



(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)



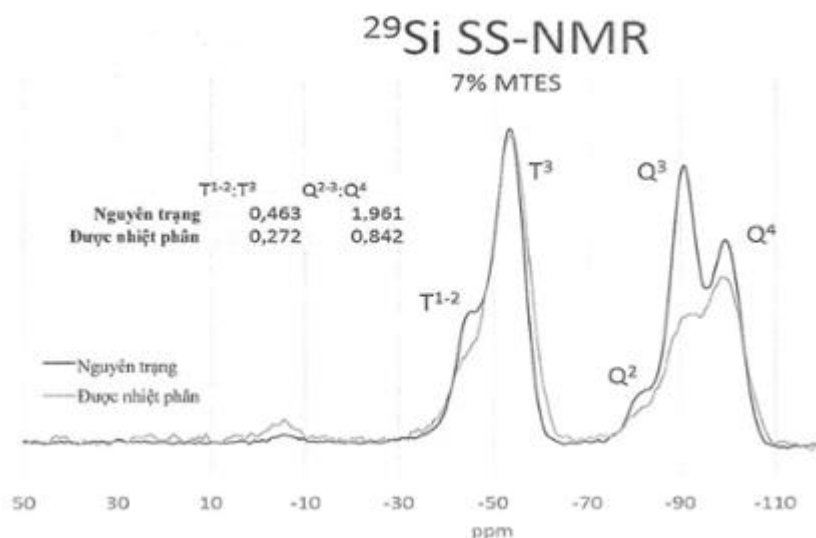
1-0032848

(51)<sup>7</sup> C08K 3/36; C01B 33/159; C08J 9/28; (13) B  
C08K 3/38; C08K 3/22; C08K 3/34;  
C01B 33/158; C08K 3/04

- (21) 1-2017-01224 (22) 02/10/2015  
(86) PCT/US2015/053750 02/10/2015 (87) WO2016/054524 07/04/2016  
(30) 62/059,555 03/10/2014 US; 62/118,864 20/02/2015 US; 62/232,945 25/09/2015 US  
(45) 25/08/2022 413 (43) 25/09/2017 354A  
(73) ASPEN AEROGELS, INC. (US)  
30 Forbes Road, Bldg B, Northborough, Massachusetts 01532, United States of America  
(72) EVANS, Owen (US); DEKRAFT, Kathryn (US); ZAFIROPOULOS, Nicholas (US);  
DONG, Wenting (US); MIHALCIK, David (US); GOULD, George (US);  
MELNIKOVA, Irene (US).  
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) CHẾ PHẨM GEL KHÍ ĐƯỢC GIA CƯỜNG VÀ PHƯƠNG PHÁP TẠO RA CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm gel khí được gia cường bền và dễ thao tác, có tính năng thích hợp trong môi trường nước, và còn có các tính chất cháy và tự gia nhiệt thích hợp. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp tạo ra chế phẩm gel khí được gia cường và phương pháp cải thiện tính kỵ nước, độ hấp thụ nước lỏng, nhiệt cháy, hoặc nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của chế phẩm gel khí được gia cường này.



### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến chế phẩm gel khí bền và dễ thao tác, có tính năng thích hợp trong môi trường nước, và còn có các tính chất cháy và tự làm nóng thích hợp. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp tạo ra chế phẩm gel khí này.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Vật liệu gel khí tỷ trọng thấp được biết đến rộng rãi là chất cách ly rắn tốt nhất sẵn có. Gel khí đóng vai trò làm chất cách ly chủ yếu bằng cách giảm thiểu hóa sự dẫn (mật độ cấu trúc thấp dẫn đến đường đi ngoằn ngoèo để truyền năng lượng qua khung rắn), sự đối lưu (lượng lỗ lớn và kích thước lỗ rất nhỏ dẫn đến tạo ra sự đối lưu nhỏ nhất), và sự bức xạ (các tạp chất hấp thụ IR hoặc tán xạ IR được phân tán dễ dàng qua nền gel khí). Gel khí có thể được sử dụng trong nhiều ứng dụng, bao gồm: ứng dụng chống nóng và chống lạnh, cách âm, điện môi điện tử, không gian vũ trụ, lưu trữ và sản xuất năng lượng và lọc. Ngoài ra, vật liệu gel khí có nhiều tính chất âm, quang học, cơ học và hóa học đáng quan tâm khác làm chúng hữu ích trong nhiều ứng dụng cách ly và không cách ly khác nhau.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Theo khía cạnh chung, sáng chế đề xuất chế phẩm gel khí bền và dễ thao tác, có tính năng thích hợp trong môi trường nước, và còn có tính chất cháy và tự làm nóng thích hợp. Theo phương án nhất định, sáng chế bộc lộ chế phẩm gel khí là chế phẩm gel khí được gia cường, dẻo, đàn hồi và tự chịu lực, có tính năng thích hợp trong môi trường nước, và còn có tính chất cháy và tự làm nóng thích hợp.

Theo khía cạnh chung khác, sáng chế đề xuất chế phẩm gel khí có khung gốc silic đioxit và có các tính chất sau đây: a) tỷ trọng bằng hoặc thấp hơn  $0,60 \text{ g/cm}^3$ ; b) độ dẫn nhiệt bằng hoặc thấp hơn  $50 \text{ mW/m}^{\circ}\text{K}$ ; và c) độ hấp thụ nước lỏng bằng hoặc thấp hơn 40% trọng lượng. Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng chế có nhiệt cháy thấp hơn  $717 \text{ cal/g}$ . Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng chế có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ  $300^{\circ}\text{C}$  đến  $700^{\circ}\text{C}$ . Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng

chế có tỷ trọng bằng hoặc thấp hơn  $0,50 \text{ g/cm}^3$ , bằng hoặc thấp hơn  $0,40 \text{ g/cm}^3$ , bằng hoặc thấp hơn  $0,30 \text{ g/cm}^3$ , bằng hoặc thấp hơn  $0,25 \text{ g/cm}^3$ , hoặc bằng hoặc thấp hơn  $0,20 \text{ g/cm}^3$ . Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng chế có độ dẫn nhiệt bằng hoặc thấp hơn  $45 \text{ mW/M}^*\text{K}$ , bằng hoặc thấp hơn  $40 \text{ mW/M}^*\text{K}$ , bằng hoặc thấp hơn  $35 \text{ mW/M}^*\text{K}$ , bằng hoặc thấp hơn  $30 \text{ mW/M}^*\text{K}$ , bằng hoặc thấp hơn  $25 \text{ mW/M}^*\text{K}$ , bằng hoặc thấp hơn  $20 \text{ mW/M}^*\text{K}$ , hoặc độ dẫn nhiệt nằm trong khoảng từ  $5 \text{ mW/M}^*\text{K}$  đến  $50 \text{ mW/M}^*\text{K}$ . Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng chế có độ hấp thụ nước lỏng bằng hoặc thấp hơn 35% trọng lượng, bằng hoặc thấp hơn 30% trọng lượng, bằng hoặc thấp hơn 25% trọng lượng, bằng hoặc thấp hơn 20% trọng lượng, bằng hoặc thấp hơn 15% trọng lượng, hoặc bằng hoặc thấp hơn 10% trọng lượng. Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng chế có nhiệt cháy bằng hoặc thấp hơn  $650 \text{ cal/g}$ , bằng hoặc thấp hơn  $600 \text{ cal/g}$ , bằng hoặc thấp hơn  $550 \text{ cal/g}$ , bằng hoặc thấp hơn  $500 \text{ cal/g}$ , bằng hoặc thấp hơn  $450 \text{ cal/g}$ , bằng hoặc thấp hơn  $400 \text{ cal/g}$ , hoặc nhiệt cháy nằm trong khoảng từ  $250 \text{ cal/g}$  đến  $717 \text{ cal/g}$ . Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng chế có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước bằng hoặc cao hơn  $400^\circ\text{C}$ , bằng hoặc cao hơn  $450^\circ\text{C}$ , bằng hoặc cao hơn  $475^\circ\text{C}$ , bằng hoặc cao hơn  $500^\circ\text{C}$ , bằng hoặc cao hơn  $525^\circ\text{C}$ , bằng hoặc cao hơn  $550^\circ\text{C}$ , bằng hoặc cao hơn  $575^\circ\text{C}$ , bằng hoặc cao hơn  $600^\circ\text{C}$ , hoặc nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt nằm trong khoảng từ  $400^\circ\text{C}$  đến  $700^\circ\text{C}$ . Theo phương án được ưu tiên, chế phẩm gel khí theo sáng chế có các tính chất sau: a) tỷ trọng bằng hoặc thấp hơn  $0,40 \text{ g/cm}^3$ ; b) độ dẫn nhiệt bằng hoặc thấp hơn  $40 \text{ mW/m}^*\text{K}$ ; c) độ hấp thụ nước lỏng bằng hoặc thấp hơn 40% trọng lượng; d) nhiệt cháy nằm trong khoảng từ  $140 \text{ cal/g}$  đến  $600 \text{ cal/g}$ ; và e) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt nằm trong khoảng từ  $525^\circ\text{C}$  đến  $700^\circ\text{C}$ . Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng chế có tỷ lệ loại silic đioxit  $\text{T}^{1-2}\text{-T}^3$  nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5, và/hoặc tỷ lệ loại silic đioxit  $\text{Q}^{2-3}\text{:Q}^4$  nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5. Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng chế là chế phẩm gel khí được gia cường, chế phẩm gel khí được gia cường bởi sợi, hoặc chế phẩm bọc gel khí. Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí theo sáng chế có hàm lượng hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 30% trọng lượng, trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 25% trọng lượng, trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 20% trọng lượng, trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 15% trọng lượng, trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 10% trọng lượng, hoặc trong khoảng từ 1% trọng lượng

đến 5% trọng lượng.

Theo khía cạnh chung khác, sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra chế phẩm gel khí, bao gồm các bước: a) tạo ra dung dịch tiền chất chứa vật liệu tiền chất gel silic đioxit, dung môi, và tùy ý chất xúc tác; b) để cho vật liệu tiền chất gel silic đioxit trong dung dịch tiền chất chuyển thành vật liệu hoặc chế phẩm gel; c) chiết ít nhất một phần dung môi từ vật liệu hoặc chế phẩm gel này để thu được vật liệu hoặc chế phẩm gel khí; d) kết hợp ít nhất một silic liên kết kỵ nước vào vật liệu hoặc chế phẩm gel khí bằng một hoặc cả hai bước sau: i) đưa vào trong dung dịch tiền chất ít nhất một vật liệu tiền chất gel silic đioxit có ít nhất một nhóm kỵ nước, hoặc ii) cho dung dịch tiền chất, chế phẩm gel, hoặc chế phẩm gel khí tiếp xúc với tác nhân tạo tính kỵ nước; và e) xử lý nhiệt vật liệu hoặc chế phẩm gel khí bằng cách cho vật liệu hoặc chế phẩm gel khí tiếp xúc với môi trường khí oxy giảm ở nhiệt độ cao hơn 300°C. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm việc cho chế phẩm gel khí tiếp xúc với môi trường khí oxy giảm ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 300°C đến 650°C trong khoảng thời gian từ 30 giây đến 200 phút để thu được chế phẩm gel khí đã xử lý. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm việc kết hợp vật liệu gia cường vào chế phẩm gel khí bằng cách kết hợp vật liệu gia cường với dung dịch tiền chất trước hoặc trong quá trình chuyển đổi của vật liệu tiền chất gel silic đioxit trong dung dịch tiền chất thành chế phẩm gel. Theo phương án ưu tiên, vật liệu gia cường gồm tấm vật liệu gia cường bằng sợi liên tục. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm việc phơi nhiệt của bước xử lý nhiệt của chế phẩm gel khí được giới hạn ở nhiệt độ thấp hơn 850°C. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm tổng thời gian chuyển đổi ít nhất một tiền chất gel trong dung dịch tiền chất thành vật liệu gel nằm trong khoảng 30 giờ hoặc ít hơn. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm môi trường khí oxy giảm chứa 0,1% đến 5% oxy theo thể tích. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm bước kết hợp ít nhất một silic liên kết kỵ nước vào chế phẩm gel khí tạo ra hàm lượng hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 25% trọng lượng. Theo phương án ưu tiên, phương pháp theo sáng chế tạo ra chế phẩm gel khí. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế tạo ra chế phẩm gel khí có các tính chất sau đây: a) tỷ trọng bằng hoặc thấp hơn 0,60 g/cm<sup>3</sup>; b) độ dẫn nhiệt bằng hoặc thấp hơn 50 mW/m\*K; c) độ hấp thụ nước lỏng bằng hoặc thấp hơn 40% trọng lượng; d) nhiệt cháy nằm trong

khoảng từ 150 cal/g đến 717 cal/g; và e) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 300°C đến 700°C.

