剂对红外辐射的吸收和散射作用来提高材料对高温辐射的阻隔效果^[10]。Zeng 等^[11]在常温下将炭黑加入到硅铝气凝胶中,可以降低约 1/3 的红外辐射能量,但是由于炭黑在 300°C 以上会发生氧化,因此气凝胶的使用温度必须低于 300°C ;邓忠生等^[12]采用超声分散法将金红石型钛白粉加入硅溶胶体系,测得在温度为 831 K 时,导热系数仅为 $0.035\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$,但是掺杂后气凝胶的表面出现了裂纹,力学性能劣化,从而限制了材料的使用;Lu 等^[13]直接将 SiC 纳米粒子加入硅气凝胶中,虽然确保了材料在高温下的可使用性,但是对气凝胶的高温辐射导热系数影响不大;Kwon 等^[14]以粉末 TiO_2 为遮光剂,加入硅溶胶体系中,可以显著降低高温下材料的导热系数,但遮光剂的分散性有待提高。如何在保证气凝胶复合材料结构均一和力学性能优异的前提下,进一步提高其高温抗辐射性能具有十分重要的意义^[15-18]。

本工作分别以易溶解于乙醇的 TiCl_4 和 $\text{ZrOCl}_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 作为钛源和锆源, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 二元气凝胶为基体,采用溶胶-凝胶方法,制备了两种红外遮光剂粒子(TiO_2 和 ZrO_2)掺杂的复合气凝胶。进一步与莫来石纤维毡复合,制备大尺寸的复合材料($200\text{ mm}\times 200\text{ mm}\times 20\text{ mm}$)。

1 实验方法

1.1 材料制备

制备 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 溶胶:将摩尔比为 3:1:16:16 的氯化铝($\text{AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$)、正硅酸乙酯(TEOS)、无水乙醇和去离子水均匀混合,用盐酸(HCl)调节溶液的 pH 为 4.0,常温下搅拌 30 min,得到 $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 溶胶(记为溶胶 A),室温下静置备用。

制备 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2$ 溶胶:将摩尔比为 1:16 的 TiCl_4 和去离子水均匀混合,缓慢滴加到溶胶 A 中得到 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2$ 溶胶(记为溶胶 B),其中 TiCl_4 和 TEOS 的摩尔比为 1:10。

制备 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_2$ 溶胶:将摩尔比为 1:16 的 $\text{ZrOCl}_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 和去离子水均匀混合,缓慢滴加到溶胶 A 中得到 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_2$ 溶胶(记为溶胶 C),其中 $\text{ZrOCl}_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 和 TEOS 的摩尔比为 1:10。

制备气凝胶:在冰水浴和强烈搅拌作用下,在溶胶 A、B、C 中分别滴加促凝剂环氧丙烷(PO),其中 PO 和 TEOS 的摩尔比为 11:1,室温下静止得到复合醇凝胶,室温老化 24 h 后,乙醇置换 4 次,再经过 CO_2 超临界干燥分别得到 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 气凝胶(记为 AS)、 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2$ 气凝胶(AST)和 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_2$ 气凝胶(ASZ),所制备气凝胶的尺寸大小均为 $\phi 15\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

制备气凝胶/纤维复合材料:将三种溶胶分别倒入装有尺寸为 $200\text{ mm}\times 200\text{ mm}\times 20\text{ mm}$ 的莫来石纤维毡(密度为 $0.12\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$,比表面积为 $50\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$)的模具中,使其完全浸渍纤维,其他制备工艺与气凝胶相同,将所制备的三种复合材料分别记为 ASMF(莫来石纤维毡增强 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 气凝胶)、ASTMF(莫来石纤维毡增强 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2$ 气凝胶)和 ASZMF(莫来石纤维毡增强 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_2$ 气凝胶)。

1.2 性能测试

采用美国 FEI 公司 NOVA Nano SEM450 观察复合材料的微观形貌;采用 Rigaku D/max 2550 型 X 射线衍射分析仪测试高温处理后材料的晶型变化;采用 ASA P2020-M 全自动比表面积及微孔分析仪测定材料的比表面积以及孔结构;采用 Instron 3367 台式双立柱型电子万能试验机测试材料的弯曲强度;采用德国耐驰公司 HFM436 热流导热仪测试样品(z 轴,厚度方向)的热导率。

