

引用格式:孔令汉,余婷婷,詹建波,等.二甲基硅油/硅溶胶共前驱体法制备二氧化硅气凝胶微球[J].北京化工大学学报(自然科学版),2020,47(5):69-75.

KONG LingHan, YU TingTing, ZHAN JianBo, et al. Preparation of  $\text{SiO}_2$  aerogel microspheres by a dimethyl silicone oil/silica sol co-precursor method[J]. Journal of Beijing University of Chemical Technology (Natural Science), 2020,47(5): 69-75.

## 二甲基硅油/硅溶胶共前驱体法制备 二氧化硅气凝胶微球

孔令汉<sup>1</sup> 余婷婷<sup>1</sup> 詹建波<sup>1</sup> 张莹<sup>1</sup> 李赓<sup>1</sup> 王浩<sup>1</sup> 王旭<sup>1</sup>  
程量<sup>1\*</sup> 王芳辉<sup>2\*</sup>

(1. 云南中烟工业有限责任公司 技术中心, 昆明 650231; 2. 北京化工大学 化学学院, 北京 100029)

**摘 要:** 由于二氧化硅气凝胶具有低密度、高孔隙率、高比表面积、低导热系数等特点,引起了人们的广泛关注。但是,其较差的机械性能和较高的制备成本一直限制二氧化硅气凝胶的应用和推广。采用带有活性端基的二甲基硅油和硅溶胶制备共前驱体溶液,以微乳液法和滴定法分别制备了不同尺寸的二氧化硅气凝胶微球,并探究了甲基含量对其性能的影响。实验结果表明,相对于滴定法,微乳液法制备的气凝胶粒径分布范围较宽,在硅溶胶与硅油体积比相同时,两种方法所制备的气凝胶微球具有相近的比表面积、堆积密度及导热系数;滴定法制备的气凝胶随着甲基含量减少,气凝胶微球的比表面积减小,堆积密度增大,接触角减小,导热系数增大,机械强度增大。

**关键词:** 二氧化硅; 气凝胶; 机械性能; 微乳液法; 滴定法

**中图分类号:** TQ424.26 **DOI:** 10.13543/j.bhxbzr.2020.05.009

### 引 言

气凝胶是一种具有高比表面积的高度多孔材料<sup>[1-3]</sup>。目前气凝胶的孔隙率一般在 80% ~ 99.9%,其孔洞一般为介孔,含有少量微孔,比表面积最大可达到 1 200 m<sup>2</sup>/g 以上<sup>[4]</sup>。由于其具有较高的孔隙率,在气凝胶内部绝大部分孔洞充满空气,所以具有极低的密度,最低密度仅为空气的 2.75 倍。同时,由于气凝胶具有连续的三维网络结构且内部孔洞主要为介孔,孔径尺寸基本小于空气分子自由程,所以其具有较低的导热系数。

气凝胶优异的性能使得其在热学、力学、电学等

方面有诸多应用。由于其比表面积大、孔隙率高、导热系数小、密度小、孔径分布分散性好,气凝胶在绝热<sup>[4-9]</sup>、分离<sup>[10-14]</sup>、催化剂载体<sup>[15]</sup>、能量储存<sup>[16-19]</sup>、水净化<sup>[20]</sup>、宇宙尘埃收集、传感器<sup>[6,21]</sup>、噪声消除等诸多方面具有巨大的应用潜力。

虽然气凝胶一直是研究热点,但是一直未能实现大规模商业化,主要原因在于其干燥成本高(如冷冻干燥、超临界二氧化碳干燥)、能耗大、干燥工艺复杂、步骤繁琐;而常压干燥的二氧化硅气凝胶机械强度差、成型困难、易成粉。目前提高其机械强度的主要方法是与有机高分子或者无机纤维复合,形成物理或化学交联的复合气凝胶。在化学交联的复合气凝胶中,由于引入的高分子热解温度相对较低,热解后会产生部分有毒有害分子。因此有机高分子的引入虽然增强了其机械强度和使用范围,但是降低了其使用温度,不利于气凝胶的应用和推广。在引入无机纳米纤维的复合气凝胶中,由于引入的无机纤维与二氧化硅气凝胶颗粒之间主要通过物理附着力连接,不存在交联的化学键,因此在运输和使用