Theo khía cạnh chung khác, sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra chế phẩm gel khí, bao gồm các bước: a) tạo ra chế phẩm gel khí thứ nhất chứa ít nhất một silic liên kết kỵ nước; và b) cho chế phẩm gel khí thứ nhất này tiếp xúc với môi trường khí oxy giảm ở nhiệt độ cao hơn 300°C. Theo khía cạnh chung khác, sáng chế đề xuất phương pháp bao gồm việc cho chế phẩm gel khí thứ nhất chứa ít nhất một silic liên kết kỵ nước tiếp xúc với môi trường khí oxy giảm ở nhiệt độ cao hơn 300°C để thu được chế phẩm gel khí thứ hai. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm việc cho vật liệu hoặc chế phẩm gel khí tiếp xúc với môi trường khí oxy giảm ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 300°C đến 650°C trong khoảng thời gian từ 30 giây đến 200 phút để thu được vật liệu hoặc chế phẩm gel khí đã xử lý. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm việc phơi nhiệt của bước xử lý nhiệt của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí được giới hạn ở nhiệt độ thấp hơn 850°C. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm chế phẩm gel khí là vật liệu gel khí có gốc silic đioxit. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm chế phẩm gel khí là chế phẩm gel khí được gia cường. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm môi trường khí oxy giảm chứa 0,1% đến 5% oxy theo thể tích. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế bao gồm chế phẩm gel khí có hàm lượng hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 25% trọng lượng. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế tạo ra chế phẩm gel khí đã xử lý có tính kỵ nước được cải thiện so với chế phẩm gel khí trước xử lý bằng phương pháp này. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế tạo ra chế phẩm gel khí đã xử lý có độ hấp thụ nước lỏng thấp hơn so với chế phẩm gel khí trước xử lý bằng phương pháp này. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế tạo ra chế phẩm gel khí đã xử lý có nhiệt cháy thấp hơn so với chế phẩm gel khí trước xử lý bằng phương pháp này. Theo phương án nhất định, phương pháp theo sáng chế tạo ra chế phẩm gel khí đã xử lý có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt cao hơn so với chế phẩm gel khí trước xử lý bằng phương pháp này.

#### **Mô tả vắn tắt các hình vẽ**

Fig. 1 là phổ NMR  $^{29}\text{Si}$  trạng thái rắn, ví dụ của chế phẩm gel khí theo sáng chế.

Fig. 2 là đồ thị mô tả phân tích TGA/DSC, ví dụ của chế phẩm gel khí theo sáng

ché.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Gel khí là nhóm vật liệu xốp có các ô mở bao gồm khung có cấu trúc liên kết, với mạng lưới tương ứng của các lỗ được tích hợp trong khung, và pha kẽ trong mạng lưới lỗ chủ yếu bao gồm các khí như không khí. Gel khí thường đặc trưng bởi tỷ trọng thấp, độ xốp cao, diện tích bề mặt lớn, và kích thước lỗ nhỏ. Gel khí có thể phân biệt với các vật liệu xốp khác bởi các tính chất vật lý và cấu tạo của chúng.

Trong phạm vi sáng chế, thuật ngữ “gel khí” hoặc “vật liệu gel khí” chỉ gel bao gồm khung có cấu trúc liên kết, với mạng lưới tương ứng của các lỗ liên kết được tích hợp sẵn trong khung này và chứa các khí như không khí làm môi trường kẽ phân tán; và được đặc trưng bởi các tính chất vật lý và cấu tạo sau (theo Nitrogen Porosimetry Testing) thuộc về gel khí: (a) đường kính lỗ trung bình nằm trong khoảng từ 2 nm đến 100 nm, (b) độ rỗng là ít nhất 80% hoặc lớn hơn, và (c) diện tích bề mặt bằng khoảng 20 m<sup>2</sup>/g hoặc lớn hơn.

Vật liệu gel khí theo sáng chế do đó bao gồm gel khí bất kỳ hoặc các hợp chất có ô hờ khác thỏa mãn các yếu tố xác định được nêu ở các đoạn trên; bao gồm hợp chất có thể được phân nhóm theo cách khác là xerogel, cryogel, ambigel, vật liệu vi lỗ, và loại tương tự.

Vật liệu gel khí cũng có thể còn được đặc trưng bởi các tính chất vật lý khác, bao gồm: (d) thể tích lỗ bằng khoảng 2,0 mL/g hoặc lớn hơn, tốt hơn là khoảng 3,0 mL/g hoặc lớn hơn; (e) tỷ trọng bằng khoảng 0,50 g/cc hoặc thấp hơn, tốt hơn là khoảng 0,25 g/cc hoặc thấp hơn; và (f) ít nhất 50% tổng thể tích lỗ chứa các lỗ có đường kính lỗ nằm trong khoảng từ 2 đến 50 nm; mặc dù việc đáp ứng các tính chất khác là không cần thiết đối với việc mô tả đặc điểm của hợp chất dưới dạng vật liệu gel khí.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “kỹ thuật xử lý và chiết cải tiến” chỉ phương pháp thay pha kẽ lỏng trong vật liệu gel ướt bằng khí như không khí, theo cách làm cho độ xếp của lỗ thấp và độ co thấp của cấu trúc khung của gel. Kỹ thuật làm khô, như làm bay hơi bằng áp suất môi trường xung quanh, thường đưa ra áp suất mao dẫn lớn và các hạn chế chuyển khối khác tại bề mặt chung lỏng-hơi của pha kẽ đang được làm cho bay hơi hoặc loại bỏ. Lực mao dẫn mạnh tạo ra bởi sự bay hơi hoặc loại bỏ chất lỏng có thể làm co lỗ và xếp khung đáng kể trong vật liệu gel. Việc sử dụng các kỹ thuật xử lý và chiết cải tiến trong quá trình chiết pha kẽ lỏng làm giảm tác động xấu của

lực mao dẫn đến các lỗ và khung của gel trong quá trình chiết pha lỏng.

Theo phương án nhất định, kỹ thuật xử lý và chiết cải tiến sử dụng chất lỏng gần tới hạn hoặc siêu tới hạn, hoặc các điều kiện gần tới hạn hoặc siêu tới hạn, để chiết pha kẽ lỏng từ vật liệu gel ướt. Điều này có thể được thực hiện bằng cách loại bỏ pha kẽ lỏng từ điểm gần hoặc quá tới hạn của chất lỏng hoặc hỗn hợp các chất lỏng. Các trao đổi đồng dung môi và dung môi có thể được sử dụng để tối ưu hóa quá trình chiết chất lỏng gần tới hạn hoặc siêu tới hạn.

Theo phương án nhất định, kỹ thuật xử lý và chiết cải tiến bao gồm việc biến đổi khung gel để làm giảm các tác dụng không thể đảo ngược của áp suất mao dẫn và các hạn chế sự chuyển khối khác ở bề mặt chung lỏng-hơi. Phương án này có thể bao gồm việc xử lý khung gel bằng tác nhân tạo tính kỵ nước, hoặc các tác nhân tạo chức khác, cho phép khung gel chịu được hoặc phục hồi từ các lực làm xẹp bất kỳ trong quá trình chiết pha lỏng được thực hiện dưới điểm tới hạn của pha kẽ lỏng. Phương án này cũng có thể bao gồm việc kết hợp các nhóm chức hoặc các yếu tố khung tạo ra mô đun khung đủ cao để chịu được hoặc phục hồi từ các lực làm xẹp trong quá trình chiết pha lỏng được thực hiện dưới điểm tới hạn của pha kẽ lỏng.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “khung” hoặc “cấu trúc khung” chỉ mạng lưới của các oligome, polyme hoặc các hạt keo liên kết tạo thành cấu trúc rắn của gel hoặc gel khí. Các polyme hoặc hạt tạo nên cấu trúc khung này thường có đường kính bằng khoảng 100 angstrom. Tuy nhiên, cấu trúc khung theo sáng chế cũng có thể bao gồm mạng lưới các oligome, polyme hoặc hạt keo liên kết có tất cả các cỡ đường kính tạo thành cấu trúc rắn trong gel hoặc gel khí. Ngoài ra, thuật ngữ “gel khí có gốc silic đioxit” hoặc “khung có gốc silic đioxit” chỉ khung gel khí trong đó silic đioxit gồm ít nhất 50% (trọng lượng) các oligome, polyme hoặc hạt keo tạo thành cấu trúc khung rắn trong gel hoặc gel khí.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “chế phẩm gel khí” chỉ vật liệu composit bất kỳ bao gồm vật liệu gel khí làm thành phần composit. Các ví dụ về chế phẩm gel khí bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: composit gel khí được gia cường bằng sợi; composit gel khí bao gồm các nguyên tố phụ gia như chất làm mờ; composit gel khí-bột; composit gel khí-polyme; và vật liệu composit kết hợp các phần tử gel khí, phần tử, hạt to, hạt, hoặc bột vào vật liệu rắn hoặc bán rắn, như chất liên kết, nhựa, xi măng, bột, polyme, hoặc vật liệu rắn tương tự.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “liền khối” chỉ vật liệu gel khí trong đó phần lớn (theo trọng lượng) gel khí được bao gồm trong vật liệu hoặc chế phẩm gel khí là ở dạng cấu trúc nano gel khí liên kết đơn nhất. Vật liệu gel khí liền khối bao gồm vật liệu gel khí được tạo thành ban đầu để có cấu trúc nano gel hoặc gel khí liên kết đơn nhất, nhưng sau đó bị gãy, vỡ hoặc đứt đoạn thành các cấu trúc nano gel khí không còn đơn nhất. Vật liệu gel khí liền khối được phân biệt với vật liệu gel khí dạng hạt. Thuật ngữ “vật liệu gel khí dạng hạt” chỉ vật liệu gel khí trong đó phần lớn (theo trọng lượng) gel khí được bao gồm trong vật liệu gel khí là ở dạng hạt, phần tử, hạt to, hạt, hoặc bột, có thể được kết hợp hoặc được ép với nhau nhưng không có cấu trúc nano gel khí liên kết giữa các phần tử riêng lẻ.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “chế phẩm gel khí được gia cường” chỉ chế phẩm gel khí bao gồm pha gia cường nằm trong vật liệu gel khí nhưng không tạo nên một phần của khung gel khí. Pha gia cường có thể là vật liệu bất kỳ tạo ra tính dẻo, tính đàn hồi, độ phù hợp hoặc độ ổn định về cấu trúc tăng cho vật liệu gel khí. Ví dụ về vật liệu gia cường đã biết bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: vật liệu gia cường bột ô hỏ, vật liệu gia cường bột ô kín, màng ô hỏ, vật liệu gia cường dạng tổ ong, vật liệu gia cường polyme, và vật liệu gia cường sợi như các sợi riêng rẽ, vật liệu dệt, vật liệu không dệt, mền bông, vải dệt, đệm bông, và bọt. Ngoài ra, các gia cường nhờ vào sợi có thể được kết hợp với một hoặc nhiều vật liệu gia cường khác, và có thể được định hướng liên tục xuyên qua hoặc nằm trong các phần ưu tiên giới hạn của chế phẩm.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “chế phẩm gel khí được gia cường bằng sợi” chỉ chế phẩm gel khí được gia cường bao gồm vật liệu sợi gia cường làm pha gia cường. Ví dụ về vật liệu sợi gia cường bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, sợi riêng rẽ, vật liệu dệt, vật liệu không dệt, vải bông, vải dệt, thảm, bọt, hoặc kết hợp các loại này. Vật liệu sợi gia cường có thể gồm nhiều loại vật liệu, bao gồm, nhưng không giới hạn ở: polyeste, polyolefin terephthalat, poly(etylen)naphtalat, polycacbonat (ví dụ tơ nhân tạo, nilông), bông, (ví dụ lycra được sản xuất bởi DuPont), cacbon (ví dụ graphit), polyacrylonitril (PAN), PAN oxy hóa, PAN được xử lý nhiệt không được cacbon hóa (như hợp chất được sản xuất bởi SGL carbon), vật liệu gốc sợi thủy tinh (giống thủy tinh S, thủy tinh 901, thủy tinh 902, thủy tinh 475, thủy tinh E), sợi gốc silic đioxit như thạch anh (ví dụ, Quartzel được sản xuất bởi Saint-Gobain), Q-felt (được sản xuất bởi Johns Manville), Saffil (được sản xuất bởi Saffil), Durablanket (được sản xuất bởi