2 结果与讨论

2.1 气凝胶微观结构

图 1 是 800°C 热处理前后气凝胶的 SEM 照片(升温速率为 $5^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$,热处理时间为 120 min)。三种气凝胶均呈现由纳米颗粒相互交联形成的典型的三维网络空间结构,颗粒与颗粒之间存在大量的空隙使得气凝胶内部具有丰富的纳米孔道结构,显著降低了材料的气态热传导。加入第三组分相当于在 AS 中引入更多的缺陷,阻碍气凝胶的持续生长联接,

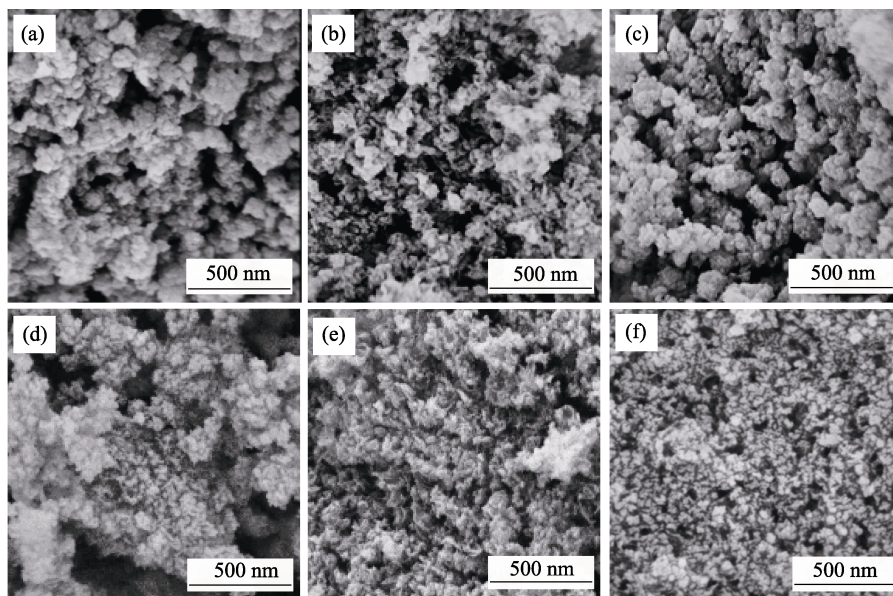


图1 800℃高温处理前后气凝胶的SEM照片

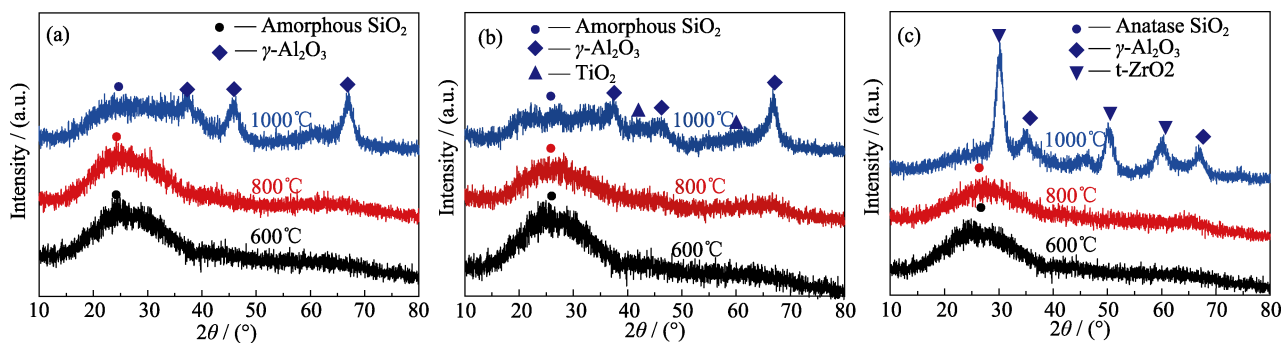
Fig. 1 SEM images of aerogels before and after thermal treatment at 800℃
(a) AS; (b) AST; (c) ASZ; (d) AS-800; (e) AST-800; (f) ASZ-800

