



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0028818

(51)⁷ C08J 9/40; C04B 26/12; C04B 28/00; (13) B
E04B 1/74; C04B 38/00; B01J 13/00;
C04B 28/24

(21) 1-2015-04749

(22) 13/06/2014

(86) PCT/EP2014/062437 13/06/2014

(87) WO 2014/198931 18/12/2014

(30) 1355558 14/06/2013 FR

(45) 25/07/2021 400

(43) 25/05/2016 338A

(73) ASPEN AEROGELS, INC. (FR)

30 Forbes Road, Bldg B, Northborough, Massachusetts 01532, United States of America

(72) BONNARDEL, Pierre-Antoine (FR); CHAUSSON, Sophie (FR); GERARDIN, Emilie (FR).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) VẬT LIỆU COMPOSIT CHỨA GEL KHÍ VÔ CƠ VÀ XÓP MELAMIN, VÀ TẮM NHIỀU LỚP DẠNG TẦNG KỆP CHỨA VẬT LIỆU NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến vật liệu composit liền khối chứa gel khí vô cơ và xốp melamin. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu này, và tấm nhiều lớp dạng tầng kẹp chứa vật liệu này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật liệu composit cách nhiệt chứa gel khí vô cơ và xốp melamin, và quy trình sản xuất chúng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc bảo toàn năng lượng, cụ thể là trong việc cách nhiệt, là vấn đề quan trọng trong ngành công nghiệp và xây dựng công trình.

Phương pháp cách nhiệt truyền thống bao gồm sử dụng bông thủy tinh, đá, polystyren ép đùn hoặc polystyren giãn nở, thường được sử dụng kết hợp trong các hệ thống cách nhiệt công nghiệp hoặc xây dựng công trình. Đối với việc xây dựng công trình, vật liệu cách nhiệt có thể được dán với tấm thạch cao.

Hiệu quả cách nhiệt của các vật liệu cách nhiệt được xác định bởi độ dẫn nhiệt của chúng. Giá trị độ dẫn nhiệt càng thấp, vật liệu dẫn nhiệt càng kém và hiệu quả cách nhiệt càng tốt. Theo sáng chế, độ dẫn nhiệt được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 (kể từ tháng 7/2001) ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển.

Tuy nhiên, các nhà sản xuất đang tìm kiếm vật liệu cách nhiệt hiệu quả hơn nữa và có tính kinh tế hơn.

Chính trong bối cảnh này, chất cách nhiệt trên cơ sở gel khí và gel khô (xerogel) được phát triển.

Gel có cấu trúc rỗng ba chiều liên tục. Việc điều chế gel này gồm bước chuyển tiếp sol-gel, tức là chuyển tiếp từ huyền phù chứa các hạt rắn (sol) thành chất rắn dạng gelatin (gel).

Các gel được phân biệt theo bản chất của chất lưu có trong các lỗ của gel, gel khô và gel khí (không khí), hydrogel (nước), gel hữu cơ (dung môi hữu cơ), đặc biệt là gel rượu (rượu). Hydrogel, gel rượu và gel hữu cơ còn được nhóm chung vào nhóm có tên tổng quát hơn là gel lỏng (lyogel).

Thông thường, thuật ngữ gel khí thường đề cập đến gel được làm khô trong

điều kiện siêu tới hạn, tức là phần lớn dung môi là ở trạng thái lỏng siêu tới hạn ở điều kiện này; trong khi thuật ngữ gel khô chỉ gel được làm khô trong điều kiện cận tới hạn, tức là phần lớn dung môi không ở trạng thái lỏng siêu tới hạn ở điều kiện này. Cả gel khí và gel khô đang rất được chú ý không chỉ nhờ khả năng cách nhiệt và cách âm nổi trội của chúng, mà còn vì tỷ trọng thấp của chúng.

Tuy nhiên, để đơn giản hóa, thuật ngữ “gel khí” bao gồm cả gel khí và gel khô.

Gel khí thường được thu nhận ở dạng hạt, tạo ra các vấn đề trong quá trình vận chuyển và thao tác. Do đó, đã có một vài giải pháp để thu được gel khí “liền khối” (được gia cố).

Thuận lợi hơn nữa, đặc biệt là với các ứng dụng trong xây dựng công trình, thu được vật liệu cách nhiệt có độ dày, ví dụ lớn hơn 2 cm, cụ thể là khoảng 5 cm.

Các tiêu chuẩn cách nhiệt mới trong các tòa nhà (2012 French Thermal Regulations) chấp nhận việc sử dụng các tấm có nhiệt trở là $R = 3 \text{ m}^2 \text{ K/W}$.

Vấn đề khác liên quan đến việc sử dụng gel khí, và cụ thể là gel khí dạng hạt, là đặc điểm tạo bụi của chúng; tức là chúng thải ra bụi, ví dụ bụi silic đioxit trong trường hợp gel khí silic đioxit.

Loại vật liệu “liền khối” (được gia cố) đầu tiên khắc phục được một vài trong số các vấn đề nêu trên thu được bằng cách bổ sung chất gắn kết vào gel khí dạng hạt. Do đó, các hạt gel khí “được gắn” với nhau. Việc sử dụng xốp làm chất gắn kết là một cách thông thường để cải thiện đặc tính nhiệt của vật liệu được sử dụng. Điều này đã được mô tả trong US 2012/0142802, EP 1808454, EP 0340707 và DE 19533564, trong đó chất gắn kết là xốp melamin.

Quy trình điều chế loại vật liệu composit liền khối này bao gồm bước trộn các hạt gel khí trong hỗn hợp các tiền chất xốp melamin được tạo hình trước, và thực hiện phản ứng polyme hóa và tạo thành xốp. Tuy nhiên, vật liệu thu được theo phương pháp này, có hiệu quả cách nhiệt trung bình (độ dẫn nhiệt nhìn chung nằm trong khoảng từ 25 đến 40 mW/m.K). Cụ thể, US 2012/0142802 đề cập đến việc sử dụng xốp có cỡ lỗ nằm trong khoảng từ 10 đến 1000 μM , và gel khí có cỡ lỗ nhỏ hơn 50 nm và độ rỗng nằm trong khoảng từ 50% đến 99%, làm nguyên liệu ban đầu.

Tuy nhiên, mặc dù US 2012/0142802 chỉ ra rằng vật liệu composit thu được

có thể có độ dẫn nhiệt nằm trong khoảng từ 10 đến 100 mK/m.K, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 40 mK/m.K (xem [00139]), tài liệu tham khảo này cho thấy chỉ có thể tạo ra các composit có độ dẫn nhiệt lớn hơn 22 mK/m.K (xem Ví dụ 1 và 5), bất kể hàm lượng của vật liệu gel khí (62% ở ví dụ 1 và 94% ở ví dụ 5). Hơn nữa, US 2012/0142802 không chỉ rõ độ rỗng cỡ lớn của vật liệu composit thu được. EP 1808454, EP 0340707 và DE 19533564 cũng không chỉ rõ các đặc tính này. Đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Mỹ số 2012/0064287 đề cập đến vật liệu composit liên khối có nền mang, chứa copolyme melamin-formaldehyt có nhiều lỗ rỗng nhỏ, và chất nền gel khí được bố trí trong các lỗ rỗng nhỏ này (xem phần tóm tắt và đoạn [0010]). Chất nền gel khí có thể được làm từ gel khí hữu cơ như gel khí acrylamit, benzoxazin, bis-maleimit, của rượu aryllic, xenluloza, benzaldehyt được thế bằng hydroxy, hoặc gel khí vô cơ, ví dụ silic đioxit, hoặc kết hợp các chất này (xem đoạn [0011] và [0156]). Đơn US 2012/0064287 mở rộng độ dài đối với chất nền của gel khí hữu cơ, bao gồm việc xem xét một vài công thức đối với các tiền chất của gel khí hữu cơ. Tuy nhiên, tài liệu này không đưa ra chi tiết về cấu trúc của chúng, cụ thể là về độ rỗng cỡ lớn của chúng. Ngoài ra, không có ví dụ nào đề cập đến vật liệu composit chứa gel khí vô cơ.