Unifrax) và các sợi silic đioxit khác, Duraback (được sản xuất bởi Carborundum), sợi Polyaramid như Kevlar, Nomex, Sontera (tất cả đều được sản xuất bởi DuPont), Conex (được sản xuất bởi Taijin), các polyolefin như Tyvek (được sản xuất bởi DuPont), Dyneema (được sản xuất bởi DSM), Spectra (được sản xuất bởi Honeywell), các sợi polypropylen khác như Typar, Xavan (cả hai đều được sản xuất bởi DuPont), các floropolyme như PTFE với tên thương mại là Teflon (được sản xuất bởi DuPont), Goretex (được sản xuất bởi W.L. GORE), sợi silic cacbua như Nicalon (được sản xuất bởi COI Ceramics), sợi gốm như Nextel (được sản xuất bởi 3M), polyme acrylic, sợi len, lụa, dây gai, da, da lộn, PBO—sợi Zylon (được sản xuất bởi Tyobo), vật liệu tinh thể lỏng như Vectan (được sản xuất bởi Hoechst), sợi Cambrelle (được sản xuất bởi DuPont), các polyuretan, polyamit, sợi gỗ, sợi bo, nhôm, sắt, thép không gỉ và các chất dẻo nhiệt khác như PEEK, PES, PEI, PEK, PPS.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ "lớp phủ gel khí" hoặc "hợp phần phủ gel khí" chỉ chế phẩm gel khí được gia cường bằng tấm liên tục của vật liệu gia cường. Hợp phần phủ gel khí có thể được phân biệt với chế phẩm gel khí được gia cường khác được gia cường bằng sợi không liên tục hoặc mạng lưới bọt, như khối kết tụ hoặc khóm tách biệt của vật liệu sợi. Hợp phần phủ gel khí đặc biệt hữu ích cho các ứng dụng cần đến tính dẻo, vì chúng có độ phù hợp cao và có thể được sử dụng giống như lớp phủ để phủ lên các bề mặt hình học đơn giản hoặc phức tạp, đồng thời cũng vẫn giữ được tính chất cách nhiệt rất tốt của gel khí. Hợp phần phủ gel khí và chế phẩm gel khí được gia cường bằng sợi tương tự được mô tả trong đơn sáng chế Mỹ đã công bố số 2002/0094426 (các đoạn 12-16, 25-27, 38-58, 60-88), được kết hợp vào bản mô tả bằng cách tham khảo theo các đoạn và phần trích dẫn riêng rẽ.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ "gel ướt" chỉ gel trong đó pha kẽ động trong mạng lưới các lỗ liên kết chủ yếu bao gồm pha lỏng như dung môi thông thường, khí hóa lỏng như cacbon đioxit lỏng, hoặc dạng kết hợp của chúng. Gel khí thường yêu cầu việc tạo ra gel ướt từ đầu, sau đó là bước xử lý và chiết cải tiến để thay thế pha kẽ lỏng động trong gel bằng không khí. Ví dụ về gel ướt bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: alcogel, hydrogel, ketogel, carbonogel, và các gel ướt khác bất kỳ đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ "phụ gia" hoặc "yếu tố phụ gia" chỉ vật liệu có thể được bổ sung vào chế phẩm gel khí trước, trong hoặc sau khi tạo ra gel khí.

Các phụ gia có thể được thêm vào để thay đổi hoặc cải thiện các tính chất mong muốn trong gel khí, hoặc để làm mất các tính chất không mong muốn trong gel khí. Các phụ gia thường được bổ sung vào vật liệu gel khí trước hoặc trong khi tạo gel. Ví dụ về các chất phụ gia bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: vi sợi, chất độn, chất gia cố, chất làm ổn định, chất làm đặc, hợp chất đàn hồi, chất làm mờ, chất tạo màu hoặc hợp chất màu, hợp chất hấp thụ bức xạ, hợp chất phản xạ bức xạ, chất ức chế sự ăn mòn, thành phần dẫn nhiệt, vật liệu thay đổi pha, chất điều chỉnh pH, chất điều chỉnh oxy hóa khử, chất làm giảm HCN, chất làm giảm khí thải, hợp chất dẫn điện, hợp chất điện môi điện, hợp chất có từ tính, thành phần chắn sóng radar, chất làm cứng, chất chống co, và các chất phụ gia gel khí khác đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Ví dụ khác về chất phụ gia bao gồm chất cản khói và chất dập lửa. Đơn sáng chế Mỹ đã công bố số 20070272902 A1 (đoạn [0008] và [0010]-[0039]) bao gồm đề xuất về chất cản khói và chất dập lửa, và được kết hợp vào bản mô tả bằng cách tham khảo theo các đoạn trích dẫn riêng rẽ.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “dẻo” và “tính dẻo” chỉ tính ổn định của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí cần được uốn hoặc làm cong mà không làm hỏng cấu trúc macro. Tốt hơn là, chế phẩm gel khí theo sáng chế có thể uốn ít nhất  $5^\circ$ , ít nhất  $25^\circ$ , ít nhất  $45^\circ$ , ít nhất  $65^\circ$ , hoặc ít nhất  $85^\circ$  mà không làm hỏng cấu trúc macro; và/hoặc có bán kính uốn nhỏ hơn 4 feet ( $\sim 122\text{cm}$ ), nhỏ hơn 2 feet ( $\sim 61\text{cm}$ ), nhỏ hơn 1 foot ( $\sim 30,5\text{cm}$ ), nhỏ hơn 6 in ( $\sim 15,24\text{cm}$ ), nhỏ hơn 3 in ( $\sim 7,62\text{cm}$ ), nhỏ hơn 2 in ( $\sim 5,08\text{cm}$ ), nhỏ hơn 1 in ( $\sim 2,54\text{cm}$ ), hoặc nhỏ hơn  $\frac{1}{2}$  in ( $\sim 1,27\text{cm}$ ) mà không làm hỏng cấu trúc macro. Tương tự, thuật ngữ “rất dẻo” hoặc “độ dẻo cao” chỉ vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có khả năng uốn đến ít nhất  $90^\circ$  và/hoặc có bán kính uốn nhỏ hơn  $\frac{1}{2}$  in ( $\sim 1,27\text{cm}$ ) mà không làm hỏng cấu trúc macro. Ngoài ra, thuật ngữ “dẻo đã phân loại” và “được phân loại là dẻo” chỉ vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể được phân loại là dẻo theo tiêu chuẩn phân loại ASTM C1101 (ASTM International, West Conshohocken, PA).

Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có thể dẻo, rất dẻo, và/hoặc dẻo đã phân loại. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế cũng có thể gấp. Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “có thể gấp” và “tính gấp” chỉ khả năng vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể uốn hoặc gấp  $90^\circ$  hoặc hơn với bán kính uốn cong bằng khoảng 4 in ( $10,16\text{ cm}$ ) hoặc nhỏ hơn, mà không làm hỏng cấu trúc cơ macro. Vật liệu hoặc chế

phẩm gel khí theo sáng chế tốt hơn là dẻo sao cho hợp phần này không cứng và có thể dùng cho và phù hợp với các bề mặt hoặc vật thể ba chiều, hoặc được tạo hình trước thành nhiều hình dạng và cấu trúc khác nhau để đơn giản hóa việc lắp đặt hoặc sử dụng.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “đàn hồi” và “độ đàn hồi” chỉ khả năng vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể quay trở lại ít nhất một phần dạng hoặc kích thước ban đầu sau khi bị làm biến dạng do sự nén, uốn hoặc làm cong. Tính đàn hồi có thể là toàn bộ hoặc một phần, và nó có thể được biểu diễn theo phần trăm phục hồi. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế tốt hơn là có độ đàn hồi lớn hơn 25%, lớn hơn 50%, lớn hơn 60%, lớn hơn 70%, lớn hơn 75%, lớn hơn 80%, lớn hơn 85%, lớn hơn 90%, hoặc lớn hơn 95% quay trở lại dạng hoặc kích thước ban đầu sau khi bị làm biến dạng. Tương tự, thuật ngữ “đàn hồi đã phân loại” và “được phân loại là đàn hồi” chỉ vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế mà có thể được phân loại là dẻo đàn hồi theo tiêu chuẩn phân loại ASTM C1101 (ASTM International, West Conshohocken, PA).

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “tự đỡ” chỉ khả năng vật liệu hoặc chế phẩm gel khí dẻo và/hoặc đàn hồi dựa chủ yếu vào các tính chất vật lý của gel khí và pha gia cố bất kỳ trong chế phẩm gel khí này. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí tự đỡ theo sáng chế có thể được phân biệt với các vật liệu gel khí khác, như lớp phủ, dựa vào chất nền ưu tiên để đem lại độ dẻo và/hoặc độ đàn hồi cho vật liệu.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “độ co” chỉ tỷ số của: 1) sai khác giữa tỷ trọng cuối cùng đo được của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí khô và tỷ trọng đích được tính từ hàm lượng rắn trong dung dịch tiền chất sol-gel, so với 2) tỷ trọng đích được tính từ hàm lượng rắn trong dung dịch tiền chất sol-gel. Độ co có thể được tính bằng phương trình sau:  $\text{Độ co} = [\text{Tỷ trọng cuối cùng (g/cm}^3\text{)} - \text{Tỷ trọng đích (g/cm}^3\text{)}] / [\text{Tỷ trọng đích (g/cm}^3\text{)}]$ . Tốt hơn là, độ co của vật liệu gel khí theo sáng chế tốt hơn là 50% hoặc ít hơn, 25% hoặc ít hơn, 10% hoặc ít hơn, 8% hoặc ít hơn, 6% hoặc ít hơn, 5% hoặc ít hơn, 4% hoặc ít hơn, 3% hoặc ít hơn, 2% hoặc ít hơn, 1% hoặc ít hơn, 0,1% hoặc ít hơn, khoảng 0,01% hoặc ít hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “độ dẫn nhiệt” và “TC” chỉ số đo khả năng của vật liệu hoặc hợp phần trong việc truyền nhiệt giữa hai bề mặt trên ở mỗi bên của vật liệu hoặc hợp phần, với sự chênh lệch nhiệt độ giữa hai bề mặt. Độ dẫn nhiệt được đo cụ thể dưới dạng năng lượng nhiệt được truyền trên mỗi thời gian đơn vị và