图2 不同温度煅烧后气凝胶的XRD图谱

Fig. 2 XRD patterns of aerogels after calcined at different temperatures
(a) AS; (b) AST; (c) ASZ

因此 AST 和 ASZ 的颗粒尺寸较小。AS 气凝胶在 800℃ 高温热处理后发生烧结现象, 内部孔结构部分塌陷, 孔隙率降低; AST 和 ASZ 经过 800℃ 高温热处理后, 气凝胶的微观结构未发生明显变化, 没有明显的团聚现象, 表明 TiO_2 和 ZrO_2 可以有效地抑制气凝胶的烧结行为。

2.2 热处理对气凝胶晶型的影响

图 2 是经过 600℃、800℃ 和 1000℃ 煅烧后 AS、AST 和 ASZ 气凝胶的 XRD 图谱(升温速率均为 $5^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, 热处理时间为 120 min)。从图中可知, 三种气凝胶均在 $2\theta=26^\circ$ 时存在一个较明显的衍射峰, 该峰为无定型 SiO_2 的衍射峰。800℃ 高温处理后, 三种气凝胶仍然具有漫散射包, 表明此温度下气凝胶仍然以无定型态存在。1000℃ 煅烧后, 三种气凝胶在 $2\theta=37^\circ$ 、 45° 和 67° 都有比较明显的衍射峰, 主要为多晶勃姆石结构($\gamma\text{-AlOOH}$)在高温下热分解产生

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 晶型; 经过 1000℃ 煅烧后, AST 曲线在 $2\theta=39^\circ$ 和 57° 处存在比较明显的衍射峰, 主要为锐钛矿型 TiO_2 ; 经过 1000℃ 煅烧后, ASZ 曲线在 $2\theta=30^\circ$ 和 50° 处出现强的衍射峰, 说明形成了四方晶相的二氧化锆(t-ZrO_2)。引入遮光剂粒子后, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 晶型的衍射峰的强度明显降低, 说明遮光剂粒子阻碍了 $\gamma\text{-AlOOH}$ 晶型的转变, 提高了气凝胶的热稳定性。

2.3 气凝胶的孔结构分析

图 3 是 800℃ 热处理前后气凝胶的吸附-脱附等温线以及孔径分布图, 表 1 是对应气凝胶的孔结构参数。由图 3 可以看出, 三种气凝胶的吸附-脱附曲线在高温处理前后均具有典型的 IV 型等温线特征, 有明显的滞后环, 表明样品具有中孔结构。由表 1 可以看出, 三种气凝胶的比表面积高, 平均孔径都维持在中孔级别, 因此气凝胶能够有效地抑制气相