收稿日期: 2020-04-12

基金项目: 云南中烟工业有限责任公司科技项目 (2017CL01)

第一作者: 男,1991 年生,在读博士后

\* 通信联系人

王芳辉, E-mail: fhwang@mail.buct.edu.cn

程量, E-mail: 15911098619@163.com

过程中很容易出现掉粉脱落的现象,严重影响其使用性能和耐久性。本文采用微乳液法和滴定法,制备了二甲基硅油/硅溶胶复合的气凝胶微球,考察了两种制备方法对气凝胶微球宏观、微观结构的影响,并研究了不同制备方法及硅溶胶和硅油的体积比对气凝胶导热系数、机械性能等的影响,得出相关影响规律,有效解决了在常压干燥条件下气凝胶成型难、易掉粉脱落的问题,同时降低了气凝胶材料的干燥成本,为实现气凝胶材料的实际应用提供了一定依据。

## 1 实验部分

### 1.1 实验原料

二甲基二甲氧基硅烷,分析纯,国药化学试剂有限公司;十六烷基三甲基溴化铵(CTAB),分析纯,国药化学试剂有限公司;氨水,化学纯,上海凌峰化学试剂有限公司;硝酸,分析纯,国药化学试剂有限公司;去离子水,分析纯,上海景纯水处理技术有限公司;碱性硅溶胶(质量分数30%),分析纯,山东优索化工科技有限公司;乙醇,分析纯,国药化学试剂有限公司;正己烷,分析纯,国药化学试剂有限公司;司班80,化学纯,上海抚生实业有限公司。

### 1.2 样品制备

#### 1.2.1 滴定法制备 $\text{SiO}_2$ 气凝胶微球

滴定法制备气凝胶微球主要包括4个步骤:溶胶制备、滴加成型、溶剂交换和常压干燥,具体流程如图1所示。

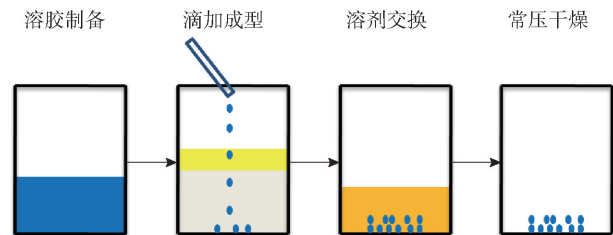


图1 滴定法制备气凝胶微球流程图

Fig. 1 Flow chart of the preparation of aerogel microspheres by the trickle titration method

将二甲基二甲氧基硅烷、水、乙醇按照物质的量比为1:2:10分别加入烧杯中,搅拌均匀,加入0.5 mol/L氨水调节pH值至8~9,在45℃下反应24 h,得到带有活性端基的二甲基硅油溶液;向硅溶胶中加入一定量的硝酸水溶液(质量分数为4%),在搅拌下加入乙醇和二甲基硅油溶液,其中硅溶胶、

乙醇、硅油溶液、硝酸溶液的体积比为1:1.6:(0.5~4):0.4。

将质量分数为25%的氨水、十六烷基三甲基溴化铵的饱和水溶液、煤油按体积比为10:5:1先后加入烧杯中。在滴液装置内加入混合硅溶胶,调节滴加速度使混合硅溶胶缓缓滴入烧杯中,溶胶进入水相立即凝胶化,即制得 $\text{SiO}_2$ 凝胶小球。

将 $\text{SiO}_2$ 凝胶小球在上述装有混合液体的烧杯中老化6 h后取出,转移到无水乙醇中,在45℃下浸泡24 h,然后置于60℃的恒温干燥箱中干燥36 h,得到气凝胶微球。

