

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C04B 35/626

C09C 3/10



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410011270.9

[43] 公开日 2005 年 7 月 13 日

[11] 公开号 CN 1636938A

[22] 申请日 2004. 11. 26

[21] 申请号 200410011270.9

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 李志强 谭颖 牛艳奔 郭永利

张志成 潘振远 刘秀霞

权利要求书 1 页 说明书 5 页

[54] 发明名称 一种碳化硅表面改性方法

[57] 摘要

本发明涉及一种碳化硅表面改性方法。将碳化硅粉末焙烧用双氧水与浓硫酸混合溶液浸泡；取出用去离子水冲洗干净并烘干，再与偶联剂反应 1~4 小时，把碳化硅再放入丙酮溶液中，超声清洗、离心处理，反复进行 2~5 次，得处理好的碳化硅备用；选择丙烯酸水溶液，加入交联剂，用氢氧化钠、碳酸钠或碳酸氢钠调节 pH 值 5~9；再加入引发剂，制得聚合前体溶液；将备用碳化硅和聚合前体溶液混匀进行聚合，所得产物接枝率 0.6~16.2%，吸水率 3.0g/g~30g/g。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1、一种碳化硅表面改性方法，分以下步骤进行：

1) 将碳化硅粉末于 500~2000℃下焙烧 1~12 小时；取出用双氧水与浓硫酸体积比为 1: 1~5 的混合溶液浸泡 1~4 小时；取出用去离子水冲洗干净并烘干，再与偶联剂溶液于 60~160℃进行反应 1~4 小时，反应后，把碳化硅再放入丙酮溶液中，超声清洗 0.5~2 小时并用离心机离心处理，反复进行 2~5 次，得处理好的碳化硅备用；

2) 选择丙烯酸水溶液重量百分比为 10~50%，交联剂为丙三醇、环氧氯丙烷、甲叉基双丙烯酰胺或丙烯酸缩水甘油酯，加入量为丙烯酸单体重量的 0.01%~0.8%，用氢氧化钠、碳酸钠或碳酸氢钠调节 PH 值 5~9；再加入引发剂，加入量为丙烯酸单体重量的 0.01~1.0%，制得聚合前体溶液；

3) 将备用碳化硅和聚合前体溶液混匀进行聚合，聚合温度为 40~100℃，聚合反应 2~5h，所得产物接枝率 0.6~16.2%，吸水率 3.0g/g~30g/g。

2、如权利要求 1 所述的一种碳化硅表面改性方法，其特征在于所述偶联剂为硅烷偶联剂 KH550、KH560、KH570、KH792 或 KH590。

3、如权利要求 1 所述的一种碳化硅表面改性方法，其特征在于所述引发剂为过硫酸钾、过硫酸钠或过硫酸铵。

一种碳化硅表面改性方法

技术领域

本发明涉及一种碳化硅表面改性方法。

背景技术

碳化硅为硬度高，具有优良的高温强度、耐磨损、耐化学腐蚀和抗热震性的无机物。广泛的应用于高温耐磨结构材料，如用作各种机械密封件和高温结构件，在宇航和汽车工业中也被认为是未来制造燃气轮机、火箭喷嘴和发动机部件最有希望的材料之一。然而，由于碳化硅是特别疏水且高硬度的材料，其表面不能吸潮。制作特殊用途的功能材料，比如利用它的硬度和耐化学腐蚀性制作表面吸潮、吸灰尘的功能材料等，就要求必须改善其表面性能。

中国专利 94117816 公开了一种碳化硅上的转化涂层，属于一种无机材料的包渗方法，是在碳化硅表面获得无机化合物涂层以改善其防腐蚀性。由于它是粘合在碳化硅表面，易脱落，此外，无机物被腐蚀后的残留物易沉降在碳化硅表面，造成污染。

另外还有碳化硅表面采用接枝共聚合方法改善其表面性能。是将丙烯酰胺单体纯化，纯化后配成一定浓度的水溶液，加入交联剂搅拌溶解，调节 PH 值，然后将事先用有机溶剂处理过的碳化硅浸渍于上述混合液中，取出后放置烘箱内在一定温度下进行接枝共聚合，然后

进行水解、烘干后得到表面具有吸水、吸尘性能的改性碳化硅材料。由于它是碳化硅直接与单体聚合，碳化硅表面与聚合物之间没有产生共价键，聚合物只是简单的粘结在碳化硅表面。

发明内容

本发明的目的是提供一种碳化硅表面改性方法。

本发明采用将碳化硅进行高温处理，再进行化学表面接枝，最后聚合上一层有机分子，以达到碳化硅表面改性的目的。

本发明分以下步骤进行：

1) 将碳化硅粉末于 500~2000℃ 下焙烧 1~12 小时；取出用双氧水与浓硫酸体积比为 1: 1~5 的混合溶液浸泡 1~4 小时；取出用去离子水冲洗干净并烘干，再与偶联剂溶液于 60~160℃ 进行反应 1~4 小时，偶联剂为硅烷偶联剂 KH550、KH560、KH570、KH792 或 KH590，反应后，把碳化硅再放入丙酮溶液中，超声清洗 0.5~2 小时并用离心机离心处理，反复进行 2~5 次，得处理好的碳化硅备用；

2) 选择丙烯酸水溶液重量百分比为 10~50%，交联剂为丙三醇、环氧氯丙烷、甲叉基双丙烯酰胺或丙烯酸缩水甘油酯，加入量为丙烯酸单体重量的 0.01%~0.8%，用氢氧化钠、碳酸钠或碳酸氢钠调节 PH 值 5~9；再加入引发剂，引发剂为过硫酸钾、过硫酸钠或过硫酸铵，加入量为丙烯酸单体重量的 0.01~1.0%，制得聚合前体溶液；