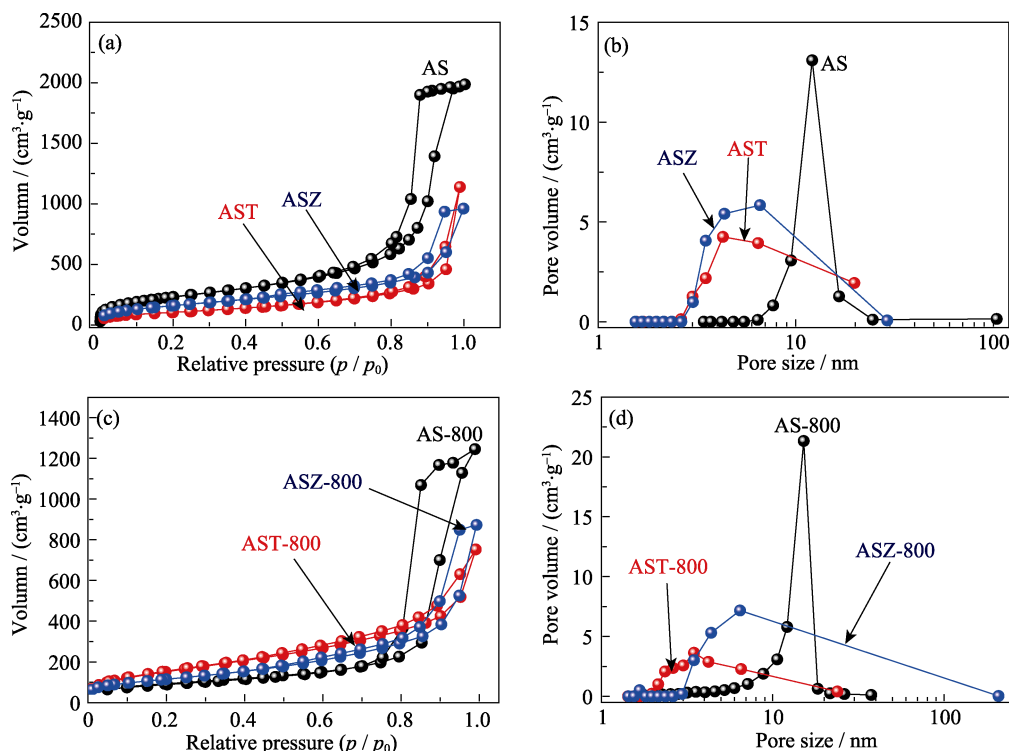


图 3 800℃热处理前后气凝胶的 N₂ 吸脱附等温线及孔径分布曲线
Fig. 3 Nitrogen adsorption isotherms (a, c) and pore size distribution curves (b, d) of aerogels before and after heat-treatment at 800℃

表 1 气凝胶的孔结构参数
Table 1 Pore structure of aerogels

Sample	$S_{\text{BET}}^a/(\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1})$	$V_{\text{total}}^b/(\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1})$	D_p^c/nm
AS	856	3.15	24.4
AST	540	1.86	4.2
ASZ	590	1.65	4.4
AS-800	332	1.93	16.9
AST-800	496	1.45	3.8
ASZ-800	447	1.57	4.3

^a BET area; ^b Total pore volume; ^c Average pore size

热传导; 经 800℃煅烧后, AS 的比表面积由 856 m²/g 大幅降低到 332 m²/g, 孔容积由 3.15 cm³/g 降低至

1.93 cm³/g, 平均孔径也由 24.4 nm 减少到 16.9 nm; 而 AST 和 ASZ 经 800℃煅烧后, 比表面积略有下降, 但孔容和平均孔径基本保持不变, 说明添加的遮光剂粒子可以阻碍 AS 气凝胶在高温下由于粒子膨胀和自身晶型变化所引起的骨架塌陷, 维持气凝胶高比表面积的特征, 提高气凝胶的抗高温性能。

2.4 复合材料形貌及力学性能

图 4 为不同复合材料的微观结构, 从图中可以看出, 气凝胶有效地填充在纤维毡内部的大孔孔隙中, 两者紧密结合, 使得制备的复合材料均为典型的纤维毡增强气凝胶的网络结构, 其中, 纤维毡作为骨架, 起到支撑和定型作用, 减小干燥过程中气

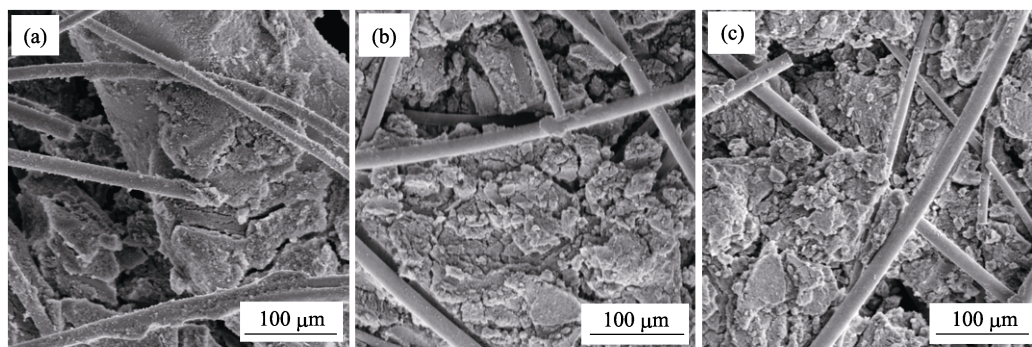


图 4 莫来石纤维毡增强复合气凝胶 SEM 照片
Fig. 4 SEM images of mullite fiber/aerogels composites
(a) ASMF; (b) ASTMF; (c) ASZMF