mỗi diện tích bề mặt đơn vị, chia cho chênh lệch nhiệt độ. Nó được chỉ ra cụ thể theo đơn vị SI là  $\text{mW/m}^2\text{K}$  (milioát/mét \* độ Kelvin). Độ dẫn nhiệt của vật liệu có thể được xác định bằng phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật, bao gồm, nhưng không giới hạn ở: Phương pháp thử nghiệm tính chất truyền nhiệt trạng thái ổn định bằng thiết bị đo dòng nhiệt (ASTM C518, ASTM International, West Conshohocken, PA); Phương pháp thử nghiệm đo thông lượng nhiệt trạng thái ổn định và các tính chất truyền nhiệt bằng thiết bị đĩa nóng có bảo vệ (ASTM C177, ASTM International, West Conshohocken, PA); Phương pháp thử nghiệm tính chất truyền nhiệt trạng thái ổn định của ống cách nhiệt (ASTM C335, ASTM International, West Conshohocken, PA); Thử nghiệm độ dẫn nhiệt của thiết bị gia nhiệt mỏng (ASTM C1114, ASTM International, West Conshohocken, PA); Xác định độ bền nhiệt bằng đĩa nóng có bảo vệ và phương pháp đo dòng nhiệt (EN 12667, British Standards Institution, United Kingdom); hoặc Xác định độ bền nhiệt trạng thái ổn định và các tính chất liên quan – thiết bị đĩa nóng có bảo vệ (ISO 8203, International Organization for Standardization, Switzerland). Trong phạm vi của sáng chế, thông số đo độ dẫn nhiệt thu được theo chuẩn ASTM C177, ở nhiệt độ bằng khoảng  $37,5^\circ\text{C}$  ở áp suất khí quyển, và độ nén bằng khoảng 2 psi ( $13,8 \cdot 10^{-3}$  MPa), trừ khi được quy định khác. Tốt hơn là, vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có độ dẫn nhiệt bằng khoảng 50  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 40  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 30  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 25  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 20  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 18  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 16  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 14  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 12  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 10  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, khoảng 5  $\text{mW/mK}$  hoặc nhỏ hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “tỷ trọng” chỉ số đo khối lượng trên mỗi thể tích đơn vị của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Thuật ngữ “tỷ trọng” thường chỉ tỷ trọng thực của vật liệu gel khí, cũng như tỷ trọng khối của chế phẩm gel khí. Tỷ trọng thường được thể hiện theo đơn vị  $\text{kg/m}^3$  hoặc  $\text{g/cc}$ . Tỷ trọng của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể được xác định bằng phương pháp đã biết trong lĩnh vực, bao gồm, nhưng không giới hạn ở: Phương pháp thử nghiệm chuẩn đối với kích thước và tỷ trọng của khối được tạo hình trước và sự cách nhiệt kiểu tấm (ASTM C303, ASTM International, West Conshohocken, PA); Phương pháp thử nghiệm chuẩn đối với độ dày và tỷ trọng của lớp phủ hoặc sự cách nhiệt Batt (ASTM C167, ASTM International, West

Conshohocken, PA); hoặc Xác định tỷ trọng biểu kiến của ống cách nhiệt được tạo hình trước (ISO 18098, International Organization for Standardization, Switzerland). Trong phạm vi của sáng chế, thông số đo tỷ trọng thu được theo tiêu chuẩn ASTM C167, trừ khi được quy định khác. Tốt hơn là, vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có tỷ trọng bằng khoảng 0,60 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,50 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,40 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,30 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,25 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,20 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,18 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,16 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,14 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,12 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,10 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,05 g/cc hoặc thấp hơn, khoảng 0,01 g/cc hoặc thấp hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “tính kỵ nước” chỉ số đo khả năng đẩy nước của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí.

Tính kỵ nước của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể được biểu diễn theo độ hấp thụ nước lỏng. Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “độ hấp thụ nước lỏng” chỉ số đo khả năng hấp thụ hoặc theo cách khác là giữ lại nước lỏng của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Độ hấp thụ nước lỏng có thể được biểu diễn dưới dạng phần trăm (theo trọng lượng hoặc thể tích) của nước được hấp thụ hoặc theo cách khác là được giữ lại bởi vật liệu hoặc chế phẩm gel khí khi được tiếp xúc với nước lỏng ở điều kiện đo nhất định. Độ hấp thụ nước lỏng của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể được xác định bằng phương pháp đã biết trong lĩnh vực, bao gồm, nhưng không giới hạn ở: Phương pháp thử nghiệm tiêu chuẩn để xác định đặc điểm lưu nước (tính đẩy) của sợi thủy tinh cách nhiệt (ASTM C1511, ASTM International, West Conshohocken, PA); Phương pháp thử nghiệm tiêu chuẩn đối với khả năng hấp thụ nước bằng cách nhúng vật liệu cách nhiệt (ASTM C1763, ASTM International, West Conshohocken, PA); sản phẩm cách nhiệt để tạo nên các ứng dụng: xác định sự hấp thụ nước ngắn hạn bằng cách nhúng một phần (EN 1609, British Standards Institution, United Kingdom). Trong phạm vi của sáng chế, các số đo về độ hấp thụ nước lỏng thu được theo tiêu chuẩn ASTM C1511, ở áp suất và nhiệt độ môi trường xung quanh, trừ khi được quy định khác. Tốt hơn là, vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có thể có độ hấp thụ nước lỏng theo ASTM C1511 là khoảng 100% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 80% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 60% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 50% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 40% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 30% trọng lượng

hoặc thấp hơn, khoảng 20% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 15% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 10% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 8% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 3% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 2% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 1% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 0,1% trọng lượng hoặc thấp hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có thể có độ hấp thụ nước lỏng theo ASTM C1763 bằng khoảng 100% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 80% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 60% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 50% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 40% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 30% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 20% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 15% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 10% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 8% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 3% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 2% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 1% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 0,1% trọng lượng hoặc thấp hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có độ hấp thụ nước lỏng được cải thiện so với vật liệu hoặc chế phẩm gel khí khác sẽ có phần trăm độ hấp thụ/lưu nước lỏng thấp hơn so với vật liệu hoặc chế phẩm gel khí tham chiếu.

Tính kỵ nước của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể được biểu diễn theo độ hấp thụ hơi nước. Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “độ hấp thụ hơi nước” chỉ số đo khả năng hấp thụ hơi nước của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Độ hấp thụ hơi nước có thể được biểu diễn dưới dạng phần trăm (theo trọng lượng) của nước được hấp thụ hoặc theo cách khác được giữ lại bởi vật liệu hoặc chế phẩm gel khí khi được tiếp xúc với hơi nước ở điều kiện đo nhất định. Độ hấp thụ hơi nước của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể được xác định bởi các phương pháp đã biết trong lĩnh vực, bao gồm, nhưng không giới hạn ở: Phương pháp thử nghiệm tiêu chuẩn đối với việc xác định sự hấp thụ hơi nước của sợi khoáng cách nhiệt không có lớp mặt (ASTM C1104, ASTM International, West Conshohocken, PA). Trong phạm vi của sáng chế, số đo độ hấp thụ hơi nước thu được theo tiêu chuẩn ASTM C1104, ở áp suất và nhiệt độ môi trường xung quanh, trừ khi được quy định khác. Tốt hơn là, vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có thể có độ hấp thụ hơi nước bằng khoảng 50% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 40% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 30% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 20% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 15% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 10% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 8% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng

3% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 2% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 1% trọng lượng hoặc thấp hơn, khoảng 0,1% trọng lượng hoặc thấp hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có độ hấp thụ hơi nước được cải thiện so với vật liệu hoặc chế phẩm gel khí khác sẽ có phần trăm độ hấp thụ/lưu lại hơi nước thấp hơn so với vật liệu hoặc chế phẩm gel khí tham chiếu.

Tính kỵ nước của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể được biểu diễn bằng cách đo góc tiếp xúc cân bằng của giọt nước ở bề mặt chung với bề mặt của vật liệu. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có thể có góc tiếp xúc của nước bằng khoảng  $90^\circ$  hoặc lớn hơn, khoảng  $120^\circ$  hoặc lớn hơn, khoảng  $130^\circ$  hoặc lớn hơn, khoảng  $140^\circ$  hoặc lớn hơn, khoảng  $150^\circ$  hoặc lớn hơn, khoảng  $160^\circ$  hoặc lớn hơn, khoảng  $170^\circ$  hoặc lớn hơn, khoảng  $175^\circ$  hoặc lớn hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “nhiệt cháy” và “HOC” chỉ số đo lượng năng lượng nhiệt được giải phóng trong quá trình cháy của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Nhiệt cháy thường được thể hiện bằng đơn vị calo năng lượng nhiệt được giải phóng với mỗi g vật liệu hoặc chế phẩm gel khí (cal/g), hoặc đơn vị megajun của năng lượng nhiệt được giải phóng với mỗi kilogam vật liệu hoặc chế phẩm gel khí (MJ/kg). Nhiệt cháy của vật liệu hoặc chế phẩm có thể được xác định bằng các phương pháp đã biết trong lĩnh vực, bao gồm, nhưng không giới hạn ở: phản ứng kiểm tra cháy của sản phẩm – Xác định nhiệt cháy tổng (giá trị calo) (ISO 1716, International Organization for Standardization, Switzerland). Trong phạm vi của sáng chế, các thông số đo nhiệt cháy thu được theo các điều kiện tương đương với tiêu chuẩn ISO 1716, trừ khi được quy định khác. Tốt hơn là, chế phẩm gel khí theo sáng chế có thể có nhiệt cháy bằng khoảng 750 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 717 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 700 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 650 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 600 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 575 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 550 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 500 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 450 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 400 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 350 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 300 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 250 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 200 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 150 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 100 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 50 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 25 cal/g hoặc thấp hơn, khoảng 10 cal/g hoặc thấp hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này. Chế phẩm gel khí mà có nhiệt cháy được cải thiện so với chế phẩm gel

khí khác sẽ có giá trị nhiệt cháy thấp hơn so với chế phẩm gel khí tham chiếu.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước”, “nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt” và “ $T_d$ ” chỉ thông số đo nhiệt độ thấp nhất của nhiệt môi trường tại đó các phản ứng tỏa nhiệt từ quá trình phân hủy vật liệu hữu cơ kỵ nước xuất hiện trong vật liệu hoặc chế phẩm. Sự bắt đầu phân hủy nhiệt của vật liệu hoặc chế phẩm có thể được đo bằng cách sử dụng phân tích nhiệt-trọng lượng (TGA). Đường cong TGA của vật liệu mô tả sự giảm trọng lượng (% trọng lượng) của vật liệu khi nó được cho tiếp xúc với sự tăng nhiệt độ xung quanh. Sự bắt đầu phân hủy nhiệt của vật liệu có thể có tương quan với điểm giao nhau của các đường tiếp tuyến sau đây của đường cong TGA: đường tiếp tuyến với đường cơ sở của đường cong TGA, và đường tiếp tuyến với đường cong TGA tại điểm có độ dốc tối đa trong quá trình phân hủy nhanh liên quan đến sự phân hủy vật liệu hữu cơ kỵ nước. Trong phạm vi của sáng chế, các thông số đo sự bắt đầu phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước thu được bằng cách sử dụng phân tích TGA như được nêu trong đoạn này, trừ khi được quy định khác.

Sự bắt đầu phân hủy nhiệt của vật liệu cũng có thể được đo bằng cách sử dụng phân tích đo nhiệt lượng quét vi sai (differential scanning calorimetry-DSC). Đường cong DSC của vật liệu mô tả năng lượng nhiệt (mW/mg) được giải phóng bởi vật liệu khi nó được cho tiếp xúc với nhiệt độ xung quanh tăng dần. Sự bắt đầu phân hủy nhiệt của vật liệu có thể có tương quan với điểm trong đường cong DSC trong đó  $\Delta$  mW/mg (sự thay đổi đầu ra năng lượng nhiệt) tăng tối đa, do đó chỉ ra sự sản sinh nhiệt tỏa nhiệt từ vật liệu gel khí. Trong phạm vi của sáng chế, các thông số đo của sự bắt đầu phân hủy nhiệt bằng cách sử dụng DSC thu được sử dụng tốc độ thay đổi nhiệt độ là 20°C/phút hoặc ít hơn, trừ khi được quy định khác.