Trong khi đó, US 2007/0259979, US 2009/0029147 và US 6,040,375 bộc lộ composit chứa xốp có ô hở, cụ thể là xốp polyuretan kết hợp với gel khí silic đioxit, có thể thu được bằng cách đúc sol silic đioxit trong tấm xốp polyuretan đã được tạo hình trước, sau đó tạo gel, và làm khô. Vật liệu thu được có độ dẫn nhiệt nằm trong khoảng từ 18 đến 22 mW/m.K. US 2009/0029147 dường như là chỉ ra rằng gel khí thu được có độ rỗng là ít nhất 95%. Các tài liệu khác dường như không mô tả đặc điểm về đường kính lỗ hoặc độ rỗng của vật liệu.

Do đó, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này không có ý sẵn sàng phát triển vật liệu composit trên cơ sở gel khí và xốp melamin, vì theo phần bộc lộ của tình trạng kỹ thuật, xốp melamin có vẻ không hiệu quả trong việc cách nhiệt, cụ thể là so với các vật liệu xốp gốc polyuretan khác. Có một trở ngại nữa là, độ dẫn nhiệt của xốp melamin, bao gồm xốp Basotect được BASF bán trên thị trường, vào khoảng 35 mW/m.K, trong khi độ dẫn nhiệt xốp polyuretan có ô hở thường nằm trong khoảng từ 20 đến 25 mW/m.K.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Bất ngờ là, các tác giả sáng chế đã tạo ra vật liệu composit cách nhiệt chứa gel khí vô cơ và xốp melamin có ô hờ có hiệu quả cách nhiệt tốt, dễ thao tác, và giảm đáng kể (thậm chí là loại bỏ) đặc điểm tạo bụi. Xốp không đóng vai trò làm chất gắn kết trong các composit này.

Không bị ràng buộc ở cách hiểu cụ thể này, dường như là các tính chất của vật liệu composit theo sáng chế, và đặc biệt là độ dẫn nhiệt thấp, có bản chất liên quan với độ rỗng cỡ lớn của vật liệu. Do đó, đặc tính nhiệt đáng chú ý của vật liệu theo sáng chế là nhờ vào việc kiểm soát độ rỗng cỡ lớn của vật liệu và/hoặc đường kính của các lỗ lớn.

Sự có mặt của các lỗ lớn ảnh hưởng đến độ dẫn nhiệt tổng bằng cách góp phần tạo ra tính dẫn bằng sự đối lưu khí khá lớn. Việc giảm thiểu tỷ lệ thể tích của các lỗ lớn với tổng thể tích có thể tạo ra đặc tính nhiệt đáng chú ý.

Quả thực, như được chỉ rõ bởi công thức Knudsen, độ dẫn nhiệt của không khí phụ thuộc vào kích thước bắt giữ đặc trưng (ví dụ cỡ lỗ), λ tăng theo định luật sau:

$\lambda_{gd} = \frac{\lambda_0}{1 + \alpha Kn}$, trong đó độ dẫn của khí tự do λ_0 (tức là không bị giam giữ) là hệ số điều tiết giữa khí và chất rắn (hệ số phản ánh chất lượng của quá trình trao đổi nhiệt giữa khí và chất rắn tiếp giáp); Kn, hệ số Knudsen, được xác định là tỷ số giữa quãng đường tự do trung bình của khí và kích thước chứa đặc trưng (ví dụ, cỡ lỗ).

Do đó, qua cỡ lỗ 10 μm , không khí không còn bị bắt giữ, ảnh hưởng xấu đến đặc tính độ dẫn nhiệt.

Mục tiêu của sáng chế là đề xuất vật liệu composit liên khối chứa gel khí vô cơ và xốp melamin có ô hờ, vật liệu này có độ dẫn nhiệt λ nằm trong khoảng từ 5 đến 20 mW/m.K, được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển, và có độ rỗng cỡ lớn nhỏ hơn 5%, tốt hơn là nhỏ hơn 2%.

Mục tiêu khác của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất vật liệu composit liên khối chứa gel khí vô cơ và xốp melamin có ô hờ theo sáng chế,

phương pháp này bao gồm các bước nối tiếp sau: a) đúc sol vô cơ trong thiết bị phản ứng trong đó đã đặt trước xốp melamin có ô hở đã được tạo hình trước, b) tạo gel cho sol thành gel lỏng, c) làm khô gel lỏng này.

Vì mục đích của sáng chế, các hydrogel, gel rượu và gel hữu cơ còn được nhóm vào nhóm có thuật ngữ tổng quát hơn là gel lỏng.

Mục tiêu khác của sáng chế đề xuất vật liệu composit liên khối chứa gel khí vô cơ và xốp melamin, vật liệu này có độ dẫn nhiệt λ nằm trong khoảng từ 5 đến 20 mW/m.K, được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển, và có thể thu được bằng phương pháp theo sáng chế.

Mục tiêu khác của sáng chế đề xuất tấm nhiều lớp bao gồm ít nhất một lớp chỉ gồm chủ yếu là vật liệu composit theo sáng chế.

Mục tiêu khác của sáng chế đề xuất việc sử dụng vật liệu composit liên khối chứa gel khí vô cơ và xốp melamin có ô hở, hoặc tấm nhiều lớp theo sáng chế, làm vật liệu cách nhiệt hoặc cách âm.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là hình thể hiện sự phân bố thể tích lỗ lớn được xác định bằng phương pháp chụp X quang cắt lớp 3 chiều (3D) trên vật liệu composit thu được trong Ví dụ 1. Trục x biểu diễn thể tích tính bằng mm³ (trên thang từ 0 đến 0,01 mm³) và trục y biểu diễn số lượng lỗ lớn (trên thang từ 0 đến 250). Thể tích lỗ trung bình (V_m) với phần lớn vật liệu là nằm trong khoảng từ 1.10^{-4} mm³ đến 5.10^{-3} mm³.

Fig. 2 là sơ đồ thể hiện thiết bị uốn cong ba điểm để xác định môđun uốn của vật liệu. Tấm được đặt lên hai giá đỡ (được biểu diễn bằng các hình tam giác) được định vị ở vị trí cách mép 7,5 cm, và cách nhau 10 cm, và tác dụng lực hướng xuống theo chiều thẳng đứng bằng cách đặt các vật nặng khác nhau (được biểu diễn bằng quả cầu trên hình vẽ) tại tâm của vật liệu. Khoảng cách từ tâm biến dạng của vật liệu được xác định.

Fig. 3 là hình thể hiện đường cong biểu diễn lực (đo bằng Newton (N), trục y) dưới dạng hàm uốn (được đo bằng mm, trục x). Đường cong này biểu thị kết quả thử nghiệm từ Ví dụ 3. Sử dụng phép hồi quy tuyến tính để xác định độ dốc ở 0,0385

N/mm, và chặn ở 0.

Fig. 4 là hình biểu thị các kết quả thử nghiệm từ Ví dụ 4. Đường cong thu được biểu thị ứng suất thông thường (được biểu diễn theo MPa) dưới dạng hàm biến dạng tương đối, $\varepsilon = (e - e_0)/e_0$, trong đó e_0 là độ dày mẫu trước khi làm thử nghiệm, và ε không có đơn vị.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "gel khí" bao gồm cả gel khí và gel khô.

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "vật liệu composit" được hiểu là vật liệu chứa ít nhất hai hợp chất không trộn lẫn được có liên quan mật thiết. Vật liệu composit có các tính chất, bao gồm các tính chất vật lý (ví dụ độ dẫn nhiệt, độ cứng, v.v.) mà không nhất thiết phải có khi sử dụng riêng lẻ từng vật liệu này.

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "liền khối" được hiểu là vật liệu hoặc gel khí ở dạng rắn và ở dạng miếng khối đơn, cụ thể là ở dạng tấm. Vật liệu gel khí liền khối có thể mềm dẻo hoặc cứng.

Thuật ngữ "cứng" có nghĩa là vật liệu không thể bị biến dạng nhiều mà không tạo thành vết nứt hoặc vỡ trong vật liệu liền khối. Cụ thể, điều này có nghĩa là vật liệu liền khối không thể cuộn lại được. Thuật ngữ "mềm dẻo" nghĩa là vật liệu có thể biến dạng được, cụ thể là cuộn được. Thuật ngữ "tự mang" cũng có thể được sử dụng để định tính vật liệu liền khối trong đó độ ổn định của sản phẩm không phải do nền mang từ bên ngoài. Vật liệu liền khối tự đỡ có thể mềm dẻo, cũng có thể cứng.