凝胶的收缩,同时提高材料的力学强度;气凝胶分布均匀,有效地降低了纤维毡内部的孔径尺寸,从而改善复合材料的隔热性能。

图 5 是三种复合材料的弯曲应力-应变曲线图。对于纤维增强气凝胶复合材料来说,主要起到力学支撑作用的是相互搭接的无机纤维。从图 5 可以看出,在起始阶段的弹性区域内,材料的应力随着应变的增加而显著提高,并且近似呈现线性关系,这是由于表面积大的气凝胶颗粒填充在莫来石纤维毡空隙中能够很好地 will 外界应力分散开来,因而能够抵抗较大的应力作用;同时材料的弹性形变主要是通过莫来石纤维毡的弹性性能实现的。继续增大应力,达到屈服点后,ASTMF 能够继续承受一部分应

力,表现出一定的韧性;而对于 ASMF 和 ASZMF,达到屈服点后,应力迅速下降,表现出一定的脆性。

表 2 列出了复合材料的弯曲强度和弯曲模量,从表中可以看出,不同遮光剂对材料力学性能的影响是不同的。加入 ZrO_2 可以使复合材料的弯曲强度由 0.98 MPa 提高至 1.26 MPa,这是因为气凝胶骨架中引入第三相 ZrO_2 时,在以 Si-O 和 Al-O 为主的凝胶网络结构中引入 Zr-O ,增强气凝胶中的交联程度,使得纤维之间的密实度增大,提高材料抵抗外界应力的能力。但是引入 TiO_2 后,复合材料的弯曲强度由 0.98 MPa 降低至 0.62 MPa,这是由于 TiCl_4 水解过程中会生成较多的 HCl ,严重阻碍了凝胶粒子的持续生长,使得气凝胶网络结构强度变差,最终导致复合材料的力学性能下降。

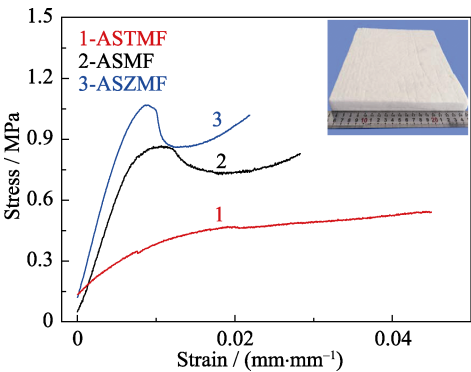


图 5 复合材料的弯曲应力-应变曲线图
Fig. 5 Flexural stress-strain curves of composites

表 2 复合材料基本物理特征参数
Table 2 Basic physical properties of composites

Sample	Density / ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	Content of aerogels/%	Bending strength/MPa
ASMF	0.21	42.9	0.98
ASTMF	0.23	47.8	0.62
ASZMF	0.24	50.0	1.26