#### 1.2.2 微乳液法制备 $\text{SiO}_2$ 气凝胶微球

微乳液法制备气凝胶微球也主要包括4个步骤:溶胶制备、搅拌乳化、凝胶定型和常压干燥,具体流程如图2所示。

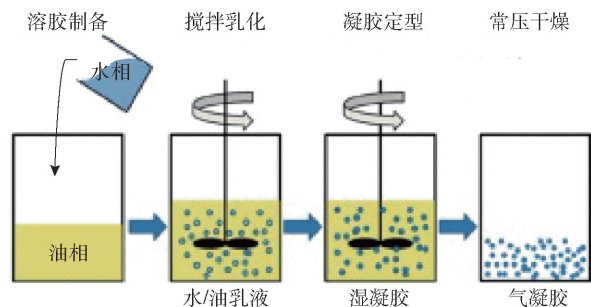


图2 微乳液法制备气凝胶微球流程图

Fig. 2 Flow chart of the preparation of aerogel microspheres by the microemulsion method

按1.2.1节方法制备得到混合硅溶胶( $V$ (原始硅溶胶): $V$ (硅油溶液)=1:4),将该溶胶与正己烷按照体积比为1:3混合,在搅拌下每mL混合溶液中加入0.008 g司班80和0.015 g CTAB。搅拌20 min后每mL混合液中加入2 mol/L氨水0.3 mL。加入氨水后逐渐出现乳白色的气凝胶微球沉淀。将微球取出,40℃下干燥4 h,得到气凝胶微球。

### 1.3 性能表征

气凝胶微球的堆积密度由质量和堆积体积的比计算得到,其中质量由电子天平测得;将样品装入量筒中,在振实密度仪(ZS-202,辽宁仪表研究所有限公司)中以一定速度振动,即可得到样品的堆积体积。

利用日本岛津的激光衍射粒度仪(SALD-2300)测量样品的平均粒径。气凝胶微球的接触角用接触角测试仪(SL200K,美国科诺工业有限公司)测定。

利用日本日立的 SU8200 场发射扫描电子显微镜 (SEM) 观察气凝胶的微观形貌。采用美国 Micromeritics 公司的 Tristar II 3020M 型全自动比表面积和孔隙分析仪测定样品的比表面积、吸附-脱附等温线,确定样品的比表面积和孔尺寸。利用导热系数仪 (TC3000E,上海普简仪器有限公司) 测量样品的导热系数。利用美国 Instron 公司的电子动态静态疲劳试验机 (E3000K8953) 进行单轴压缩强度实验,确定气凝胶微球的抗压强度。

2 结果与讨论

2.1 外观与形貌观察

采用滴定法和微乳液法制备的气凝胶微球实物图如图 3 所示。从图 3 中可以看出,采用滴定法制得的气凝胶微球呈颗粒状,成球性相对较差,微球存在部分畸形。而微乳液法制备的气凝胶微球形规则,成球性相对较好。外观的不同主要是制备方法不同造成的,滴定法依靠重力滴加难以控制微球形状,而微乳液法能形成均匀的乳液,在凝胶成型后更能保持球状结构。

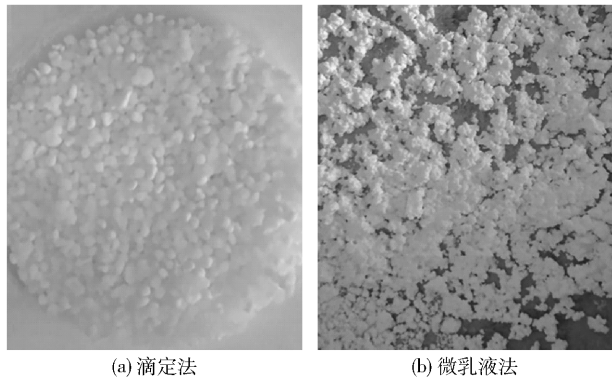


图 3 不同方法制备的气凝胶微球实物图  
Fig. 3 Appearance of aerogel microspheres prepared by different methods