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "xốp" được hiểu là chất, bao gồm polyme, giữ các bọt khí ở bên trong nó. Xốp có thể là "xốp ô kín", tức là phần lớn các túi khí được bao quanh hoàn toàn bởi vật liệu rắn, ngược với "xốp ô hở", trong đó phần lớn các túi khí mở thông với nhau. Ví dụ, xốp được bán trên thị trường dưới tên Basotect® là xốp ô hở.

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "xốp melamin" là xốp chứa polyme có monome là melamin. Ví dụ về xốp melamin là xốp melamin-formaldehyt thu được từ phản ứng polyme hóa giữa melamin và formaldehyt.

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "lỗ lớn" được hiểu là lỗ có

đường kính lớn hơn 10 μm .

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "tổng số lỗ lớn" là tổng số các lỗ có đường kính lớn hơn 10 μm .

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "độ rỗng cỡ lớn" của vật liệu rỗng là tỷ lệ thể tích bị chiếm chỗ bởi các lỗ lớn với thể tích bị chiếm chỗ bởi toàn bộ vật liệu. Độ rỗng cỡ lớn được biểu diễn theo phần trăm (%) và được đo bằng phương pháp chụp X quang cắt lớp ba chiều (3D). Tốt hơn là, các thu nhận từ phương pháp chụp X quang cắt lớp được tạo ra sử dụng mô-đen máy DeskTom có bộ phát điện 130 kV. Khoảng cách từ nguồn đến mẫu vào khoảng 12 cm. Phần mềm được sử dụng để thu nhận và thiết lập lại các dữ liệu là chương trình X-Act được phát triển bởi RX Solutions. Để xử lý sau đó (quan sát và phân tích độ rỗng), phần mềm VG Studio Max phiên bản 2.2 được sử dụng. Các cài đặt được thiết lập theo kiến thức chung của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ "đường kính" có thể mô tả các lỗ của vật liệu rỗng, với đường kính được xác định bằng phương pháp ngoại suy thống kê sự phân bố thể tích lỗ lớn của vật liệu rỗng, ví dụ như được xác định bằng phương pháp chụp X quang cắt lớp ba chiều (3D). Các lỗ được cho là có dạng hình cầu. Mỗi quan hệ giữa đường kính các lỗ lớn và thể tích vật liệu được biểu diễn bằng phương trình sau: $V = (\pi \times D^3)/6$, trong đó V là thể tích và D là đường kính của hình cầu. Một ví dụ về phương pháp xác định đường kính lỗ cho vật liệu theo sáng chế được thể hiện trong Ví dụ 1.

Vật liệu composit

Sáng chế đề cập đến vật liệu composit liên khối chứa hoặc chứa chủ yếu là gel khí vô cơ được gia cố bằng xốp melamin có ô hờ đã được tạo hình trước, vật liệu này có độ dẫn nhiệt λ nằm trong khoảng từ 5 đến 20 mW/m.K, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 20 mW/m.K, có lợi nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 15 mW/m.K, được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển, và có độ rỗng cỡ lớn nhỏ hơn 5%, tốt hơn là nhỏ hơn 2%.

Theo sáng chế, thuật ngữ "chứa chủ yếu là" nghĩa là vật liệu có thể chứa các

thành phần khác các thành phần đã nêu, nhưng với lượng đủ nhỏ để chúng không làm thay đổi các đặc tính cơ bản của vật liệu. Do đó, vật liệu có thể chứa tạp chất, bao gồm các tạp chất vi lượng.

Vật liệu composit liên khối theo sáng chế là lớp đơn. Vật liệu còn được thấy là có tính đồng nhất, đặc biệt là về cấu trúc, độ dẫn nhiệt, độ rỗng cỡ lớn và độ mềm dẻo.

Xốp melamin cải thiện tính chất cơ học nhất định của gel khí, trong khi vẫn duy trì độ dẫn nhiệt thấp hơn 20 mW/m.K được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển. Ví dụ, ứng suất tối đa ở pha đàn hồi của composit lớn hơn nhiều so với ứng suất của gel khí không được gia cố tương ứng. Các trị số cụ thể lần lượt là 3,5 MPa (đối với vật liệu composit) và 1.10^{-4} MPa (đối với gel khí không được gia cố tương ứng).

Theo sáng chế, thuật ngữ "xốp được tạo hình trước" nghĩa là xốp melamin có ô hở không còn phải đi qua các phản ứng hóa học làm thay đổi cấu trúc của polyme melamin, bao gồm phản ứng polyme hóa hóa học hoặc liên kết ngang. Hơn nữa, độ rỗng cỡ lớn của xốp không bị thay đổi bởi phản ứng vật lý. Sự thay đổi duy nhất xốp phải chịu là sự tạo thành gel trong ô hở của nó. Hình dạng của vật liệu composit thu được về cơ bản là giống với hình dạng của xốp được tạo hình trước.

Có lợi nếu độ dẫn nhiệt được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và ở áp suất khí quyển nằm trong khoảng từ 5 đến 20 mW/m.K, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 8 đến 15 mW/m.K.

Được thấy về mặt thử nghiệm rằng vật liệu theo sáng chế có các lỗ có đường kính nằm trong khoảng từ 50 đến 250 μm .

Tốt hơn là, lỗ lớn có đường kính nằm trong khoảng từ 50 đến 250 micron chiếm nhiều hơn 80% (theo số lượng) tổng số các lỗ lớn (các lỗ có đường kính lớn hơn hoặc bằng 10 μm) của vật liệu theo sáng chế.

Tốt hơn là, xốp melamin ô hở là melamin-formaldehyt. Một ví dụ về xốp melamin-formaldehyt là xốp Basotect được BASF bán trên thị trường. Theo phương án cụ thể, xốp melamin-formaldehyt có độ dày nằm trong khoảng từ 2 đến 50 mm, độ rỗng nằm trong khoảng từ 95% đến 99,5%, tỷ trọng nằm trong khoảng từ 8,5 đến

11,5 kg/m³ và độ dẫn nhiệt nằm trong khoảng từ 35 đến 40 mW/m.K được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển.

Xốp melamin cung cấp cấu trúc gel khí để cải thiện tính chất bền cơ học và tính kháng, trong khi vẫn giữ được hiệu quả cách nhiệt của nó.

Có lợi nếu vật liệu composit theo sáng chế có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 70 kg/m³ đến 150 kg/m³, tốt hơn là trong khoảng từ 100 đến 120 kg/m³.

Tốt hơn là, vật liệu composit theo sáng chế chứa khoảng từ 85% đến 98% khối lượng là gel khí tính theo khối lượng của vật liệu composit, tốt hơn là trong khoảng từ 90% đến 95%, khoảng từ 92% đến 98%, hoặc khoảng từ 92 đến 95% khối lượng là gel khí tính theo tổng khối lượng của composit.

Có lợi nếu gel khí vô cơ được chọn từ gel khí silic đioxit, titan oxit, mangan oxit, canxi oxit, canxi cacbonat, ziricon oxit, hoặc hỗn hợp của chúng, tốt hơn là từ gel khí silic đioxit.

Theo một phương án có lợi, vật liệu composit theo sáng chế có độ dày nằm trong khoảng từ 2 đến 50 mm, tốt hơn là trong khoảng từ 5 đến 30 mm, ví dụ nằm trong khoảng từ 10 đến 20 mm. Được thấy là độ dày của vật liệu composit liên khối có tương quan với độ dày của xốp melamin được sử dụng. Do đó, tốt hơn là xốp melamin có độ dày nằm trong khoảng từ 2 đến 50 mm, tốt hơn là trong khoảng từ 5 đến 30 mm, ví dụ trong khoảng từ 10 đến 20 mm.