2.5 复合材料孔结构分析

图 6 为在 800℃ 热处理前后三种复合材料的 N_2

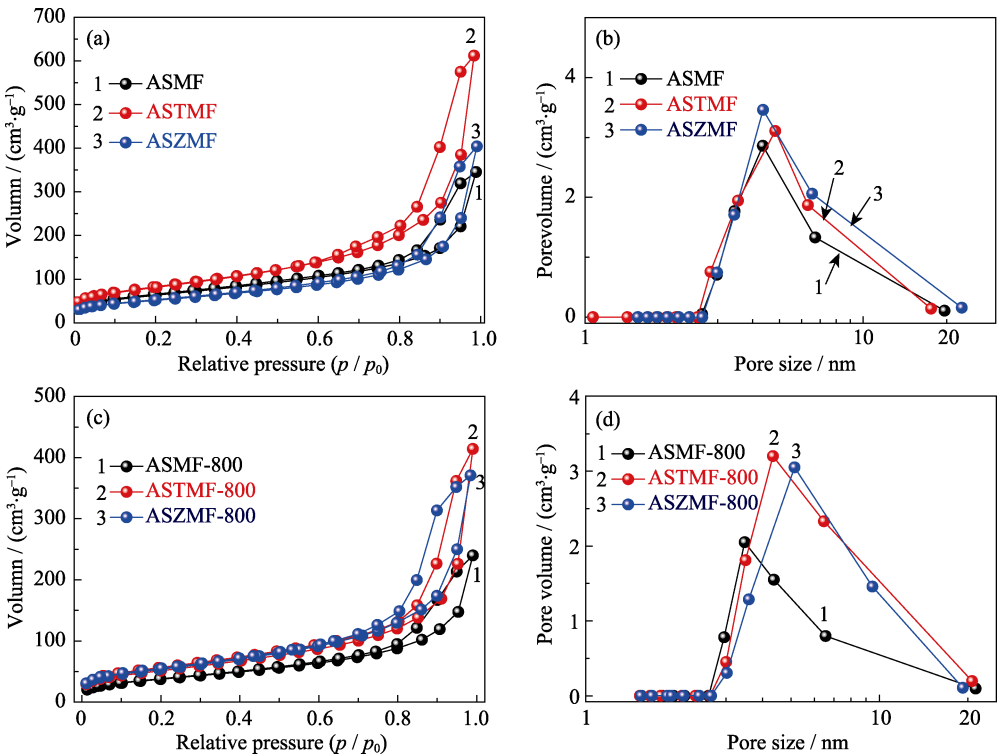


图 6 800℃ 热处理前后复合材料的 N_2 吸脱附等温线及孔径分布曲线
Fig. 6 Nitrogen adsorption isotherms (a, c) and pore size distribution curves (b, d) of composites before and after heat-treatment at 800℃

吸附-脱附曲线和孔径分布图(升温速率为 $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, 热处理时间为 120 min), 表 3 为复合材料的孔结构数据。结合纯气凝胶和纤维毡的比表面积以及气凝胶在复合材料中的质量比, 计算出复合材料的理论比表面积。从表 3 中可以看出, 相比于纯气凝胶高比表面积和大孔容特性, 复合材料的实际比表面积和孔体积都大幅下降, 并且小于理论值。这是因为在溶胶-凝胶反应过程中, 加入表面能大的纤维使得气凝胶粒子优先在莫来石纤维上生长, 纤维之间的微米孔隙限制了气凝胶的持续聚合, 导致形成的气凝胶粒子不连续。ASMF-800 的比表面积和孔体积约为常温状态下的 50%, 引入遮光剂粒子后, 复合材料的比表面积和孔体积下降程度有限, 依然维持在较高水平, 说明遮光剂粒子可以阻碍复合材料中气凝胶粒子在高温下的团聚和塌陷, 从而提高复合材料的高温隔热性能。

2.6 复合材料的导热性能分析

图 7 为复合材料的热导率随着温度的变化曲线。复合材料的总导热系数为材料的气相导热系数、固相导热系数和辐射导热系数之和, 其中复合材料的平均孔径均小于空气分子的运动平均自由程(70 nm), 能够有效地抑制空气流动, 因而其气相热导率较小; 同时低密度的复合材料内部气凝胶复杂的三维空间网络结构增加了热量的传递途径, 有效地控制了复合材料的固相热导率。在较低温度下, 热传导主要以气相热传导和固态热传导为主, 辐射传热的效果有限, 遮光剂粒子的作用不明显, 因而三种材料的热导率差别不大, 均维持在较低的水平($0.024\sim 0.032\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)。随着温度升高, 相对于复杂的气凝胶内部网络结构和低密度带来的低固相导热系数以及纳米孔产生的低气相导热系数, 辐射导热系数与温度的三次方成正比, 因而辐射热传导占热传递的主导作用, 添加遮光剂降低了气凝胶的红外透过率, 从而大幅提高复合材料的隔热性能。在 1050°C