3) 将备用碳化硅和聚合前体溶液混匀进行聚合，聚合温度为 40~100℃，聚合反应 2~5h，所得产物接枝率 0.6~16.2%，吸水率 3.0g/g~30g/g。

本发明由于采用碳化硅的表面处理和化学接枝共聚合方法，使带有吸水性的高分子链牢固的结合在碳化硅的表面，处理后的接枝物更不易脱落。改性后的碳化硅不仅具有亲水、吸潮、吸尘等功能，还具有长期、反复使用的优点。产物的接枝率高，吸水性能更好。

具体实施方式

实施例 1:

将碳化硅粉末放置于 500℃ 间的马弗炉中 1 小时；取出后用双氧水与浓硫酸 1: 1 的混合溶液浸泡 1 小时；取出后，用去离子水冲洗干净并烘干，再与偶联剂溶液于 60℃ 进行反应 1 小时，偶联剂为硅烷偶联剂 KH550 反应后，把碳化硅再放入丙酮溶液中，超声清洗 0.5 小时并用离心机离心处理，反复进行 2 次；选择丙烯酸水溶液重量百分比为 10%，交联剂为丙三醇，加入量为丙烯酸单体重量的 0.01%，用氢氧化钠调节到 PH 值为 5；再加入引发剂，引发剂为过硫酸钾，加入量为丙烯酸单体重量的 0.01；用离心处理后的碳化硅与反应溶液混合均匀后进行聚合，聚合温度为 40℃，聚合反应 2 小时。所得产物接枝率为 0.6%，吸水率为 3.0g/g。

实施例 2:

将碳化硅粉末放置于 800℃ 间的马弗炉中 3 小时；取出后用双氧水与浓硫酸 1: 2 的混合溶液浸泡 2 小时；取出后，用去离子水冲洗干净并烘干，再与偶联剂溶液于 80℃ 进行反应 2 小时，偶联剂为硅烷偶联剂 KH560；反应后，把碳化硅再放入丙酮溶液中，超声清洗 1 小时并用离心机离心处理，反复进行 3 次；选择丙烯酸水溶液重量百

分比为 20%，交联剂为环氧氯丙烷，加入量为丙烯酸单体重量的 0.15%，用氢氧化钠、碳酸钠或碳酸氢钠调节 PH 值 7；再加入引发剂，引发剂为过硫酸钠，加入量为丙烯酸单体重量的 0.05%；用离心处理后的碳化硅与反应溶液混合均匀后进行聚合，聚合温度为 50℃，聚合反应 4 小时。所得产物接枝率在 5.3%，吸水率在 8.0g/g。

实施例 3：

本方法首先将碳化硅粉末放置于 1500℃ 间的马弗炉中 5 小时；取出后用双氧水与浓硫酸 1：3 的混合溶液浸泡 3 小时；取出后，用去离子水冲洗干净并烘干，再与偶联剂溶液于 90℃ 进行反应 3 小时，偶联剂为硅烷偶联剂 KH570；反应后，把碳化硅再放入丙酮溶液中，超声清洗 1.5 小时并用离心机离心处理，反复进行 3 次；选择丙烯酸水溶液重量百分比为 25%，交联剂为甲叉基双丙烯酰胺，加入量为丙烯酸单体重量的 0.05%，用氢氧化钠调节 PH 值 7；再加入引发剂，引发剂为过硫酸铵，加入量为丙烯酸单体重量的 0.07%；用离心处理后的碳化硅与反应溶液混合均匀后进行聚合，聚合温度为 55℃，聚合反应 4 小时。所得产物接枝率在 8%，吸水率在 15g/g。

实施例 4：

本方法首先将碳化硅粉末放置于 1800℃ 间的马弗炉中 8 小时；取出后用双氧水与浓硫酸 1：4 的混合溶液浸泡 4 小时；取出后，用去离子水冲洗干净并烘干，再与偶联剂溶液于 100℃ 进行反应 3 小时，偶联剂为硅烷偶联剂 KH792；反应后，把碳化硅再放入丙酮溶液中，超声清洗 2 小时，并用离心机离心处理，反复进行 4 次；选择丙烯酸

水溶液重量百分比为 40%，交联剂为甲叉基双丙烯酰胺，加入量为丙烯酸单体重量的 0.08%，用碳酸氢钠调节 PH 值 6；再加入引发剂，引发剂为过硫酸钾，加入量为丙烯酸单体重量的 0.2%；用离心处理后的碳化硅与反应溶液混合均匀后进行聚合，聚合温度为 60℃，聚合反应 4 小时。所得产物接枝率在 10.8%，吸水率在 10g/g。

实施例 5：

本方法首先将碳化硅粉末放置于 2000℃ 间的马弗炉中 12 小时；取出后用双氧水与浓硫酸 1：5 的混合溶液浸泡 4 小时；取出后，用去离子水冲洗干净并烘干，再与偶联剂溶液于 160℃ 进行反应 4 小时，偶联剂为硅烷偶联剂 KH590；反应后，把碳化硅再放入丙酮溶液中，超声清洗 2 小时并用离心机离心处理，反复进行 5 次；选择丙烯酸水溶液重量百分比为 50%，交联剂为丙烯酸缩水甘油酯，加入量为丙烯酸单体重量的 0.8%，用氢氧化钠 PH 值 9；再加入引发剂，引发剂为过硫酸钠，加入量为丙烯酸单体重量的 1.0%；用离心处理后的碳化硅与反应溶液混合均匀后进行聚合，聚合温度为 100℃，聚合反应 5 小时。所得产物接枝率在 16.2%，吸水率在 8g/g。