Gel khí có thể còn bao gồm chất phụ gia. Có lợi nếu chất phụ gia được nhằm để cải thiện tính chất cơ học, lực cố kết, hoặc độ dẫn nhiệt của vật liệu composit liên khối theo sáng chế. Tốt hơn là, chất phụ gia chứa chất làm đục. Do đó, có lợi nếu vật liệu theo sáng chế còn chứa chất làm đục. Việc sử dụng chất làm đục làm cho có thể giảm trị số độ dẫn nhiệt bằng cách giảm thành phần phát xạ của nó. Thông thường, chất làm đục được chọn từ SiC, TiO₂, muội than, graphit, ZrO₂, ZnO, SnO₂, MnO, NiO, TiC, WC, ZrSiO₄, Fe₂O₃, Fe₃O₄, FeTiO₃. Cụ thể, chất làm đục được chọn từ nhóm gồm SiC và TiO₂.

Theo phương án được ưu tiên, vật liệu composit theo sáng chế không bao gồm chất gắn kết. Ví dụ về chất gắn kết vô cơ bao gồm xi-măng, vữa, thạch cao, vôi; và

ví dụ về chất gắn kết hữu cơ bao gồm các polyolefin dẻo nhiệt như sáp, styren polyme, polyamit. Thuật ngữ “chất gắn kết” cũng bao gồm chất dính, như ví dụ nhựa epoxy và xyanoacrylat.

Theo phương án được ưu tiên, vật liệu composit theo sáng chế không chứa vật liệu gia cố dạng sợi. Vì mục đích của sáng chế, "vật liệu gia cố dạng sợi" bao gồm các sợi hoặc mạng sợi không dệt, hoặc hỗn hợp của chúng. Các loại sợi khác nhau được làm cho phù hợp để sản xuất vật cách nhiệt là đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ bao gồm sợi thủy tinh, sợi khoáng, sợi polyeste, sợi aramit, sợi nilông và sợi thực vật, hoặc hỗn hợp của chúng, như được mô tả trong Patent Mỹ số 6,887,563.

Có lợi nếu vật liệu composit theo sáng chế là kỵ nước, thấm hơi, và ổn định ở nhiệt độ tối đa là 250°C. Nó cắt được dễ dàng và có độ bụi tối thiểu so với các vật liệu composit khác có gốc là gel khí silic đioxit. Ngoài ra, các composit theo sáng chế là nhẹ và mềm dẻo. Chúng còn thể hiện tính chất cách âm tốt. Vật liệu theo sáng chế có tính chất chống lửa tốt, tốt hơn nếu chúng được phân loại ít nhất là B1 theo tiêu chuẩn DIN 4102-1 của Đức, M1 theo tiêu chuẩn NF P-92507 của Pháp hoặc V0 theo tiêu chuẩn UL94 của Mỹ. Năng lượng đốt cháy hoặc tổng giá trị nhiệt lượng của vật liệu composit theo sáng chế được xác định theo tiêu chuẩn NF EN ISO 1716 tốt hơn là thấp hơn hầu hết các vật liệu cách nhiệt như polyuretan.

Vật liệu theo sáng chế có thể thu được bằng các quy trình bao gồm các bước nối tiếp như sau: a) đổ sol vô cơ vào trong thiết bị phản ứng trong đó đã đặt trước xốp melamin ô hơ được tạo hình trước, sol này tốt hơn là chứa nhiều hơn 5% khối lượng, tốt hơn nữa là khoảng từ 6 đến 15% khối lượng là chất vô cơ tính theo tổng khối lượng của sol, b) tạo gel cho sol thành gel lỏng, c) làm khô gel lỏng trong điều kiện cận tới hạn.

Phương pháp để thu được vật liệu theo sáng chế được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Theo sáng chế, lượng dung môi còn lại theo khối lượng của vật liệu composit liền khối được tính theo tiêu chuẩn EN/ISO 3251. Protocol được sử dụng gồm bước lấy 1g gel khí theo sáng chế, cân lên, và sau đó làm khô trong 3 giờ trong lò ở 105°C, sau đó cân gel khí đã làm khô.

Vật liệu composit theo sáng chế thường có lượng dung môi còn lại theo khối lượng vật liệu composit ít hơn hoặc bằng 3%, tốt hơn là ít hơn 1% theo tiêu chuẩn EN/ISO 3251.

Tấm nhiều lớp

Sáng chế còn đề cập đến các tấm nhiều lớp, cụ thể là ở dạng các tấm ép nhiều lớp hoặc tấm nhiều lớp dạng kẹp bao gồm ít nhất một lớp chứa chủ yếu là vật liệu composit liên khối theo sáng chế, tùy ý kết hợp với các lớp vật liệu khác.

Trong tấm nhiều lớp theo sáng chế, mỗi lớp được làm từ vật liệu liên khối hoặc tấm được kết dính với một hoặc nhiều lớp khác. Ví dụ, một hoặc nhiều tấm vữa (tùy ý loại BAI13) có thể được gắn kết với một hoặc với mỗi bên của vật liệu composit liên khối theo sáng chế để tạo thành lớp lát tường. Cũng được bao gồm là tấm composit nhiều lớp chứa hỗn hợp của một hoặc nhiều vật liệu composit theo sáng chế và vật liệu composit như được mô tả, ví dụ trong đơn quốc tế số công bố WO 2013/053951.

Vật liệu composit theo sáng chế cung cấp tấm nhiều lớp có các đặc tính được cải thiện phù hợp với các ứng dụng cụ thể. Ví dụ, vật liệu composit liên khối theo sáng chế được ép lớp thành các tấm cách nhiệt cứng theo đơn WO 2013/053951 cung cấp tính đàn hồi nén hoặc cản âm thanh tốt hơn vật liệu riêng rẽ. Lớp được làm từ vật liệu composit liên khối theo sáng chế cũng có thể tác dụng làm tường lửa hoặc chất làm chậm cháy hoặc lớp cách nhiệt nhiệt độ cao so với vật liệu mà nó kết hợp.

Việc ép lớp composit của vật liệu có khả năng định hình nhiệt giữa hai lớp của tấm nhiều lớp có thể làm cho lớp có khả năng tự định hình nhiệt.

Quy trình thu nhận

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu composit liên khối chứa hoặc chứa chủ yếu là gel khí vô cơ được gia cố bởi xốp melamin ô hơ đã được tạo hình trước có độ dẫn nhiệt λ nằm trong khoảng từ 5 đến 20 mW/m.K được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển, và có độ rỗng cỡ lớn là nhỏ hơn 5%, tốt hơn là nhỏ hơn 2%, bao gồm các bước nối tiếp như sau: a) đúc sol vô cơ trong thiết bị phản ứng trong đó đã đặt trước xốp melamin ô hơ được tạo hình trước, sol này tốt hơn là chứa nhiều hơn

5% khối lượng, tốt hơn nữa là khoảng từ 6 đến 15% khối lượng là chất vô cơ theo tổng khối lượng của sol, b) tạo gel cho sol thành gel lỏng, c) làm khô gel lỏng.

Tốt hơn là, việc làm khô ở bước c) được tiến hành sao cho gel khí thu được có lượng dung môi còn lại theo khối lượng của vật liệu composit ít hơn hoặc bằng 3%, tốt hơn là 1%, theo tiêu chuẩn EN/ISO 3251. Có lợi nếu, bước làm khô c) xảy ra trong điều kiện cận tới hạn.

Có lợi nếu, chất gắn kết, cụ thể là như được nêu ở trên, không được sử dụng hoặc được bổ sung trong bước bất kỳ của quy trình theo sáng chế. Ngoài ra, tốt hơn là không sử dụng vật liệu gia cố dạng sợi, như được nêu ở trên, trong quy trình theo sáng chế.

Tốt hơn là, sol được sử dụng trong bước a) được chọn từ nhóm gồm sol silic đioxit, titan oxit, mangan oxit, canxi oxit, canxi cacbonat, ziricon oxit hoặc hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là, sol là silic đioxit sol. Do đó, bước a) tốt hơn là gồm việc đúc sol silic đioxit trong thiết bị phản ứng trong đó đã đặt trước xốp melamin ô hờ được tạo hình trước, sol này tốt hơn là chứa nhiều hơn 5% khối lượng, tốt hơn nữa là khoảng từ 6 đến 15% khối lượng là silic đioxit tính theo tổng khối lượng của sol. Tốt hơn nữa là, sol silic đioxit chứa khoảng từ 6 đến 10% khối lượng là silic đioxit tính theo tổng khối lượng của sol.