Tốt hơn là, vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có nhiệt độ bắt đầu phân hủy nhiệt là khoảng 100°C hoặc cao hơn, khoảng 150°C hoặc cao hơn, khoảng 200°C hoặc cao hơn, khoảng 250°C hoặc cao hơn, khoảng 300°C hoặc cao hơn, khoảng 350°C hoặc cao hơn, khoảng 400°C hoặc cao hơn, khoảng 450°C hoặc cao hơn, khoảng 500°C hoặc cao hơn, khoảng 550°C hoặc cao hơn, khoảng 600°C hoặc cao hơn, khoảng 650°C hoặc cao hơn, khoảng 700°C hoặc cao hơn, khoảng 750°C hoặc cao hơn, khoảng 800°C hoặc cao hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có sự bắt đầu phân hủy nhiệt được cải thiện so với vật liệu



hoặc chế phẩm gel khí khác sẽ có nhiệt độ bắt đầu phân hủy nhiệt cao hơn so với vật liệu hoặc chế phẩm gel khí tham chiếu.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “nhiệt độ tự gia nhiệt” chỉ thông số đo của nhiệt độ thấp nhất của nhiệt môi trường tại đó phản ứng tỏa nhiệt xảy ra ở các điều kiện đo cụ thể trong hệ thống cách nhiệt, như hệ thống cách nhiệt bao gồm vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Trong phạm vi của sáng chế, các thông số đo của nhiệt độ tự gia nhiệt của hệ thống cách nhiệt được đo theo quy trình sau, trừ khi được quy định khác: a) cung cấp hệ thống cách nhiệt hình khối lập phương có kích thước 20mm ở mỗi cạnh; b) đặt thiết bị đo cặp nhiệt ở trung tâm của hệ thống cách nhiệt; và c) phơi hệ thống cách nhiệt dưới đây các nhiệt độ tăng dần cho đến khi xảy ra hiện tượng tỏa nhiệt tự gia nhiệt, được chỉ ra bởi nhiệt độ của thiết bị đo cặp nhiệt vượt quá nhiệt độ phơi bên ngoài của mẫu bởi lượng đủ lớn để chỉ ra hiện tượng tỏa nhiệt tự gia nhiệt trong hệ thống cách nhiệt. Tốt hơn là, vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có nhiệt độ tự gia nhiệt bằng khoảng 100°C hoặc cao hơn, khoảng 150°C hoặc cao hơn, khoảng 200°C hoặc cao hơn, khoảng 250°C hoặc cao hơn, khoảng 300°C hoặc cao hơn, khoảng 350°C hoặc cao hơn, khoảng 400°C hoặc cao hơn, khoảng 450°C hoặc cao hơn, khoảng 500°C hoặc cao hơn, khoảng 550°C hoặc cao hơn, khoảng 600°C hoặc cao hơn, khoảng 650°C hoặc cao hơn, khoảng 700°C hoặc cao hơn, khoảng 750°C hoặc cao hơn, khoảng 800°C hoặc cao hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có nhiệt độ tự gia nhiệt được cải thiện so với vật liệu hoặc chế phẩm gel khí khác sẽ có nhiệt độ tự gia nhiệt cao hơn so với vật liệu hoặc chế phẩm gel khí tham chiếu.

Gel khí được mô tả là khung có cấu trúc liên kết thông thường nhất là bao gồm các oligome, polyme hoặc hạt keo liên kết. Khung gel khí có thể được làm từ nhiều vật liệu tiền chất, bao gồm: vật liệu tiền chất vô cơ (như các tiền chất được sử dụng trong việc sản xuất gel khí gốc silic đioxit); vật liệu tiền chất hữu cơ (như các tiền chất được sử dụng trong việc sản xuất gel khí gốc cacbon); vật liệu tiền chất vô cơ/hữu cơ lai; và kết hợp của chúng. Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “gel khí hỗn hồng” chỉ gel khí được tạo ra từ việc kết hợp hai hoặc nhiều tiền chất gel khác nhau.

Gel khí vô cơ thường được tạo ra từ vật liệu oxit kim loại hoặc alkoxit kim loại. Vật liệu oxit kim loại hoặc alkoxit kim loại có thể được dựa trên các oxit hoặc alkoxit của kim loại bất kỳ mà có thể tạo thành các oxit. Các kim loại này bao gồm, nhưng

không bị giới hạn ở: silic, nhôm, titan, ziriconi, hafni, ytri, vanadi, xeri và kim loại tương tự. Gel khí silic đioxit vô cơ thường được tạo ra thông qua quá trình thủy phân và ngưng tụ các alkoxit gốc silic đioxit (như tetraetoxysilan), hoặc thông qua quá trình tạo gel axit silixic hoặc thủy tinh lỏng. Các vật liệu tiền chất vô cơ liên quan khác để tổng hợp gel khí gốc silic đioxit bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: các silicat kim loại như natri silicat hoặc kali silicat, alkoxysilan, các alkoxysilan được thủy phân một phần, tetraetoxysilan (TEOS), TEOS được thủy phân một phần, polyme ngưng tụ của TEOS, tetrametoxysilan (TMOS), TMOS được thủy phân một phần, polyme ngưng tụ của TMOS, tetra-n-propoxysilan, polyme thủy phân và/hoặc ngưng tụ một phần của tetra-n-propoxysilan, polyetysilicat, polyetysilicat được thủy phân một phần, alkylalkoxy silan dạng monome, bis-trialkoxyl alkyl hoặc aryl silan, polyhedral silsesquioxan, hoặc kết hợp của chúng.

Theo phương án nhất định theo sáng chế, TEOS được thủy phân trước, như Silbond H-5 (SBH5, Silbond Corp), được thủy phân với tỷ lệ nước/silic đioxit bằng khoảng 1,9-2, có thể được sử dụng dưới dạng có bán trên thị trường hoặc có thể được thủy phân thêm trước khi kết hợp vào quy trình tạo gel. TEOS hoặc TMOS được thủy phân một phần, như polyetysilicat (Silbond 40) hoặc polymetysilicat cũng có thể được sử dụng ở dạng có bán trên thị trường hoặc có thể được thủy phân thêm trước khi kết hợp vào quy trình tạo gel.

Gel khí vô cơ cũng có thể bao gồm tiền chất gel chứa ít nhất một nhóm kỵ nước, như alkyl alkoxit kim loại, xycloalkyl alkoxit kim loại, và aryl alkoxit kim loại, có thể truyền hoặc cải thiện các tính chất nhất định trong gel như tính ổn định và tính kỵ nước. Gel khí silic đioxit vô cơ có thể bao gồm cụ thể tiền chất kỵ nước như alkylsilan hoặc arylsilan. Tiền chất gel kỵ nước có thể được sử dụng làm vật liệu tiền chất cơ bản để tạo thành khung của vật liệu gel. Tuy nhiên, tiền chất gel kỵ nước phổ biến nhất là được sử dụng làm các tiền chất đồng thời kết hợp với các alkoxit kim loại đơn trong việc tạo thành gel khí hỗn hống. Vật liệu tiền chất vô cơ kỵ nước để tổng hợp gel khí gốc silic đioxit bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: trimetyl metoxysilan [TMS], dimetyl dimetoxysilan [DMS], methyl trimetoxysilan [MTMS], trimetyl etoxysilan, dimetyl dietoxysilan [DMDS], methyl trietoxysilan [MTES], etyl trietoxysilan [ETES], dietyl dietoxysilan, etyl trietoxysilan, propyl trimetoxysilan, propyl trietoxysilan, phenyl trimetoxysilan, phenyl trietoxysilan [PhTES], hexametyldisilazan và hexaetyldisilazan,

và chất tương tự.

Gel khí cũng có thể được xử lý để truyền cho hoặc cải thiện tính kỵ nước. Việc xử lý kỵ nước có thể được áp dụng cho dung dịch sol-gel, gel ướt trước khi chiết pha lỏng, hoặc cho gel khí sau khi chiết pha lỏng. Việc xử lý kỵ nước đặc biệt phổ biến trong quá trình sản xuất gel khí oxit kim loại, như gel khí silic đioxit. Ví dụ về việc xử lý kỵ nước cho gel được nêu chi tiết hơn dưới đây, cụ thể là trong phần xử lý gel ướt silic đioxit. Tuy nhiên, ví dụ và minh họa cụ thể được nêu trong bản mô tả không được dự định để giới hạn phạm vi phân bố lộ của sáng chế ở kiểu quy trình xử lý kỵ nước hoặc cơ chất gel khí cụ thể bất kỳ. Phân bố lộ của sáng chế có thể bao gồm gel hoặc gel khí bất kỳ đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực, cũng như các phương pháp xử lý kỵ nước kết hợp của gel khí, ở dạng gel ướt hoặc dạng gel khí khô.

Việc xử lý kỵ nước được tiến hành bằng cách cho gốc hydroxy trên gel, như nhóm silanol (Si-OH) có mặt trên khung của gel silic đioxit, phản ứng với nhóm chức của tác nhân tạo tính kỵ nước. Phản ứng tạo ra sẽ chuyển nhóm silanol và tác nhân tạo tính kỵ nước thành nhóm kỵ nước trên khung của gel silic đioxit. Hợp chất tác nhân tạo tính kỵ nước có thể phản ứng với nhóm hydroxyl của gel theo phản ứng sau:  $R_NMX_{4-N}$  (tác nhân tạo tính kỵ nước) + MOH (silanol)  $\rightarrow$  MOMR<sub>N</sub> (nhóm kỵ nước) + HX. Việc xử lý kỵ nước có thể diễn ra cả trên bề mặt lớn bên ngoài của gel silic đioxit, cũng như trên bề mặt lỗ bên trong nằm trong mạng lưới lỗ của gel.

Gel có thể được nhúng trong hỗn hợp chứa tác nhân tạo tính kỵ nước và dung môi xử lý kỵ nước tùy ý, trong đó tác nhân tạo tính kỵ nước tan được, và cũng có thể trộn lẫn với dung môi gel trong gel ướt. Nhiều loại dung môi xử lý kỵ nước có thể được sử dụng, bao gồm các dung môi như metanol, etanol, isopropanol, xylen, toluen, benzen, dimetylformamit, và hexan. Tác nhân tạo tính kỵ nước ở dạng lỏng hoặc dạng khí cũng có thể được cho tiếp xúc trực tiếp với gel để đem lại tính kỵ nước.

Quy trình xử lý kỵ nước có thể bao gồm bước trộn hoặc khuấy để giúp tác nhân tạo tính kỵ nước thấm vào gel ướt. Quy trình xử lý kỵ nước cũng có thể bao gồm bước thay đổi các điều kiện khác như nhiệt độ và pH để tăng cường thêm và tối ưu hóa các phản ứng xử lý. Sau khi phản ứng hoàn thành, gel ướt được rửa để loại bỏ các hợp chất chưa phản ứng và các sản phẩm phụ của phản ứng.