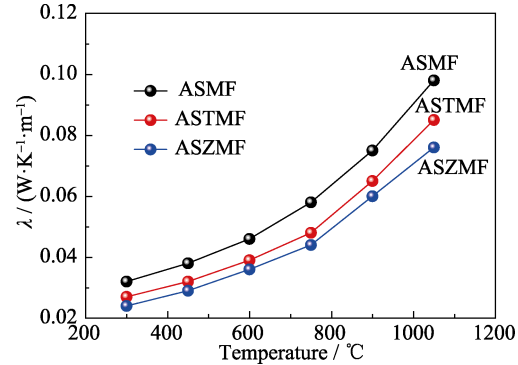


图 7 莫来石纤维毡增强复合气凝胶的热导率随温度变化曲线
Fig. 7 Thermal conductivity of composites varying with temperature

下, ASMF 的热导率为 $0.098\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, ASZMF 的热导率仅为 $0.076\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, 而 ASTMF 的热导率也小于 $0.084\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, 这是由于高温下热量传递的主要方式是红外辐射, 未掺杂遮光剂颗粒的气凝胶对 $2\sim 8\text{ }\mu\text{m}$ 波段内的红外线具有透过作用, 当红外电磁波经过材料时是完全透过的, 大大提高了热量的通过效率, 因而材料的热导率较高; 在材料中引入遮光剂后, 一方面由于遮光剂颗粒可以依靠其分子将一定的红外线辐射能量转化为自身的能量储存起来; 另一方面遮光剂颗粒以物理形态分散在气凝胶之间, 当红外电磁波通过材料时, 遮光剂颗粒使其向各个方向散射, 阻隔了电磁波在单一方向的传递, 因而可以大大提高材料的高温隔热性能, 降低材料的热导率^[19-20]。

3 结论

分别以 TiCl_4 和 $\text{ZrOCl}_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 作为钛源和锆源, 采用溶胶-凝胶浸渍工艺在 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 气凝胶/莫来石纤维毡复合材料中添加高温辐射遮光剂粒子 TiO_2 和 ZrO_2 。在保持材料轻质和强度的前提下, 利用高温下遮光剂粒子对红外电磁波的吸收和散射作用, 削弱了通过气凝胶复合材料的红外辐射能量, 大大阻碍了热量在单方向上的传递过程。在 1050°C 的高温下, 引入遮光剂粒子将复合材料的热导率由 $0.098\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 减小到 $0.076\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, 说明加入遮光剂粒子可以有效地提高复合材料的耐高温隔热性能。

参考文献:

[1] ARAKI K, KAMOTO D, MATSUOKA S. Optimization about multilayer laminated film and getter device materials of vacuum insulation panel for using at high temperature. *Journal of Materials Processing Technology*, 2009, **209**(1): 271-282.

表 3 复合材料的孔结构数据
Table 3 Pore structure of composites

Sample	$S_{\text{BET}}^{\text{t}}$ $/(\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1})$	$S_{\text{BET}}^{\text{a}}$ $/(\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1})$	$V_{\text{total}}^{\text{b}}$ $/(\text{cm}^3\cdot\text{g}^{-1})$	$D_{\text{p}}^{\text{c}}/\text{nm}$
ASMF	396	251	0.62	4.4
ASTMF	284	277	0.95	4.8
ASZMF	320	207	0.67	4.3
ASMF-800	/	136	0.34	3.5
ASTMF-800	/	204	0.77	4.4
ASZMF-800	/	192	0.61	3.9