Có thể bổ sung chất phụ gia vào sol trong bước a), tốt hơn là chất phụ gia chứa chất làm đục. Chất phụ gia và chất làm đục là như được nêu ở trên.

Sol được sử dụng trong bước a) được thu nhận, ví dụ bằng việc phân tích axit hoặc bazơ của tiền chất silic đioxit khi có mặt chất xúc tác. Quá trình biến đổi từ sol silic đioxit thành gel lỏng (bước tạo gel b) tốt hơn là được tiến hành trong điều kiện có mặt chất xúc tác tạo gel, như amoniac. Có lợi nếu chất xúc tác này được sử dụng ở nồng độ nằm trong khoảng từ 1 đến 3%, tốt hơn là khoảng từ 2 đến 2,5% khối lượng tính theo tổng khối lượng của sol ban đầu, tức là bao gồm dung môi, tiền chất silic đioxit và tùy ý chất phụ gia.

Gel lỏng thu được trong bước b) tốt hơn là chứa từ 70 đến 90% khối lượng là dung môi, tốt hơn là từ 75% đến 85% khối lượng là dung môi, tính theo khối lượng ban đầu của sol. Tốt hơn nữa là, gel lỏng thu được trong bước b) tốt hơn là chứa từ

85 đến 94% khối lượng là dung môi, tốt hơn là từ 90% đến 94% khối lượng là dung môi, tính theo khối lượng ban đầu của sol.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ điều chỉnh các điều kiện phản ứng của bước tạo gel b), và đặc biệt là thời gian tạo gel, để thu được xốp được tạo hình trước được thấm đều silic đioxit gel, đảm bảo tạo ra độ rỗng cỡ lớn là ít hơn 5% để thu được độ dẫn nhiệt λ nằm trong khoảng từ 5 đến 20 mW/m.K được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển.

Các phương án cụ thể: bước b)

Theo một phương án, gel lỏng là gel rượu. Trong trường hợp này, tốt hơn nếu dung môi là etanol. Theo phương án này, tốt hơn nếu sau bước b) là bước b2) già hóa gel rượu, sau đó là bước b3) xử lý kỵ nước gel rượu, nhờ đó thu được gel rượu kỵ nước. Bước b2) bao gồm việc, ví dụ cho gel rượu thu được ở bước b1) tiếp xúc với chất kỵ nước trong môi trường axit có pH nằm trong khoảng từ 1 đến 3. Có lợi nếu chất kỵ nước được sử dụng được chọn từ nhóm gồm các siloxan hữu cơ, các closilan hữu cơ hoặc các alkoxysilan hữu cơ, có lợi hơn nếu chất kỵ nước được sử dụng được chọn từ nhóm gồm hexametyl-disiloxan (HMDSO), trimetyl-closilan và trimetyl-etoxysilan, có lợi hơn nữa nếu là hexametyl-disiloxan (HMDSO). Ngoài ra, theo phương án này, sol silic đioxit theo sáng chế tốt hơn là thu được bằng quá trình thủy phân có kiểm soát tetraetoxysilan trong etanol. Có lợi nếu etanol được tạo ra trong quá trình thủy phân được tuần hoàn và tái sử dụng làm dung môi trong bước tương tự sau đó. Tốt hơn là, bước b3) gồm việc cho gel rượu thu được trong bước c) tiếp xúc với chất kỵ nước trong môi trường axit có pH nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Có lợi nếu gel rượu được axit hóa trong bước b3) bằng cách bổ sung axit vô cơ hoặc axit hữu cơ. Tốt hơn là, axit vô cơ là axit clohydric và axit hữu cơ là axit trifloaxetic. Thậm chí có lợi hơn nếu axit là axit trifloaxetic hoặc axit clohydric, và chất kỵ nước là hexametyldisiloxan (HMDSO). Có lợi nếu bước b3) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 150°C. Còn tốt hơn nữa là, bước b3) được thực hiện ở nhiệt độ làm sôi rượu (dung môi của gel rượu). Trong trường hợp dung môi là etanol, bước b3) được tiến hành trong điều kiện hồi lưu etanol.

Theo phương án khác, gel lỏng thu được ở cuối bước a) là hydrogel. Trong

trường hợp này, tốt hơn nếu sau bước b) là bước b2) trao đổi dung môi (nước) với dung môi hữu cơ như axeton, hexan hoặc heptan dẫn đến việc tạo thành gel lỏng, bước này tùy ý được thực hiện sau bước già hóa hydrogel, và sau đó là bước b3) xử lý kỵ nước gel lỏng, nhờ đó thu được gel lỏng kỵ nước. Trong trường hợp gel lỏng là hydrogel, các điều kiện thực hiện bước b3) xử lý kỵ nước gel lỏng là tương tự với các điều kiện được nêu ở trên (cụ thể là nhiệt độ, chất phản ứng, v.v...) gần với dung môi.

Theo các phương án trước đó, bước già hóa giúp cải thiện tính chất cơ học của gel lỏng do các tác dụng đồng vận (tách chất lỏng và gel). Bước già hóa tốt hơn là có thời gian ít hơn 24 giờ. Các điều kiện như nhiệt độ và thời gian già hóa có thể được đặt theo tiêu chuẩn đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này như, ví dụ, chế phẩm gel. Có lợi nếu, bước già hóa được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 80°C, còn tốt hơn nữa là ở nhiệt độ trong khoảng từ 45°C đến 60°C. Có lợi nếu, bước già hóa có thời gian ít hơn 20 giờ.

Theo các phương án trước đó, việc xử lý kỵ nước trong bước b3) của quy trình cho phép giảm sự hút nước của vật liệu composit. Vật liệu composit theo sáng chế tốt hơn là có tỷ lệ hút nước ở nhiệt độ trong phòng và độ ẩm tương đối 75% là thấp hơn 5%, tốt hơn nữa là thấp hơn 3% và tốt hơn là tỷ lệ thu hồi nước ở nhiệt độ trong phòng và 95% là thấp hơn 10%, còn tốt hơn nữa là thấp hơn 5%.

Các phương án cụ thể: bước c)

Theo một phương án, bước c) được chia thành bước c1) làm khô sơ bộ trong điều kiện cận tới hạn ở nhiệt độ dưới 80°C, và bước c2) làm khô trong điều kiện cận tới hạn, bước làm khô c2) này là làm khô điện môi hoặc làm khô đối lưu, ở nhiệt độ trên 100°C khi bước làm khô c2) là làm khô đối lưu.

Theo một phương án, bước c2) là làm khô đối lưu, được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 180°C, tốt hơn là khoảng từ 140°C đến 160°C, còn tốt hơn nữa là bằng khoảng 150°C. Làm khô đối lưu có thể được thực hiện theo cách tự nhiên, nhưng tốt hơn là được tiến hành theo cách thức đối lưu cưỡng bức.

Theo phương án khác, bước c2) là bước làm khô điện môi bằng vi sóng.

Tốt hơn là, bước làm khô sơ bộ c1) được tiếp tục cho đến khi tạo thành gel

lỏng ngưng tụ, có lượng rượu mất đi nằm trong khoảng từ 10 đến 80% khối lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 20% đến 60% khối lượng, còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 40% đến 50% khối lượng tính theo khối lượng của vật liệu ban đầu.

Có lợi nếu nhiệt độ làm khô sơ bộ trong bước c1) nằm trong khoảng từ 40°C đến 80°C, còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 60°C đến 80°C, còn tốt hơn nữa là bằng khoảng 80°C.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, bước c1) được thực hiện bằng cách tuần hoàn dòng khí nóng trong thiết bị phản ứng. Dòng khí thường là dòng khí trơ như nitơ, không khí hoặc khí hiếm. Có lợi nếu, dòng khí nóng này đi theo chiều thẳng đứng, còn tốt hơn nữa là từ đỉnh xuống đáy.

Theo phương án khác, việc làm khô sơ bộ trong bước c1) được thực hiện trong điều kiện áp suất giảm. Phương án này là có lợi vì nó cho phép làm ngắn thời gian làm khô sơ bộ ở cùng nhiệt độ.