两种方法制得的气凝胶微球样品的 SEM 图如图 4 所示。虽然两种方法制备的气凝胶微球在宏观尺度下成球性有明显差异,但是在微观尺度下两种方法制备的样品形貌几乎完全一样,都是由次级粒子彼此之间的交联构建成的网络骨架结构。在共前驱溶胶体系中,由于活性硅油分子带有有机基团,存在空间位阻,硅溶胶的缩聚速率要大于活性硅油,因此硅溶胶优先进行缩聚产生初级粒子<sup>[22]</sup>。当初级粒子达到一定浓度时,活性硅

油接枝到初级粒子表面,残留的 Si—OH 成为初级粒子之间交联的反应位点,随着缩聚反应的进行,初级粒子逐渐生长为次级粒子,次级粒子之间再通过缩聚、交联、堆积,最终形成 SEM 图片中显示的凝胶骨架。

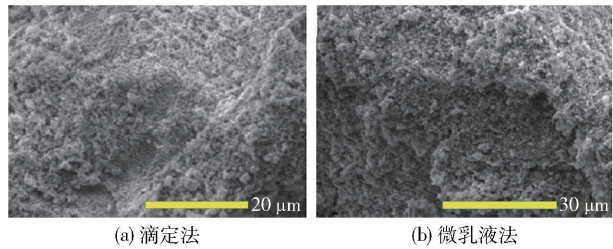


图 4 不同方法制备的气凝胶微球 SEM 图  
Fig. 4 SEM images of aerogel microspheres prepared by different methods

在滴定法制得的气凝胶微球中,通过改变共前驱体中加入的带有活性端基的硅油含量来调节气凝胶中的甲基含量,进而调控气凝胶微球在干燥过程中的收缩程度。从图 5 中可以看出当  $V(\text{硅溶胶}):V(\text{硅油溶液}) = 1:4$  时,气凝胶微球的收缩较小,常压干燥后微球体积收缩约 10%,呈白色,粒径相对较大;当  $V(\text{硅溶胶}):V(\text{硅油溶液}) = 1:1$  时,气凝胶微球收缩明显,常压干燥后体积收缩约 36%,呈乳白色;当  $V(\text{硅溶胶}):V(\text{硅油溶液}) = 1:0.5$  时,体积收缩与 1:1 (体积比) 时相近,体积收缩约 40%,呈透明状态,较硬。

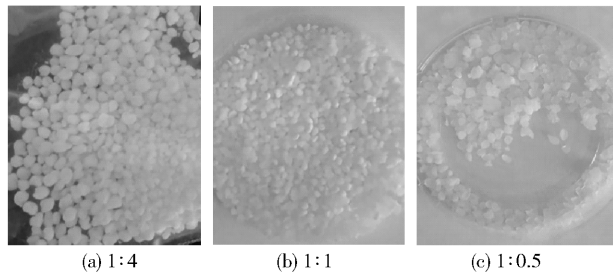


图 5 不同  $V(\text{硅溶胶}):V(\text{硅油溶液})$  时气凝胶微球实物图

Fig. 5 Appearance of aerogel microspheres prepared with different volume ratios of silica sol: silicone oil solution

2.2 粒径分析

如图 6 所示,微乳液法制备的气凝胶微球样品的粒径分布范围较宽,主要集中在  $50 \sim 700 \mu\text{m}$ ,其平均粒径为  $215 \mu\text{m}$ ,粒径较小。同样配方的滴定法制备的气凝胶微球的粒径主要分布在  $500 \sim$