Tác nhân tạo tính kỵ nước để xử lý kỵ nước của gel khí thường là hợp chất có công thức:  $R_NMX_{4-N}$ ; trong đó M là kim loại; R là nhóm kỵ nước như  $CH_3$ ,  $CH_2CH_3$ ,

$C_6H_6$ , hoặc các gốc alkyl, xycloalkyl, hoặc aryl kỵ nước tương tự; và X là halogen, thường là Cl. Ví dụ cụ thể về tác nhân tạo tính kỵ nước bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: trimethylclosilan [TMCS], triethylclosilan [TECS], triphenylclosilan [TPCS], dimethylclosilan [DMCS], dimethyldiclosilan [DMDCS], và tác nhân tương tự. Tác nhân tạo tính kỵ nước cũng có thể có công thức:  $Y(R_3M)_2$ ; trong đó M là kim loại; Y là nhóm bắc cầu như NH hoặc O; và R là nhóm kỵ nước như  $CH_3$ ,  $CH_2CH_3$ ,  $C_6H_6$ , hoặc gốc alkyl, xycloalkyl, hoặc aryl kỵ nước tương tự. Ví dụ cụ thể về tác nhân tạo tính kỵ nước này bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: hexametyldisilazan [HMDZ] và hexametyldisiloxan [HMDSO]. Tác nhân tạo tính kỵ nước còn có thể bao gồm hợp chất có công thức:  $R_NMV_{4-N}$ , trong đó V là nhóm phản ứng hoặc nhóm rời chuyển khác ngoài halogen. Ví dụ cụ thể về các tác nhân tạo tính kỵ nước này bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: vinyltrietoxysilan và vinyltrimetoxysilan.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “silic liên kết kỵ nước” chỉ nguyên tử silic bên trong khung của gel hoặc gel khí bao gồm ít nhất một nhóm kỵ nước liên kết cộng hóa trị với nguyên tử silic. Ví dụ về silic liên kết kỵ nước bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, nguyên tử silic trong nhóm silic đioxit bên trong khung gel được tạo thành từ tiền chất gel chứa ít nhất một nhóm kỵ nước (như MTES hoặc DMDS). Silic liên kết kỵ nước còn có thể bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, nguyên tử silic trong khung gel hoặc trên bề mặt gel được xử lý bằng tác nhân tạo tính kỵ nước (như HMDZ) để đem lại hoặc cải thiện tính kỵ nước bằng cách kết hợp nhóm kỵ nước bổ sung vào hợp phần. Nhóm kỵ nước theo sáng chế bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, nhóm methyl, nhóm etyl, nhóm propyl, nhóm isopropyl, nhóm butyl, nhóm isobutyl, nhóm tertbutyl, nhóm octyl, nhóm phenyl, hoặc các nhóm hữu cơ kỵ nước được thể hoặc không được thể khác đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “nhóm kỵ nước”, “vật liệu hữu cơ kỵ nước”, và “hàm lượng hữu cơ kỵ nước” loại trừ cụ thể nhóm alkoxy liên kết silic hữu cơ dễ dàng thủy phân được trên khung của vật liệu gel là sản phẩm của các phản ứng giữa các dung môi hữu cơ và nhóm silanol.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “nhóm kỵ nước béo”, “vật liệu hữu cơ kỵ nước béo”, và “hàm lượng hữu cơ kỵ nước béo” mô tả nhóm kỵ nước trên silic liên kết kỵ nước được giới hạn ở hydrocacbon béo, bao gồm, nhưng không giới hạn ở các gốc hydrocacbon chứa 1-40 nguyên tử cacbon có thể là no hoặc không no (nhưng không

thơm), có thể bao gồm gốc mạch thẳng, phân nhánh, vòng (bao gồm được dung hợp, tạo cầu, và đa vòng được dung hợp spiro), hoặc hỗn hợp của chúng, như các gốc alkyl, alkenyl, alkynyl, (xycloalkyl)alkyl, (xycloalkenyl)alkyl, hoặc (xycloalkyl)alkenyl, và các gốc béo khác loại (trong đó một hoặc nhiều nguyên tử cacbon độc lập được thay bằng một hoặc nhiều nguyên tử được chọn từ nhóm gồm oxy, lưu huỳnh, nitơ hoặc phospho). Theo phương án nhất định theo sáng chế, ít nhất 50% vật liệu hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí chứa nhóm kỵ nước béo.

Lượng silic liên kết kỵ nước có trong gel khí có thể được phân tích bằng cách sử dụng quang phổ NMR, như NMR trạng thái rắn  $^{29}\text{Si}$  CP/MAS. Phân tích NMR của gel khí cho phép mô tả đặc điểm và định lượng tương đối: silic liên kết kỵ nước kiểu M (silic đioxit đơn chức, như các dẫn xuất TMS); silic liên kết kỵ nước kiểu D (silic đioxit hai chức, như các dẫn xuất DMDS); silic liên kết kỵ nước kiểu T (silic đioxit ba chức, như các dẫn xuất MTES); và silic kiểu Q (silic đioxit bốn chức, như các dẫn xuất TEOS). Phân tích NMR cũng có thể được sử dụng để phân tích hóa học liên kết của silic liên kết kỵ nước có trong gel khí bằng cách phân loại các kiểu silic liên kết kỵ nước cụ thể thành các kiểu phụ (như phân loại silic liên kết kỵ nước kiểu T thành loại  $T^1$ ,  $T^2$  và  $T^3$ ). Chi tiết cụ thể liên quan đến phân tích NMR của vật liệu silic đioxit có thể được tìm thấy trong bài báo “Applications of Solid-State NMR to the Study of Organic/Inorganic Multicomponent Materials” by Geppi et al., cụ thể là các trang 7-9 (Appl. Spec. Rev. (2008), 44-1: 1-89), được kết hợp vào bản mô tả bằng cách viện dẫn theo các trang được trích dẫn cụ thể.

Việc mô tả đặc điểm của silic liên kết kỵ nước trong phân tích NMR CP/MAS  $^{29}\text{Si}$  có thể dựa trên các pic dịch chuyển hóa học sau đây:  $M^1$  (30 đến 10 ppm);  $D^1$  (10 đến -10 ppm),  $D^2$  (-10 đến -20 ppm);  $T^1$  (-30 đến -40 ppm),  $T^2$  (-40 đến -50 ppm),  $T^3$  (-50 đến -70 ppm);  $Q^2$  (-70 đến -85 ppm),  $Q^3$  (-85 đến -95 ppm),  $Q^4$  (-95 đến -110 ppm). Các pic dịch chuyển hóa học này là giá trị gần đúng và là ví dụ mẫu và không nhằm giới hạn hoặc tuyệt đối. Các pic dịch chuyển hóa học chính xác có thể quy cho nhiều loại silic khác nhau trong vật liệu có thể phụ thuộc vào các thành phần hóa học cụ thể của vật liệu, và thường có thể được giải mã nhờ vào thử nghiệm thông thường và phân tích bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này.

Vật liệu gel khí theo sáng chế có thể có tỷ lệ  $T^1\text{-}T^3$  từ khoảng 0,01 đến khoảng 0,5, từ khoảng 0,01 đến khoảng 0,3, hoặc từ khoảng 0,1 đến khoảng 0,3. Tỷ lệ  $T^1\text{-}T^3$  là

tỷ lệ của hỗn hợp gồm loại  $T^1$  và  $T^2$  so với loại  $T^3$ . Lượng  $T^1$ ,  $T^2$  và  $T^3$  có thể được định lượng bởi toàn bộ các pic dịch chuyển hóa học riêng rẽ được kết hợp tương ứng với loại  $T^1$ , loại  $T^2$  hoặc loại  $T^3$  trong phân tích NMR  $^{29}\text{Si}$ , như đã nêu ở trên. Vật liệu gel khí theo sáng chế có thể có tỷ lệ  $Q^{2-3}:Q^4$  nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,5, trong khoảng từ 0,1 đến 2,0, trong khoảng từ 0,1 đến 1,5, trong khoảng từ 0,1 đến 1,0, hoặc trong khoảng từ 0,5 đến 1,0. Tỷ lệ  $Q^{2-3}:Q^4$  là tỷ lệ của hỗn hợp gồm loại  $Q^2$  và  $Q^3$  so với loại  $Q^4$ . Lượng  $Q^2$ ,  $Q^3$  và  $Q^4$  có thể được định lượng bởi toàn bộ các pic dịch chuyển hóa học riêng rẽ được kết hợp tương ứng với loại  $Q^2$ , loại  $Q^3$  hoặc loại  $Q^4$  trong phân tích NMR  $^{29}\text{Si}$ , như đã nêu ở trên.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “lượng hữu cơ kỵ nước” chỉ lượng vật liệu hữu cơ kỵ nước liên kết với khung trong vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Lượng hữu cơ kỵ nước của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể được biểu diễn dưới dạng phần trăm trọng lượng của lượng vật liệu hữu cơ kỵ nước trên gel khí khung so với tổng lượng vật liệu trong vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Lượng hữu cơ kỵ nước có thể được tính bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này dựa vào bản chất và các nồng độ tương đối của vật liệu được sử dụng trong việc tạo ra vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Lượng hữu cơ kỵ nước cũng có thể được đo bằng cách sử dụng phân tích nhiệt trọng (TGA) trong môi trường khí trơ. Cụ thể, phần trăm vật liệu hữu cơ kỵ nước trong gel khí có thể có tương quan với phần trăm hao hụt trọng lượng trong vật liệu hoặc chế phẩm gel khí kỵ nước khi được đưa qua nhiệt độ nhiệt cháy trong quá trình phân tích TGA, với các điều chỉnh được thực hiện với sự hao hụt hơi ẩm, hao hụt dung môi còn lại, và hao hụt nhóm alkoxy dễ thủy phân trong quá trình phân tích TGA.

Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế có thể có lượng hữu cơ kỵ nước bằng 50% trọng lượng hoặc thấp hơn, 40% trọng lượng hoặc thấp hơn, 30% trọng lượng hoặc thấp hơn, 25% trọng lượng hoặc thấp hơn, 20% trọng lượng hoặc thấp hơn, 15% trọng lượng hoặc thấp hơn, 10% trọng lượng hoặc thấp hơn, 8% trọng lượng hoặc thấp hơn, 6% trọng lượng hoặc thấp hơn, 5% trọng lượng hoặc thấp hơn, 4% trọng lượng hoặc thấp hơn, 3% trọng lượng hoặc thấp hơn, 2% trọng lượng hoặc thấp hơn, 1% trọng lượng hoặc thấp hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này.

Thuật ngữ “lượng nhiên liệu” chỉ tổng lượng vật liệu dễ cháy trong vật liệu hoặc chế phẩm gel khí, có thể có tương quan với tổng phần trăm hao hụt trọng lượng trong

vật liệu hoặc chế phẩm gel khí khi được đưa qua nhiệt độ nhiệt chảy trong quá trình phân tích TGA hoặc phân tích TG-DSC, với các điều chỉnh được thực hiện đối với sự hao hụt hơi ẩm. Lượng nhiên liệu của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể bao gồm lượng hữu cơ kỵ nước, cũng như các vật liệu dễ cháy khác như dung môi rượu dư, vật liệu làm chất độn, vật liệu gia cố và nhóm alkoxy dễ thủy phân.

Gel khí hữu cơ thường được tạo ra từ tiền chất polyme gốc cacbon. Các vật liệu polyme này bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: resorcinol formaldehyt (RF), polyimit, polyacrylat, polymetyl metacrylat, acrylat oligome, polyoxyalkylen, polyuretan, polyphenol, polybutadian, polydimetylsiloxan có đầu tận là trialkoxysilyl, polystyren, polyacrylonitril, polyfurfural, melamin-formaldehyt, cresol formaldehyt, phenol-furfural, polyete, polyol, polyisoxyanat, polyhydroxybenzen, dialdehyt rượu polyvinyl, polyxyanurat, polyacrylamit, các loại epoxit, aga, agaroza, chitosan, và các kết hợp của chúng. Một ví dụ, gel khí RF hữu cơ thường được tạo ra từ quá trình polyme hóa sol-gel của resorcinol hoặc melamin với formaldehyt ở các điều kiện kiềm.

Gel khí lai hữu cơ/vô cơ chứa chủ yếu là gel khí ormosil (silic đioxit-silic đioxit biến đổi hữu cơ). Các vật liệu ormosil bao gồm các thành phần hữu cơ liên kết cộng hóa trị với mạng lưới silic đioxit. Các ormosil thường được tạo ra nhờ vào quá trình thủy phân và ngưng tụ các silan biến đổi hữu cơ,  $R-Si(OX)_3$ , với tiền chất alkoxit truyền thống,  $Y(OX)_4$ . Trong các công thức này: X có thể là, ví dụ,  $CH_3$ ,  $C_2H_5$ ,  $C_3H_7$ ,  $C_4H_9$ ; Y có thể là, ví dụ, Si, Ti, Zr, hoặc Al; và R có thể là nhóm hữu cơ bất kỳ như metyl, etyl, propyl, butyl, isopropyl, metacrylat, acrylat, vinyl, epoxit, và tương tự. Các thành phần hữu cơ trong gel khí ormosil cũng có thể được phân tán qua hoặc liên kết hóa học với mạng lưới silic đioxit.

Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ "ormosil" bao gồm các vật liệu như nêu trên cũng như các vật liệu gốm biến đổi hữu cơ khác, đôi khi được gọi là "ormocer". Các ormosil thường được sử dụng làm lớp phủ trong đó màng ormosil được đặt lên trên vật liệu cơ chất thông qua, ví dụ, việc xử lý sol-gel. Ví dụ về các gel khí lai hữu cơ-vô cơ theo sáng chế bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, silic đioxit-polyete, silic đioxit-PMMA, silic đioxit-chitosan, cacbua, nitrua, và các kết hợp khác của các hợp chất tạo thành gel khí hữu cơ và vô cơ nêu trên. Đơn sáng chế Mỹ số công bố 20050192367 (đoạn [0022]-[0038] và [0044]-[0058]) bao gồm phần bộc lộ về các vật liệu hữu cơ-vô cơ lai này, và được kết hợp vào bản mô tả bằng cách viện dẫn theo các phần và đoạn

được trích dẫn riêng rẽ.

Gel khí theo sáng chế tốt hơn là gel khí silic đioxit vô cơ được tạo thành chủ yếu từ dung dịch rượu của silicat este được thủy phân được tạo ra từ silic alkoxit. Tuy nhiên, toàn bộ phần bộc lộ này có thể được thực hiện với chế phẩm gel khí bất kỳ khác đã biết trong lĩnh vực này, và không bị giới hạn ở vật liệu tiền chất bất kỳ hoặc hỗn hợp hỗn hống của các vật liệu tiền chất.

Việc tạo ra gel khí thường bao gồm các bước sau: i) tạo ra dung dịch sol-gel; ii) tạo gel từ dung dịch sol-gel; và iii) tách dung môi từ vật liệu gel nhờ quá trình xử lý và tách chiết cải tiến, để thu được vật liệu gel khí khô. Quá trình này được đề cập đến chi tiết hơn dưới đây, cụ thể là trường hợp tạo gel khí vô cơ như gel khí silic đioxit. Tuy nhiên, ví dụ và minh họa cụ thể được đưa ra trong bản mô tả không nhằm giới hạn phần bộc lộ của sáng chế ở kiểu gel khí và/hoặc phương pháp điều chế cụ thể bất kỳ. Phần bộc lộ của sáng chế bao gồm gel khí bất kỳ được tạo bởi phương pháp điều chế kết hợp bất kỳ đã biết trong lĩnh vực này.

Bước đầu tiên trong việc tạo ra gel khí vô cơ thường là tạo ra dung dịch sol-gel thông qua quá trình thủy phân và ngưng tụ tiền chất alkoxit kim loại trong dung môi gốc rượu. Các thay đổi chính trong quá trình tạo thành gel khí vô cơ bao gồm kiểu tiền chất alkoxit có trong dung dịch sol-gel, bản chất của dung môi, nhiệt độ và pH xử lý dung dịch sol-gel (có thể được thay đổi bằng cách bổ sung axit hoặc bazơ), và tỷ lệ tiền chất/dung môi/nước trong dung dịch sol-gel. Việc kiểm soát các thay đổi này trong quá trình tạo ra dung dịch sol-gel có thể cho phép kiểm soát sự phát triển và kết tụ khung gel trong quá trình chuyển tiếp sau đó của vật liệu gel từ trạng thái “sol” sang trạng thái “gel”. Mặc dù các tính chất của gel khí thu được được tác động bởi pH của dung dịch tiền chất và tỷ lệ mol của chất phản ứng, pH bất kỳ và tỷ lệ mol bất kỳ cho phép tạo thành gel có thể được sử dụng trong phần bộc lộ của sáng chế.

Dung dịch sol-gel được tạo ra bằng cách kết hợp ít nhất một tiền chất tạo gel với dung môi. Dung môi thích hợp để sử dụng trong việc tạo thành dung dịch sol-gel bao gồm các rượu thấp có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn là 2 đến 4, mặc dù các dung môi khác có thể được sử dụng như đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Ví dụ về các dung môi hữu ích bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: metanol, etanol, isopropanol, etyl axetat, etyl axetoaxetat, axeton, diclometan, tetrahydrofuran, và dung môi tương tự. Nhiều dung môi cũng có thể được kết hợp để thu được mức độ



phân tán mong muốn hoặc để tối ưu hóa các tính chất của vật liệu gel. Việc lựa chọn các dung môi tối ưu cho bước tạo thành sol-gel và gel do đó phụ thuộc vào tiền chất, chất độn và chất phụ gia cụ thể được kết hợp vào dung dịch sol-gel; cũng như các điều kiện xử lý đích để tạo gel và chiết pha lỏng, và các tính chất mong muốn của vật liệu gel khi cuối cùng.

Nước cũng có thể có mặt trong dung dịch tiền chất-dung môi. Nước có vai trò thủy phân tiền chất alkoxit kim loại thành tiền chất hydroxit kim loại. Phản ứng thủy phân có thể là (bằng cách sử dụng TEOS trong dung môi etanol làm ví dụ):  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 + 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Si}(\text{OH})_4 + 4(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})$ . Tiền chất hydroxit kim loại được thủy phân thu được vẫn nằm lơ lửng trong dung dịch dung môi ở trạng thái "sol", hoặc dưới dạng các phân tử riêng biệt hoặc dưới dạng cụm các phân tử dạng keo được polyme hóa nhỏ (hoặc oligome hóa). Ví dụ, polyme hóa/ngưng tụ tiền chất  $\text{Si}(\text{OH})_4$  có thể xảy ra như sau:  $2\text{Si}(\text{OH})_4 = (\text{OH})_3\text{Si}-\text{O}-\text{Si}(\text{OH})_3 + \text{H}_2\text{O}$ . Quá trình polyme hóa này có thể tiếp tục cho đến khi cụm phân tử  $\text{SiO}_2$  (silic đioxit) đã polyme hóa (hoặc oligome hóa) dạng keo được tạo ra.

Axit và bazơ có thể được kết hợp vào dung dịch sol-gel để kiểm soát pH của dung dịch, và xúc tác các phản ứng thủy phân và ngưng tụ của vật liệu tiền chất. Mặc dù có thể sử dụng axit bất kỳ để xúc tác các phản ứng của tiền chất và thu được dung dịch có pH thấp hơn, vẫn ưu tiên các axit bao gồm:  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , axit oxalic và axit axetic. Tương tự, có thể sử dụng bazơ bất kỳ để xúc tác các phản ứng của tiền chất và thu được dung dịch có pH cao hơn, trong đó bazơ được ưu tiên là  $\text{NH}_4\text{OH}$ .

Dung dịch sol-gel có thể bao gồm các tiền chất đồng tạo gel bổ sung, cũng như vật liệu chất độn và các phụ gia khác. Vật liệu chất độn và các phụ gia khác có thể được phân phối trong dung dịch sol-gel ở điểm bất kỳ trước hoặc trong quá trình tạo thành gel. Vật liệu chất độn và các phụ gia khác cũng có thể được kết hợp vào vật liệu gel sau khi tạo gel nhờ vào các kỹ thuật khác nhau đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Tốt hơn là, dung dịch sol-gel chứa tiền chất tạo gel, dung môi, chất xúc tác, nước, vật liệu chất độn và các phụ gia khác là dung dịch đồng nhất có khả năng tạo gel hiệu quả ở điều kiện thích hợp.

Khi dung dịch sol-gel được tạo thành và được tối ưu hóa, các thành phần tạo gel trong sol-gel có thể được chuyển thành vật liệu gel. Quá trình chuyển đổi các thành phần tạo gel thành vật liệu gel bao gồm bước tạo gel ban đầu trong đó gel hóa rắn lên

đến điểm gel của vật liệu gel. Điểm gel của vật liệu gel có thể được xem xét là điểm ở đó dung dịch tạo gel có tính chống chảy và/hoặc tạo thành khung polyme về cơ bản là liên tục trong toàn bộ thể tích của nó. Khoảng kỹ thuật tạo gel là đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Ví dụ bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: việc duy trì hỗn hợp ở trạng thái tĩnh trong khoảng thời gian đủ; điều chỉnh pH của dung dịch; điều chỉnh nhiệt độ của dung dịch; điều khiển dạng năng lượng lên hỗn hợp (cực tím, khả kiến, hồng ngoại, vi sóng, siêu âm, bức xạ hạt, điện từ); hoặc kết hợp của chúng.

Quá trình chuyển đổi các thành phần tạo gel thành vật liệu gel cũng có thể bao gồm bước già hóa (còn được gọi là đóng rắn) trước khi chiết pha lỏng. Việc già hóa vật liệu gel sau khi nó đạt đến điểm gel còn có thể làm khỏe thêm khung gel bằng cách làm tăng số lượng các liên kết ngang bên trong mạng lưới. Thời gian già hóa gel có thể được điều chỉnh để kiểm soát các tính chất khác nhau trong vật liệu gel khi thu được. Quá trình già hóa này có thể hữu ích trong việc ngăn chặn sự hao hụt thể tích và độ co có thể xảy ra trong quá trình chiết pha lỏng. Việc già hóa có thể bao gồm: duy trì gel (trước khi chiết) ở trạng thái tĩnh trong giai đoạn kéo dài; duy trì gel ở nhiệt độ tăng; thêm các hợp chất thúc đẩy liên kết ngang; hoặc kết hợp bất kỳ các bước này. Nhiệt độ ưu tiên để già hóa thường nằm trong khoảng từ 10°C đến 100°C. Việc già hóa vật liệu gel thường tiếp tục cho đến khi chiết pha lỏng của vật liệu gel ướn.

Khoảng thời gian chuyển đổi vật liệu tạo gel thành vật liệu gel bao gồm cả thời gian tạo thành gel ban đầu (từ lúc bắt đầu tạo gel lên đến khi đạt được điểm gel), cũng như thời gian đóng rắn và già hóa sau đó của vật liệu gel trước khi chiết pha lỏng (từ điểm gel đến lúc bắt đầu chiết pha lỏng). Tổng thời gian chuyển đổi từ vật liệu tạo gel thành vật liệu gel thường nằm trong khoảng từ 1 phút đến vài ngày, tốt hơn là khoảng 30 giờ hoặc ngắn hơn, khoảng 24 giờ hoặc ngắn hơn, khoảng 15 giờ hoặc ngắn hơn, khoảng 10 giờ hoặc ngắn hơn, khoảng 6 giờ hoặc ngắn hơn, khoảng 4 giờ hoặc ngắn hơn, khoảng 2 giờ hoặc ngắn hơn, khoảng 1 giờ hoặc ngắn hơn, khoảng 30 phút hoặc ngắn hơn, hoặc khoảng 15 phút hoặc ngắn hơn.

Vật liệu gel thu được có thể được rửa trong dung môi bậc hai thích hợp để thay thế dung môi phản ứng bậc một có trong gel ướn. Các dung môi bậc hai này có thể là rượu đơn chức mạch thẳng có 1 hoặc nhiều nguyên tử cacbon béo, rượu hai chức có 2 hoặc nhiều nguyên tử cacbon, rượu mạch phân nhánh, rượu mạch vòng, rượu vòng béo,

rượu thơm, rượu đa chức, ete, keton, ete mạch vòng hoặc dẫn xuất của chúng.

Khi vật liệu gel được tạo thành và xử lý, pha lỏng của gel sau đó có thể được chiết ít nhất một phần từ gel ướt bằng cách sử dụng phương pháp chiết, bao gồm các kỹ thuật xử lý và chiết cải tiến, để tạo thành vật liệu gel khí. Chiết pha lỏng, trong số các yếu tố khác, đóng vai trò quan trọng trong việc thiết kế các đặc điểm của gel khí, như độ xốp và tỷ trọng, cũng như các tính chất liên quan như độ dẫn nhiệt. Nhìn chung, gel khí thu được khi pha lỏng được chiết từ gel theo cách làm cho mạng lưới lỗ và khung của gel ướt có độ co ngót thấp.