Có lợi nếu, bước c2) được thực hiện bằng cách làm khô đối lưu bằng cách tuần hoàn dòng khí nóng vào thiết bị làm khô. Ở quy mô phòng thử nghiệm, việc làm khô đối lưu tốt hơn là được tiến hành trong lò ở nhiệt độ 150°C.

Theo phương án khác, bước c2) được tiến hành bằng cách làm khô điện môi bằng vi sóng. Tốt hơn là, công suất được cung cấp trong bước làm khô bằng vi sóng nằm trong khoảng từ 0,3 kW đến 3 kW với mỗi kg gel lỏng ngưng tụ ban đầu, tốt hơn là trong khoảng từ 0,5 kW đến 2 kW với mỗi kg gel lỏng ngưng tụ, còn tốt hơn là bằng khoảng 1 kW với mỗi kg gel lỏng ngưng tụ. Công suất này được điều chỉnh trong quá trình làm khô sao cho nhiệt độ bề mặt vật liệu nằm trong khoảng từ 40°C đến 400°C, tốt hơn là trong khoảng từ 40°C đến 200°C, còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 50°C đến 150°C.

Khối lượng dung môi mất đi trong bước c) hoặc c1) được xác định khác nhau tùy vào quy mô của quy trình. Ở quy mô phòng thử nghiệm, lượng này được xác định bằng cách cân gel lỏng thu được sau bước b) trước và sau khi làm khô trong điều kiện của bước c) hoặc c1). Ở quy mô công nghiệp, dung môi được làm bay hơi trong bước làm khô c) hoặc c1) được ngưng tụ trong thiết bị phản ứng khác, và sau đó cân lên.

Phương án cụ thể: bản chất của thiết bị phản ứng

Có lợi nếu, ít nhất các bước a), b) và c1) được thực hiện trong ít nhất một thiết bị phản ứng, với khoảng cách đặc trưng giữa hai thành bên trong của thiết bị phản ứng nằm trong khoảng từ 2 mm đến 50 mm, tốt hơn là trong khoảng từ 5 đến 30 mm. Đặc điểm này của thiết bị phản ứng giúp cải thiện sự khuếch tán các chất phản ứng đến lõi của vật liệu composit sao cho chế phẩm vật liệu composit là đồng nhất.

Theo sáng chế, thuật ngữ "thành trong của thiết bị phản ứng" nghĩa là thành tiếp xúc trực tiếp với chất phản ứng. Ví dụ, trong trường hợp thiết bị phản ứng có vỏ bọc, nó là thành của vỏ bên trong tiếp xúc trực tiếp với chất phản ứng. Theo sáng chế, thuật ngữ "khoảng cách đặc trưng giữa hai thành trong" nghĩa là khoảng cách tối đa giữa hai thành trong song song, hoặc giữa đường tiếp tuyến bề mặt với một trong số các thành đã nói và thành song song với thành còn lại, hoặc giữa hai tiếp tuyến bề mặt với thành. Ví dụ, trong trường hợp thiết bị phản ứng hình trụ, khoảng cách đặc trưng giữa hai thành trong của thiết bị phản ứng là đường kính trong và chiều cao bên trong của thiết bị phản ứng. Trong trường hợp thiết bị phản ứng có hình lập phương, khoảng cách đặc trưng giữa hai thành trong của thiết bị phản ứng là cạnh trong của hình lập phương. Trong trường hợp thiết bị phản ứng hình chữ nhật, khoảng cách đặc trưng giữa hai thành trong của thiết bị phản ứng là chiều cao bên trong, chiều dài bên trong và chiều rộng bên trong. Tốt hơn là, khoảng cách đặc trưng giữa hai thành trong được chọn từ chiều cao, chiều rộng, chiều dài, độ dày và đường kính trong.

Do hình dạng cụ thể của thiết bị phản ứng, khoảng cách từ điểm bất kỳ trong thiết bị phản ứng đến thành trong của thiết bị phản ứng là sao cho sự khuếch tán của chất phản ứng vào gel lỏng là tối ưu. Ngoài ra, thiết bị phản ứng như vậy cũng cho phép có được điều kiện được tối ưu hóa trong bước làm khô sơ bộ gel lỏng ở bước c1), nếu được tiến hành trong thiết bị phản ứng này.

Do đó, bước a), b) và c1) có lợi nếu được tiến hành trong thiết bị phản ứng thứ nhất, sau đó gel lỏng ngưng tụ được loại bỏ và được chuyển đến thiết bị phản ứng làm khô đối lưu hoặc làm khô điện môi cho bước c2).

Theo sáng chế, thuật ngữ "làm khô" nghĩa là thiết bị phản ứng để thực hiện

bước làm khô.

Các ứng dụng

Sáng chế còn đề cập đến việc sử dụng vật liệu composit hoặc tấm nhiều lớp theo sáng chế, làm vật cách nhiệt, cụ thể cho các ứng dụng trong xây dựng công trình hoặc trong việc cách nhiệt các hệ thống hoặc phương pháp công nghiệp.

Do đó, vật liệu composit hoặc tấm nhiều lớp theo sáng chế là có lợi nếu được sử dụng để sản xuất các vật liệu xây dựng, bao gồm các thành và các phần và cả sàn hoặc trần hoặc để cách nhiệt ống công nghiệp.

Vật liệu composit nhiều lớp và tấm theo sáng chế cũng có thể được sử dụng làm vật cách âm.

Các ví dụ dưới đây được nhằm để minh họa thêm sáng chế mà không nhằm mục đích giới hạn sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Điều chế tấm composit có độ dày 10 mm theo sáng chế

1) Điều chế composit gel rượu silic đioxit

Sol silic đioxit, thu được bằng cách thủy phân alkoxysilan trong điều kiện có mặt axit clohydric và sau đó bổ sung amoniac, được rót vào khoang kín có kích thước 300x300x70 trước khi tạo gel trên tấm xốp melamin 250x290x10 mm³ (xốp Basotect được BASF bán trên thị trường). Sau khi tạo gel, gel rượu đã được gia cố được già hóa trong 24 giờ ở nhiệt độ 50°C trong etanol. Sau đó, axit clohydric và hexametyldisiloxan (chất kỵ nước) được đưa vào khoang để phủ hoàn toàn composit gel rượu. Môi trường phản ứng được gia nhiệt và được duy trì ở 50°C trong 48 giờ. Hỗn hợp phản ứng được tách khỏi composit gel rượu silic đioxit kỵ nước bằng cách lọc.

2) Sản xuất vật liệu composit chứa xốp melamin và gel khí silic đioxit kỵ nước

Gel rượu ngưng tụ được gia cố bằng tấm xốp melamin được làm khô trong lò thông hơi ở 160°C trong 2 giờ. Tấm gel khí thu được dày 10 mm và có độ dẫn nhiệt là 12,6 mW/ m.K, được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển.

3) Đo đường kính lỗ và độ rỗng cỡ lớn

Vật liệu composit thu được sau khi làm khô sau đó được phân tích bằng phương pháp chụp X quang cắt lớp 3D. Các thu nhận được tạo ra bằng môđen máy DeskTom được trang bị bộ phát điện 130 kV. Kết quả thu được trên mẫu là 24,5 μm , với khoảng cách nguồn/mẫu là khoảng 12cm. Phần mềm được sử dụng để thu nhận và thiết lập lại các dữ liệu là phần mềm được phát triển bởi RX Solutions: X-Act. Để xử lý sau đó (quan sát và phân tích độ rỗng), phần mềm VG Studio Max phiên bản 2.2 được sử dụng. Phân tích cho thấy thể tích lỗ (V_m) đối với phần lớn vật liệu nằm trong khoảng từ 1.10^{-4} mm^3 đến 5.10^{-3} mm^3 (xem Fig. 1).

Cho rằng hình dạng lỗ có thể được ví như hình cầu hoàn chỉnh, công thức toán

học sau đây:
$$d_{\text{moyen}} = \sqrt[3]{\left(\frac{6 \times V_{\text{moyen}}}{\pi}\right)}$$
 được áp dụng. Do đó, đường kính của vật liệu được tính nằm trong khoảng từ 57 đến 212 μm .

Độ rỗng cỡ lớn của mẫu được tính là nguyên tỷ lệ giữa các thể tích lỗ được xác định theo thể tích mẫu. Theo phương pháp tính toán này, vật liệu composit có độ rỗng cỡ lớn là 1,44%.