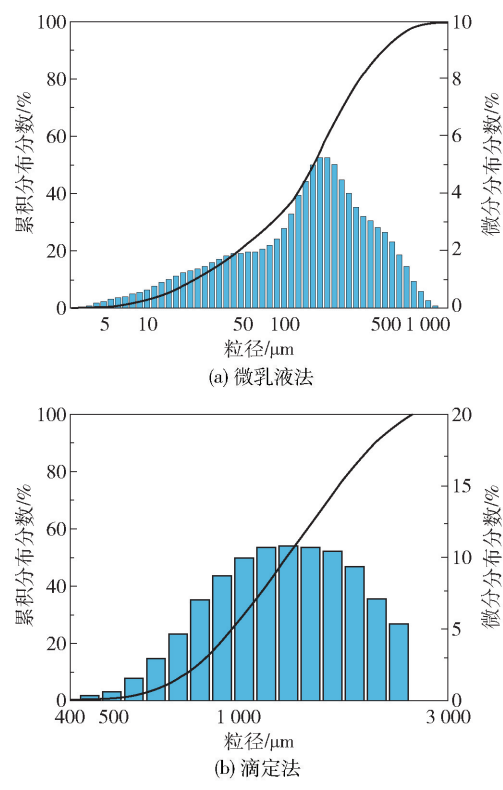


图6  $V(\text{硅溶胶}):V(\text{硅油溶液})=1:4$ 时不同方法制备的气凝胶微球粒径分布

Fig.6 Particle size distribution of aerogel microspheres prepared by different methods with the volume ratio of silica sol:silicone oil solution = 1:4

2 500  $\mu\text{m}$ ,平均粒径为 1 523  $\mu\text{m}$ ,粒径较大,分布相对集中。

图7为硅溶胶:硅油溶液=1:0.5(体积比)时滴定法制备的气凝胶微球的粒径分布。从图7中可

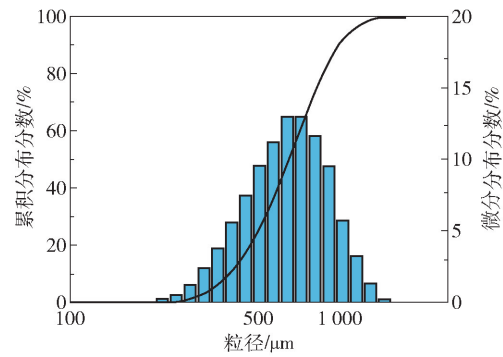


图7  $V(\text{硅溶胶}):V(\text{硅油溶液})=1:0.5$ 时滴定法制备的气凝胶微球粒径分布

Fig.7 Particle size distribution of  $\text{SiO}_2$  aerogel microspheres prepared by trickle titration method with the volume ratio of silica sol:silicone oil solution = 1:0.5

知,其粒径分布主要在 350 ~ 1 000  $\mu\text{m}$ ,平均粒径为 882  $\mu\text{m}$ 。

2.3 比表面积和孔径分析

不同硅油含量和制备方法制备的气凝胶微球的比表面积、孔体积和平均孔径如表1所示。同种配方比例下微乳液法和滴定法制备的气凝胶微球由于其甲基含量相同,在干燥过程中受到的毛细压力相近,因此它们具有相近的比表面积。同时,由于微乳液法制备的微球粒径较小,内部坍塌叠加较少,而且溶剂扩散较快,因此其比表面积略高于滴定法制备的气凝胶微球。

表1 不同方法制备的气凝胶微球的性能比较				
Table 1 Comparison of the properties of $\text{SiO}_2$ aerogel microspheres prepared by different methods				
制备 方法	$V(\text{硅溶胶}):$ $V(\text{硅油})$	比表面积/ ( $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ )	孔体积/ ( $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ )	平均 孔径/ $\text{nm}$
微乳液法	1:4	383.7	3.34	19.2
滴定法	1:4	357.8	3.25	18.7
滴定法	1:1	114.5	2.31	13.3
滴定法	1:0.5	28.9	0.32	5.3

当活性硅油比例降低时,样品的比表面积急剧下降。这主要是由于当活性硅油的含量降低时,凝胶中甲基的含量也相应降低,位阻也相应变小,溶剂挥发产生的附加压力增加,导致在干燥过程中凝胶内部孔洞更易收缩坍塌,由此造成次级粒子变小和孔径相应变小。当甲基含量降低到一定程度时,凝胶内部孔洞完全坍塌,微球收缩成密实的二氧化硅小球,不再具有气凝胶的孔洞结构。