^t BET theoretical area; ^a BET area; ^b Total pore volume; ^c Average pore size

- [2] LIU ZHAO-HUI, SU XUN-JIA, HOU GEN-LIANG. Effects of silicon content on microstructure and photocatalytic activity of $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ composite aerogels. *Journal of Inorganic Materials*, 2010, **25**(9): 911–915.
- [3] HU JIE-GANG, CHEN QI-YUAN, LI JIE, *et al.* Preparation of TiO_2 aerogels by ambient pressure drying. *Journal of Inorganic Materials*, 2009, **24**(4): 685–689.
- [4] RANDALL J P, MEADOR M A B, JANA S C. Tailoring mechanical properties of aerogels for aerospace applications. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2011, **3**(3): 613–626.
- [5] WANG DONG, WANG YU-JIN. Processing, microstructure and properties of ZrC ceramic composites. *Journal of Inorganic Materials*, 2015, **30**(5): 449–458.
- [6] BAETENS R, JELLE B P, GUSTAVSEN A. Aerogel insulation for building applications: a state-of-the-art review. *Energy and Buildings*, 2011, **43**(4): 761–769.
- [7] WANG LI-JIU, ZHAO SHAN-YU, YANG MEI. Structural characteristics and thermal conductivity of ambient pressure dried silica aerogels with one-step solvent exchange/surface modification. *Materials Chemistry and Physics*, 2009, **113**(1): 485–490.
- [8] ANDERSON A M, WATTLE C W, CARROLL M K. Silica aerogels prepared via rapid supercritical extraction: effect of process variables on aerogel properties. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2009, **355**(2): 101–108.
- [9] YODA S, OHTAKE K, TAKEBAYASHI Y, *et al.* Preparation of SiO_2 - TiO_2 aerogels using supercritical impregnation. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 2000, **19**(1/2/3): 719–723.
- [10] ZHANG HU, FANG WEN-ZHEN, WANG XIAN, *et al.* Thermal conductivity of fiber and opacifier loaded silica aerogel composite. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 2017, **115**(1): 21–31.
- [11] ZENG J S Q, GREIF R, STEVENS P, *et al.* Effective optical constants n and κ and extinction coefficient of silica aerogel. *Journal of Materials Research*, 1996, **11**(3): 687–693.
- [12] DENG ZHONG-SHENG, ZHANG HUI-LIN, WANG JIAN-DONG, *et al.* Structure and thermal properties of SiO_2 doped aerogels. *Journal of Aeronautical Materials*, 1999, **19**(4): 38–43.
- [13] LU GUI, WANG XIAO-DONG, DUAN YUAN-YUAN, *et al.* Effects of non-ideal structures and high temperatures on the insulation properties of aerogel-based composite materials. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2011, **357**(22): 3822–3829.
- [14] KWON Y G, CHOI S Y, KANG E S, *et al.* Ambient-dried silica aerogel doped with TiO_2 powder for thermal insulation. *Journal of Materials Science*, 2000, **35**(24): 6075–6079.
- [15] ZHAO JUN-JIE, DUAN YUAN-YUAN, WANG XIAO-DONG, *et al.* An analytical model for combined radiative and conductive heat transfer in fiber-loaded silica aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2012, **358**(10): 1303–1312.
- [16] XU LIN, JIANG YONG-GANG, FENG JUN-ZONG, *et al.* Infrared-opacified Al_2O_3 - SiO_2 aerogel composites reinforced by SiC-coated mullite fibers for thermal insulations. *Ceramics International*, 2015, **41**(1): 437–442.
- [17] ABE H, ABE I, SATO K, *et al.* Dry powder processing of fibrous fumed silica compacts for thermal insulation. *Journal of the American Ceramic Society*, 2005, **88**(5): 1359–1361.
- [18] LIANG BO, CAI AN, CHEN HUANG, *et al.* Thermophysical properties of air plasma sprayed zirconia coating deposited by re-constituted nanosize particles. *Journal of Inorganic Materials*, 2010, **25**(7): 695–699.
- [19] CHA J, KIM S, PARK K W, *et al.* Improvement of window thermal performance using aerogel insulation film for building energy saving. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2014, **116**(1): 219–224.
- [20] FU TAI-RAN, TANG JIA-QI, CHEN KAI, *et al.* Determination of scattering and absorption coefficients of porous silica aerogel composites. *Journal of Heat Transfer*, 2016, **138**(3): 032702–1–7.