Ví dụ 2: Điều chế tấm composit có độ dày 30mm theo sáng chế

1) Điều chế composit của silic đioxit gel rượu

Sol silic đioxit thu được bằng cách thủy phân alkoxysilan trong điều kiện có mặt axit clohydric và sau đó bổ sung amoniac, được rót vào khoang kín có kích thước $300 \times 300 \times 70 \text{ mm}^3$ trước khi tạo gel lên tấm xốp melamin $250 \times 290 \times 30 \text{ mm}^3$. Dung môi được sử dụng là etanol. Sau khi tạo gel, gel rượu đã được gia cố được già hóa trong 24 giờ trong điều kiện hồi lưu etanol. Sau đó, axit clohydric và hexametyldisiloxan (chất kỵ nước) được đưa vào khoang để phủ hoàn toàn composit gel rượu. Môi trường phản ứng được gia nhiệt và được duy trì ở điều kiện hồi lưu trong etanol trong 48 giờ. Hỗn hợp phản ứng được tách khỏi gel rượu silic đioxit kỵ nước bằng cách lọc.

2) Thu nhận tấm xốp melamin và composit gel khí silic đioxit kỵ nước

Gel rượu silic đioxit kỵ nước đã gia cố được đặt trong máy sấy vi sóng và

được sấy trong 50 phút ở 50°C.

Tấm gel khí thu được dày 30 mm và có độ dẫn nhiệt là 14,2 mW/m.K, được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển.

Ví dụ 3: Xác định tính mềm dẻo của vật liệu composit theo Ví dụ 1

Thực hiện thử nghiệm uốn cong 3 điểm như được thể hiện trên Fig. 2 với mẫu vật liệu có kích thước 25x10x250 mm³ được sản xuất theo phương pháp được biểu diễn trong Ví dụ 1. Vật liệu composit được đặt trên hai giá đỡ cách nhau 100 mm.

Tác dụng các lực khác nhau lên mẫu tại trục tâm của nó. Độ dịch chuyển (flex) của nó được xác định.

Kết quả:

Kết quả thu được được thể hiện trên Fig. 3. Độ cứng hoặc độ cứng uốn được tính là $K = 0,0385 \text{ N/mm}$, tương ứng với độ dốc của đường cong lực-độ võng.

Ví dụ 4: Xác định ứng suất nén tối đa của vật liệu composit theo Ví dụ 1

Thử nghiệm nén đơn trục được thực hiện trên máy kiểm tra cơ điện Zwick 100 kN, được cung cấp bộ cảm biến ngoại lực công suất 5kN. Các kích thước của mẫu là 30x30x10 mm³. Tốc độ di chuyển con trượt là 0,3 mm/phút trong quá trình nạp và 1mm/phút trong quá trình phóng.

Kết quả của thử nghiệm này được thể hiện trên Fig. 4. Môđun nén bằng 0,43 MPa được xác định, và ứng suất tối đa là 3,3 MPa với độ biến dạng tương đối là 80%.

Ví dụ 5 Điều chế tấm xốp cách nhiệt composit dày 10 mm theo sáng chế

1) Điều chế composit hydrogel silic đioxit

Sol silic đioxit thu được bằng cách trộn dung dịch nước natri silic đioxit và dung dịch axit clohydric, được rót vào khoang kín có kích thước 300x300x70 mm³ trước khi tạo gel lên tấm xốp melamin 250x290x10 mm³. Sau khi tạo gel, hydrogel đã được gia cố được già hóa trong 24 giờ ở 50°C trong nước. Sự trao đổi dung môi được tiến hành với axeton (trong 48 giờ ở 50°C bằng cách tuần hoàn axeton hai lần). Sau đó, axit clohydric và hexametyldisiloxan (chất kỵ nước) được đưa vào khoang

để phủ hoàn toàn composit gel lỏng. Môi trường phản ứng được gia nhiệt và được duy trì ở 50°C trong 48 giờ. Môi trường phản ứng được tách khỏi gel lỏng silic đioxit kỵ nước bằng cách lọc.

2) Thu nhận tấm composit chứa xốp melamin và gel khô silic đioxit kỵ nước

Gel lỏng ngưng tụ được gia cố bằng tấm xốp melamin được làm khô trong lò thông hơi ở 160°C trong 2 giờ. Tấm gel khô thu được dày 9 mm và có độ dẫn nhiệt là 14,5 mW/m.K, được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển.

Được lưu ý rằng tất cả các tấm theo Ví dụ 1, 2 và 5 đều chứa khoảng từ 92% đến 98% khối lượng là gel khí tính theo khối lượng của composit.

Trong tất cả các ví dụ nêu trên, amoniac được sử dụng là chất xúc tác gel (bước b) với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 2,5% khối lượng so với tổng khối lượng của các thành phần sol ban đầu.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật liệu composit liên khối chứa gel khí vô cơ được gia cố bằng xốp melamin ô hơ đã được tạo hình trước, vật liệu này có độ dẫn nhiệt λ nằm trong khoảng từ 10 đến 20 mW/m²·K, được xác định theo phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển, khác biệt ở chỗ,

phần trăm thể tích bị chiếm bởi các lỗ lớn, các lỗ lớn là các lỗ có đường kính lớn hơn 10µm, tính theo toàn bộ thể tích bị chiếm bởi vật liệu là nhỏ hơn 5%, khi được xác định bằng cách sử dụng phương pháp chụp cắt lớp tia X và ở ba chiều,

vật liệu không chứa chất gắn kết bất kỳ, và

khác biệt ở chỗ, vật liệu này thu được bằng quy trình bao gồm các bước nối tiếp sau:

- a) đúc sol vô cơ trong thiết bị phản ứng trong đó đã được đặt từ trước xốp melamin ô hơ đã được tạo hình trước, sol này chứa vật liệu vô cơ với lượng từ 6% đến 15% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của sol vô cơ,
- b) tạo gel cho sol thành gel lỏng,
- c) sấy khô gel lỏng này.

2. Vật liệu theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, các lỗ lớn có đường kính nằm trong khoảng từ 50 đến 250 micron chiếm nhiều hơn 80% tổng số lỗ lớn của vật liệu này.

3. Vật liệu theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, vật liệu này có độ dày nằm trong khoảng từ 2mm đến 50mm.

4. Vật liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, khác biệt ở chỗ, vật liệu này có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 70kg/m³ đến 150kg/m³.

5. Vật liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, khác biệt ở chỗ, xốp melamin là xốp melamin-formaldehyt có độ dày nằm trong khoảng từ 2mm đến 50mm, độ rỗng nằm trong khoảng từ 95% đến 99,5%, tỷ trọng nằm trong khoảng từ 8,5 đến 11,5 kg/m³, và độ dẫn nhiệt nằm trong khoảng từ 35 đến 40 mW/m²·K được xác định bằng phương pháp đĩa nóng theo tiêu chuẩn NF EN 12667 ở nhiệt độ 20°C và áp suất khí quyển.

6. Vật liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, khác biệt ở chỗ, gel khí vô cơ được chọn từ gel khí silic đioxit, gel khí titan oxit, gel khí mangan oxit, gel khí canxi oxit, gel khí canxi cacbonat, gel khí ziricon oxit, hoặc hỗn hợp của chúng.
7. Vật liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, vật liệu này có lượng dung môi còn lại tính theo khối lượng vật liệu composit là nhỏ hơn hoặc bằng 3% theo tiêu chuẩn EN/ISO 3251.
8. Vật liệu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, khác biệt ở chỗ, gel khí còn chứa chất làm đục.
9. Tám nhiều lớp bao gồm ít nhất một lớp chỉ gồm chủ yếu là vật liệu composit liên khối theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8.