2.4 堆积密度和导热系数

表2是不同活性硅油含量和制备方法下的堆积密度和导热系数。从表2中可以看到,同种配方下不同制备方法得到的气凝胶微球的导热系数和堆积密度相近;但是随着活性硅油的比例降低,导热系数和堆积密度均呈现明显的上升趋势。结合表1中比表面积和孔体积,可以发现当活性硅油含量较多时,在干燥过程中孔洞坍塌少,此时样品的比表面积大,孔体积大,堆积密度小,导热系数较小,隔热性能好。当样品中甲基含量降低时,气凝胶骨架结构的孔径变小,溶剂挥发产生的附加压力增加,在干燥过程中大量孔洞坍塌造成气凝胶微球收缩,样品的比表面

表 2 不同方法制备的气凝胶微球的密度和导热系数

Table 2 Density and thermal conductivity of SiO<sub>2</sub> aerogel microspheres prepared by different methods

制备方法	V(硅溶胶): V(硅油)	堆积密度/ (g·cm <sup>-3</sup> )	导热系数/ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
微乳液法	1:4	0.27	0.026
滴定法	1:4	0.25	0.027
滴定法	1:1	0.35	0.032
滴定法	1:0.5	0.43	0.052

积变小,孔体积减小,堆积密度增加,导热系数增大,隔热性能降低。

2.5 接触角

接触角是用来表征材料疏水性能的参数,图 8 为前驱体中不同含量活性硅油制备的气凝胶微球的接触角图片。传统方法制备的 SiO<sub>2</sub> 凝胶是由硅氧烷分子经过一系列缩合反应形成的网络结构,然而缩聚反应结束后仍会留下未反应的亲水端基(Si—OH)。利用共前驱体法制备的 SiO<sub>2</sub> 气凝胶,前期引入了不能进行缩合反应的有机基团(Si—R)封端,使得气凝胶具有疏水性。从图中可以看出,随着活性硅油含量的降低,甲基含量降低,气凝胶微球的疏水性下降,接触角降低。

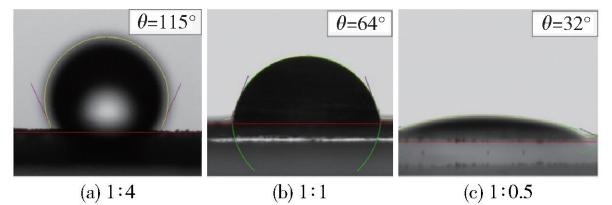


图 8 不同硅溶胶: 硅油溶液(体积比)时气凝胶微球接触角

Fig. 8 The contact angle of aerogel microspheres prepared with different volume ratios of silica sol: silicone oil solution

2.6 机械性能

不同含量活性硅油制备的 SiO<sub>2</sub> 气凝胶微球的机械性能如图 9 所示。如前所述,甲基含量低导致 SiO<sub>2</sub> 气凝胶微球孔隙塌陷和收缩增加,样品密度增加使得样品抗压强度提升,随着密度从 0.25 g/cm<sup>3</sup> 增加到 0.43 g/cm<sup>3</sup>,样品的抗压强度从 1 520 kPa 提高到 3 010 kPa,表明随着甲基含量的降低,所制备的 SiO<sub>2</sub> 气凝胶微球机械强度逐渐增大。

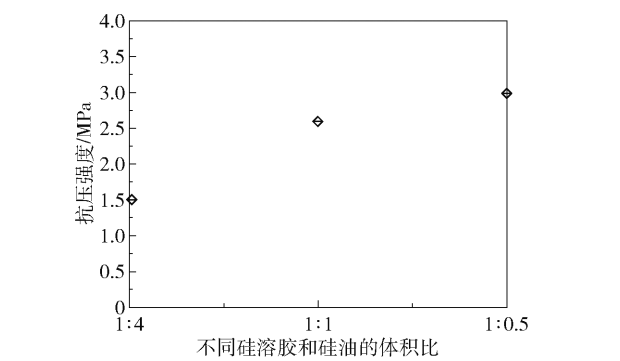


图 9 采用不同硅溶胶和硅油体积比时滴定法制备的 SiO<sub>2</sub> 气凝胶微球抗压强度

Fig. 9 Compressive strength of SiO<sub>2</sub> aerogel microspheres prepared by trickle titration with different volume ratios of silica sol: silicone oil solution

3 结 论

通过以二甲基二甲氧基硅烷为原料制备了带有活性端基的硅油,然后以活性硅油和硅溶胶共前驱体为硅源,采用微乳液法和滴定法分别制备了不同粒径的二氧化硅气凝胶微球。相对于滴定法,微乳液法制备的气凝胶微球粒径分布较宽。在硅溶胶与硅油体积比相同时,两种方法制备的气凝胶微球具有相近的比表面积、堆积密度与导热系数。采用滴定法制备气凝胶时,通过调节二甲基硅油的含量,得到了不同比表面积的气凝胶微球。随着微球中甲基含量的降低,其比表面积减小,堆积密度增大,接触角减小,导热系数增大,机械强度增大。当甲基含量低于一定值时,气凝胶微球会完全变为致密的二氧化硅小球,不再具备气凝胶的孔结构,应用价值下降。

参考文献:

[1] CAI J, LIU S L, FENG J, et al. Cellulose-silica nanocomposite aerogels by in situ formation of silica in cellulose gel [J]. Angewandte Chemie International Edition, 2012, 51(9): 2076–2079.

[2] CIRIMINNA R, FIDALGO A, PANDARUS V, et al. The sol-gel route to advanced silica-based materials and recent applications [J]. Chemical Reviews, 2013, 113(8): 6592–6620.

[3] PIERRE A C, PAJONK G M. Chemistry of aerogels and their applications [J]. Chemical Reviews, 2002,