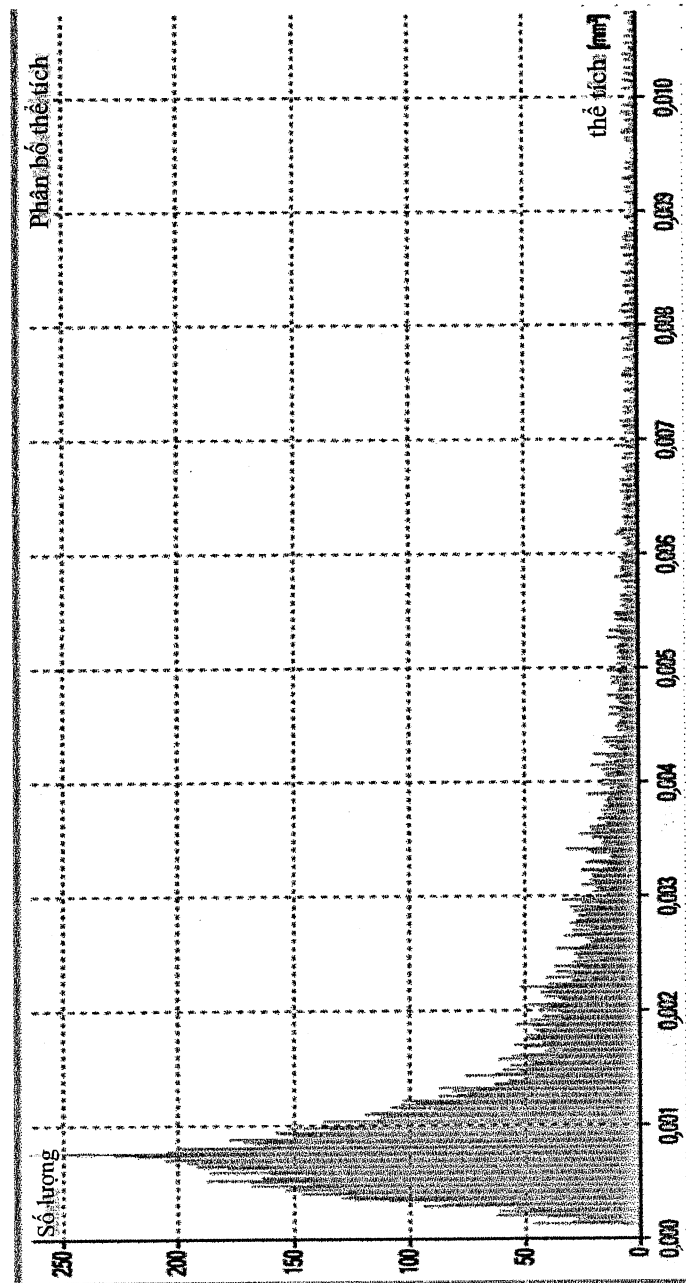


Fig. 1

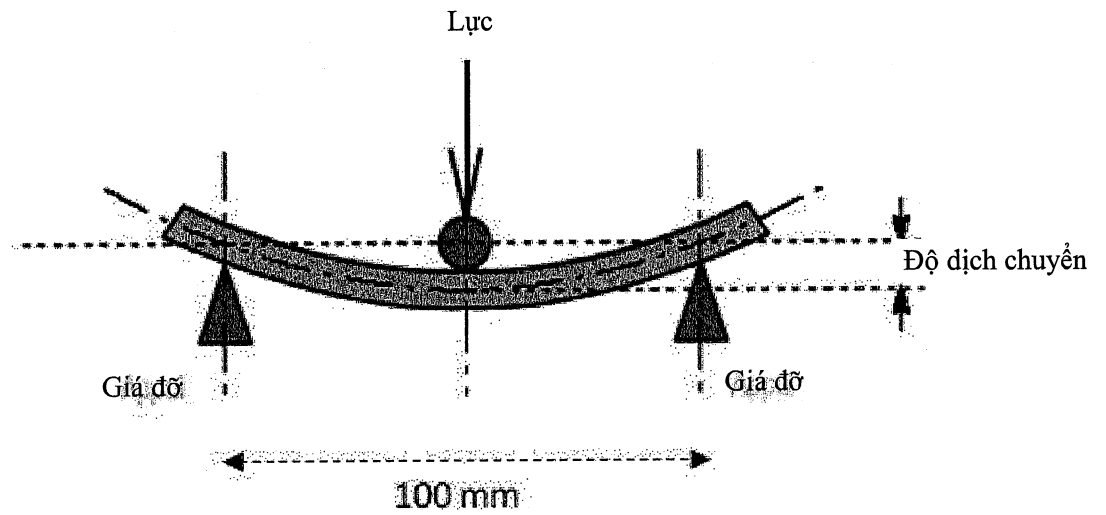


Fig. 2

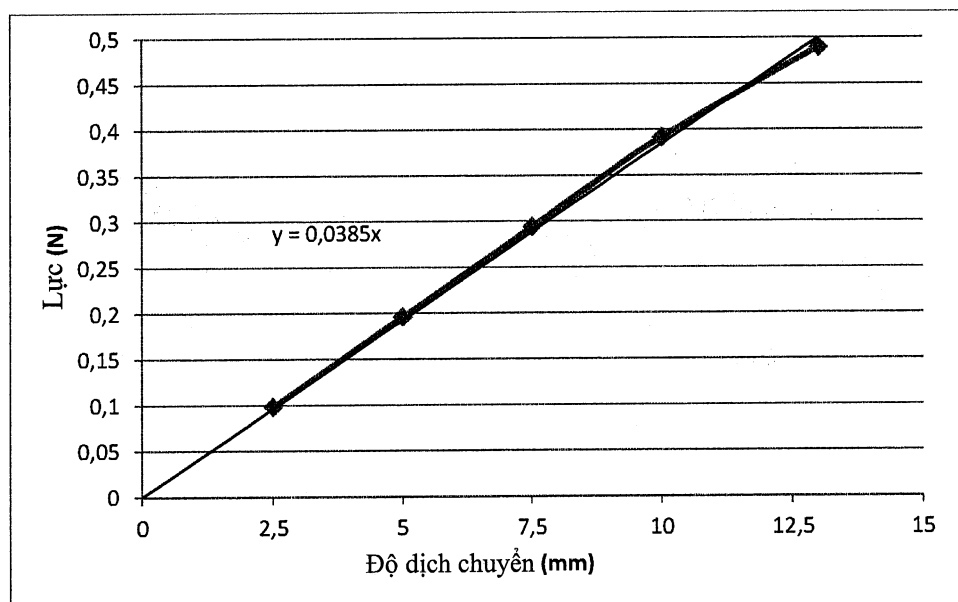


Fig. 3

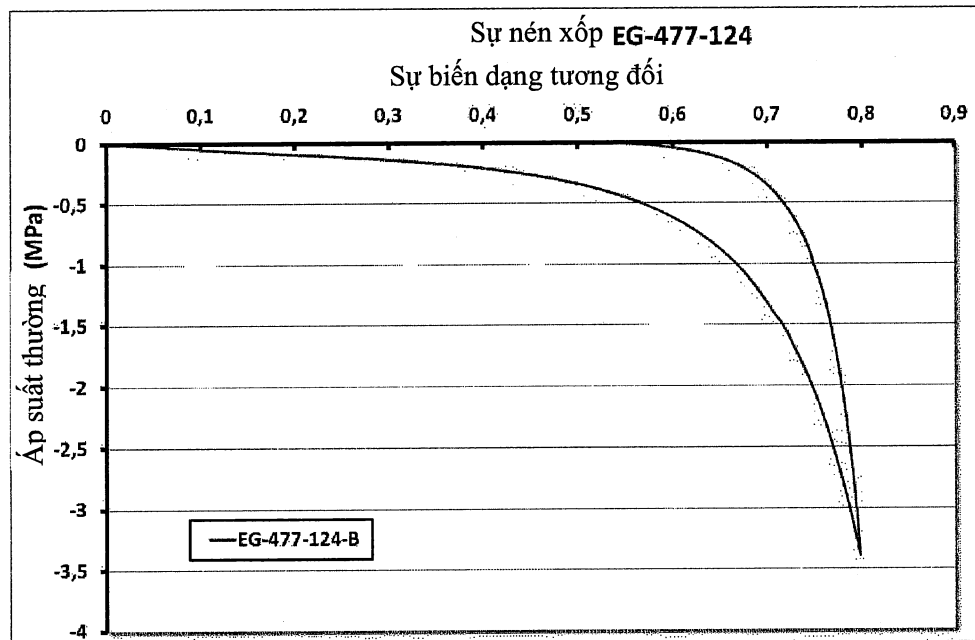


Fig. 4