- 102(11): 4243–4265.
- [4] ZU G Q, KANAMORI K, SHIMIZU T, et al. Versatile double-cross-linking approach to transparent, machinable, supercompressible, highly bendable aerogel thermal superinsulators [J]. *Chemistry of Materials*, 2018, 30(8): 2759–2770.
- [5] ZU G Q, SHIMIZU T, KANAMORI K, et al. Transparent, superflexible doubly cross-linked polyvinylpolymethylsiloxane aerogel superinsulators via ambient pressure drying [J]. *ACS Nano*, 2018, 12(1): 521–532.
- [6] ZU G Q, KANAMORI K, MAENO A, et al. Superflexible multifunctional polyvinylpolydimethylsiloxane-based aerogels as efficient absorbents, thermal superinsulators, and strain sensors [J]. *Angewandte Chemie International Edition*, 2018, 57(31): 9722–9727.
- [7] MALEKI H, MONTES S, HAYATI-ROODBARI N, et al. Compressible, thermally insulating, and fire retardant aerogels through self-assembling silk fibroin biopolymers inside a silica structure—an approach towards 3D printing of aerogels [J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2018, 10(26): 22718–22730.
- [8] LAMY-MENDES A, SILVA R F, DURÃES L. Advances in carbon nanostructure-silica aerogel composites: a review [J]. *Journal of Materials Chemistry A*, 2018, 6(4): 1340–1369.
- [9] YU Z L, YANG N, APOSTOLOPOULOU-KALKAVOURA V, et al. Fire-retardant and thermally insulating phenolic-silica aerogels [J]. *Angewandte Chemie International Edition*, 2018, 57(17): 4538–4542.
- [10] WANG X, JANA S C. Synergistic hybrid organic-inorganic aerogels [J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2013, 5(13): 6423–6429.
- [11] YE S B, LIU Y, FENG J C. Low-density, mechanical compressible, water-induced self-recoverable graphene aerogels for water treatment [J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2017, 9(27): 22456–22464.
- [12] ZHU H, YANG X, CRANSTON E D, et al. Flexible and porous nanocellulose aerogels with high loadings of metal-organic-framework particles for separations applications [J]. *Advanced Materials*, 2016, 28(35): 7652–7657.
- [13] WIEHN M, LEVARIO T J, STAGGS K, et al. Adsorption of short-chain alcohols by hydrophobic silica aerogels [J]. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2013, 52(51): 18379–18385.
- [14] WU Z Y, LI C, LIANG H W, et al. Carbon nanofiber aerogels for emergent cleanup of oil spillage and chemical leakage under harsh conditions [J]. *Scientific Reports*, 2014, 4: 4079.
- [15] TANG Y J, GAO M R, LIU C H, et al. Porous molybdenum-based hybrid catalysts for highly efficient hydrogen evolution [J]. *Angewandte Chemie International Edition*, 2015, 54(44): 12928–12932.
- [16] LI G Y, HONG G, DONG D P, et al. Multiresponsive graphene-aerogel-directed phase-change smart fibers [J]. *Advanced Materials*, 2018, 30(30): 1801754.
- [17] WANG X C, LI G Y, HONG G, et al. Graphene aerogel templated fabrication of phase change microspheres as thermal buffers in microelectronic devices [J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2017, 9(47): 41323–41331.
- [18] LI G Y, ZHANG X T, WANG J, et al. From anisotropic graphene aerogels to electron- and photo-driven phase change composites [J]. *Journal of Materials Chemistry A*, 2016, 4(43): 17042–17049.
- [19] SONG L T, WU Z Y, LIANG H W, et al. Macroscopic-scale synthesis of nitrogen-doped carbon nanofiber aerogels by template-directed hydrothermal carbonization of nitrogen-containing carbohydrates [J]. *Nano Energy*, 2016, 19: 117–127.
- [20] JIANG F, LIU H, LI Y J, et al. Lightweight, mesoporous, and highly absorptive all-nanofiber aerogel for efficient solar steam generation [J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2018, 10(1): 1104–1112.
- [21] HE W N, LI G Y, ZHANG S Q, et al. Polypyrrole/silver coaxial nanowire aero-sponges for temperature-independent stress sensing and stress-triggered joule heating [J]. *ACS Nano*, 2015, 9(4): 4244–4251.
- [22] LI Z, CHENG X D, HE S, et al. Characteristics of ambient-pressure-dried aerogels synthesized via different surface modification methods [J]. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 2015, 76: 138–149.

## Preparation of SiO<sub>2</sub> aerogel microspheres by a dimethyl silicone oil/silica sol co-precursor method

KONG LingHan<sup>1</sup> YU TingTing<sup>1</sup> ZHAN JianBo<sup>1</sup> ZHANG Ying<sup>1</sup> LI Geng<sup>1</sup> WANG Hao<sup>1</sup>  
WANG Xu<sup>1</sup> CHENG Liang<sup>1\*</sup> WANG FangHui<sup>2\*</sup>

(1. Technology Center, China Tobacco Yunnan Industrial Co., Ltd., Kunming 650231;

2. College of Chemistry, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

**Abstract:** Silica aerogels have attracted wide attention due to their low density, high porosity, high specific surface area and low thermal conductivity arising from their special structure, but their poor mechanical properties and the high cost of preparation have limited their practical application. Based on the previous work, a co-precursor solution was prepared using dimethyl silicone oil with reactive end groups and silica sol. Silica aerogel microspheres with different sizes were prepared by microemulsion and trickle titration methods. The effect of varying the content of methyl substituents on the properties of the silica aerogel microspheres was explored. Compared with the aerogel prepared by trickle titration method, the aerogel prepared by microemulsion method possessed broader particle size distribution range. With the same volume ratio of silica sol to silicone oil, the aerogel microspheres prepared by the two methods showed similar specific surface area, bulk density and thermal conductivity. The decreasing the content of methyl substituents resulted in a decrease in the specific surface area of the aerogel microspheres, whilst the bulk density increased, the contact angle decreased, the thermal conductivity increased, and the mechanical strength increased.

**Key words:** silica; aerogel; mechanical properties; microemulsion method; trickle titration

(责任编辑: 于少云)