Gel khí thường được tạo ra bằng cách loại bỏ pha động lỏng ra khỏi vật liệu gel ở nhiệt độ và áp suất gần hoặc cao hơn điểm tới hạn của pha động lỏng. Khi đạt đến điểm tới hạn (gần tới hạn) hoặc vượt qua điểm tới hạn (siêu tới hạn) (nghĩa là áp suất và nhiệt độ của hệ thống lần lượt bằng hoặc cao hơn áp suất tới hạn và nhiệt độ tới hạn) sẽ xuất hiện pha siêu tới hạn mới trong chất lỏng khác biệt so với pha lỏng hoặc pha hơi. Sau đó, dung môi có thể được loại bỏ mà không cần đưa vào bề mặt chung lỏng-hơi, áp suất mao dẫn, hoặc các giới hạn chuyển khối kết hợp bất kỳ thường được kết hợp với biên lỏng-hơi. Ngoài ra, nhìn chung pha siêu tới hạn có khả năng trộn với dung môi hữu cơ tốt hơn, do đó có khả năng chiết tốt hơn. Các trao đổi đồng dung môi và dung môi cũng thường được sử dụng để tối ưu hóa quá trình làm khô chất lỏng siêu tới hạn.

Nếu bước bay hơi hoặc chiết xảy ra ở dưới điểm siêu tới hạn, lực mao dẫn tạo ra bởi sự bay hơi chất lỏng có thể làm co và xếp lỗ trong vật liệu gel. Việc duy trì pha động gần hoặc cao hơn áp suất và nhiệt độ tới hạn trong quá trình chiết dung môi sẽ làm giảm các tác động xấu của lực mao dẫn. Theo phương án nhất định của sáng chế, việc sử dụng các điều kiện gần tới hạn ngay dưới điểm tới hạn của hệ dung môi có thể cho phép tạo ra vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có độ co thấp thích hợp, nhờ đó tạo ra thành phẩm có thể tồn tại trên thị trường.

Một vài kỹ thuật chiết gel khí khác đã biết trong lĩnh vực này, bao gồm nhiều phương pháp khác nhau trong việc sử dụng chất lỏng siêu tới hạn để làm khô gel khí. Ví dụ, Kistler (J. Phys. Chem. (1932) 36: 52-64) mô tả quy trình chiết siêu tới hạn đơn giản trong đó dung môi gel được giữ ở áp suất và nhiệt độ cao hơn áp suất và nhiệt độ tới hạn của nó, nhờ đó giảm được lực mao dẫn làm bay hơi và duy trì tính toàn vẹn cấu trúc mạng lưới gel. Patent Mỹ số 4,610,863 mô tả quy trình chiết trong đó dung môi gel được trao đổi với cacbon đioxit lỏng và sau đó được chiết ở điều kiện trong đó cacbon

điôxit ở trạng thái siêu tới hạn. Patent Mỹ số 6670402 bộc lộ bước chiết pha lỏng từ gel thông qua sự trao đổi dung môi nhanh bằng cách phun cacbon điôxit siêu tới hạn (hơn là chất lỏng) vào thiết bị chiết đã được gia nhiệt sơ bộ và tạo áp trước đến các điều kiện về cơ bản là siêu tới hạn hoặc cao hơn, nhờ đó tạo ra gel khí. Patent Mỹ số 5962539 mô tả quy trình thu nhận gel khí từ vật liệu polyme ở dạng sol-gel trong dung môi hữu cơ, bằng cách trao đổi dung môi hữu cơ đối với chất lỏng có nhiệt độ tới hạn thấp hơn nhiệt độ phân hủy polyme, và chiết ở điều kiện siêu tới hạn chất lỏng/sol-gel. Patent Mỹ số 6315971 bộc lộ quy trình tạo ra chế phẩm gel bao gồm bước: làm khô gel ướt chứa gel rắn và chất làm khô để loại bỏ chất làm khô này ở điều kiện làm khô thích hợp để làm giảm độ co của gel trong quá trình làm khô. Patent Mỹ số 5420168 mô tả quy trình nhờ đó gel khí Resorcinol/Formaldehyt có thể được sản xuất bằng cách sử dụng quy trình làm khô bằng không khí đơn giản. Patent Mỹ số 5565142 mô tả kỹ thuật làm khô trong đó bề mặt gel được biến đổi để mạnh hơn và tính kỵ nước cao hơn, sao cho khung gel và lỗ có thể chống lại hiện tượng bị xẹp trong quá trình làm khô ở môi trường xung quanh hoặc chiết chưa tới hạn. Ví dụ khác về việc chiết pha lỏng từ vật liệu gel khí có thể tìm thấy trong Patent Mỹ số 5275796 và 5395805.

Một phương án được ưu tiên để chiết pha lỏng từ gel ướt sử dụng điều kiện siêu tới hạn của cacbon điôxit, bao gồm, ví dụ: đầu tiên trao đổi chủ yếu dung môi bậc một trong mạng lưới lỗ của gel với cacbon điôxit lỏng; và sau đó gia nhiệt gel ướt (thường trong nồi hấp) qua nhiệt độ tới hạn của cacbon điôxit (khoảng 31,06°C) và tăng áp suất của hệ thống lên đến áp suất lớn hơn áp suất tới hạn của cacbon điôxit (khoảng 1070 psig). Áp suất quanh vật liệu gel có thể dao động nhẹ để hỗ trợ việc loại bỏ chất lỏng cacbon điôxit siêu tới hạn ra khỏi gel. Cacbon điôxit có thể được tuần hoàn qua hệ thống chiết để hỗ trợ việc loại bỏ tiếp tục dung môi bậc một ra khỏi gel ướt. Cuối cùng, nhiệt độ và áp suất chuyển từ từ sang điều kiện môi trường xung quanh để tạo ra vật liệu gel khí khô. Cacbon điôxit cũng có thể được xử lý sơ bộ thành trạng thái siêu tới hạn trước khi được phun vào buồng chiết.

Một ví dụ về phương pháp khác để tạo ra gel khí bao gồm bước axit hóa tiền chất oxit kim loại bazơ (như natri silicat) trong nước để tạo thành hydrogel. Các sản phẩm phụ là muối có thể được loại bỏ ra khỏi tiền chất axit silixic bằng sự trao đổi ion và/hoặc bằng cách rửa gel đã tạo thành từ đó bằng nước. Việc loại bỏ nước ra khỏi các lỗ gel có thể được thực hiện thông qua việc trao đổi với dung môi hữu cơ phân cực như

etanol, metanol, hoặc axeton. Pha lỏng trong gel sau đó được chiết ít nhất một phần bằng cách sử dụng các kỹ thuật xử lý và chiết cải tiến.

Ví dụ khác về phương pháp thay thế để tạo ra gel khí bao gồm bước làm giảm lực áp suất mao dẫn gây hư hại tại bề mặt chung dung môi/lỗ bằng sự biến đổi hóa học của vật liệu nền ở trạng thái gel ướt thông qua sự chuyển hóa của nhóm hydroxyl bề mặt thành các trimethylsilyl ether kỵ nước, nhờ đó cho phép chiết pha lỏng từ vật liệu gel ở nhiệt độ và áp suất thấp hơn điểm tới hạn của dung môi.

Việc sản xuất quy mô lớn vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể phức tạp bởi nhiều khó khăn liên quan đến sự tạo thành liên tục vật liệu gel ở quy mô lớn; cũng như những khó khăn liên quan đến bước chiết pha lỏng từ vật liệu gel với lượng lớn sử dụng các kỹ thuật xử lý và chiết cải tiến. Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế tốt hơn là thích ứng với việc sản xuất ở quy mô lớn. Theo phương án nhất định, vật liệu gel theo sáng chế có thể được tạo ra ở quy mô lớn thông qua quá trình đúc liên tục và tạo gel. Theo phương án nhất định, vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế được sản xuất ở quy mô lớn cần đến việc sử dụng các bình chiết quy mô lớn. Các bình chiết quy mô lớn theo sáng chế có thể bao gồm các bình chiết có thể tích bằng khoảng 0,1 m<sup>3</sup> hoặc lớn hơn, khoảng 0,25 m<sup>3</sup> hoặc lớn hơn, khoảng 0,5 m<sup>3</sup> hoặc lớn hơn, hoặc khoảng 0,75 m<sup>3</sup> hoặc lớn hơn.

Chế phẩm gel khí theo sáng chế có thể có độ dày bằng 15 mm hoặc nhỏ hơn, 10 mm hoặc nhỏ hơn, 5 mm hoặc nhỏ hơn, 3 mm hoặc nhỏ hơn, 2 mm hoặc nhỏ hơn, hoặc 1 mm hoặc nhỏ hơn.

Vật liệu hoặc chế phẩm gel khí khô có thể được xử lý thêm để tối ưu hóa các tính chất nhắm đến của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Theo phương án nhất định, chế phẩm gel khí khô có thể được đưa qua một hoặc nhiều lần xử lý nhiệt, như nhiệt phân, để tạo ra chế phẩm gel khí đã được xử lý nhiệt. Bước xử lý nhiệt được kiểm soát cẩn thận có thể được sử dụng để làm giảm hoặc làm ổn định lượng nhiên liệu hydrocarbon của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí, mà có thể cải thiện các tính chất HOC và T<sub>d</sub> tương ứng của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí. Theo phương án nhất định, bước xử lý nhiệt của chế phẩm gel khí khô có thể diễn ra ở khoảng nhiệt độ, áp suất, thời gian, và điều kiện môi trường khí.

Theo phương án nhất định theo sáng chế, chế phẩm gel khí khô có thể được đưa qua nhiệt độ xử lý bằng 200°C hoặc cao hơn, 250°C hoặc cao hơn, 300°C hoặc cao hơn,

350°C hoặc cao hơn, 400°C hoặc cao hơn, 450°C hoặc cao hơn, 500°C hoặc cao hơn, 550°C hoặc cao hơn, 600°C hoặc cao hơn, 650°C hoặc cao hơn, 700°C hoặc cao hơn, 750°C hoặc cao hơn, 800°C hoặc cao hơn, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này.

Theo phương án nhất định theo sáng chế, chế phẩm gel khí khô có thể được đưa qua một hoặc nhiều lần xử lý nhiệt trong khoảng thời gian 3 giờ hoặc lâu hơn, trong khoảng từ 10 giây đến 3 giờ, trong khoảng từ 10 giây đến 2 giờ, trong khoảng từ 10 giây đến 1 giờ, trong khoảng từ 10 giây đến 45 phút, trong khoảng từ 10 giây đến 30 phút, trong khoảng từ 10 giây đến 15 phút, trong khoảng từ 10 giây đến 5 phút, trong khoảng từ 10 giây đến 1 phút, trong khoảng từ 1 phút đến 3 giờ, trong khoảng từ 1 phút đến 1 giờ, trong khoảng từ 1 phút đến 45 phút, trong khoảng từ 1 phút đến 30 phút, trong khoảng từ 1 phút đến 15 phút, trong khoảng từ 1 phút đến 5 phút, trong khoảng từ 10 phút đến 3 giờ, trong khoảng từ 10 phút đến 1 giờ, trong khoảng từ 10 phút đến 45 phút, trong khoảng từ 10 phút đến 30 phút, trong khoảng từ 10 phút đến 15 phút, trong khoảng từ 30 phút đến 3 giờ, trong khoảng từ 30 phút đến 1 giờ, trong khoảng từ 30 phút đến 45 phút, trong khoảng từ 45 phút đến 3 giờ, trong khoảng từ 45 phút đến 90 phút, trong khoảng từ 45 phút đến 60 phút, trong khoảng từ 1 giờ đến 3 giờ, trong khoảng từ 1 giờ đến 2 giờ, trong khoảng từ 1 giờ đến 90 phút, hoặc trong khoảng giữa bất kỳ hai trong số các giá trị này.

Theo phương án nhất định theo sáng chế, chế phẩm gel khí khô có thể được đưa qua nhiệt độ xử lý nằm trong khoảng từ 200°C đến 750°C trong khoảng thời gian từ 10 giây đến 3 giờ.

Bước xử lý nhiệt của vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể diễn ra trong môi trường khí oxy giảm. Trong phạm vi của sáng chế, thuật ngữ “môi trường khí oxy giảm” chỉ môi trường khí chứa oxy có nồng độ theo thể tích bằng 10% thể tích hoặc thấp hơn (thấp hơn lượng oxy không khí xung quanh ở điều kiện tiêu chuẩn). Môi trường khí oxy giảm có thể bao gồm môi trường khí được tạo áp dương mà có nồng độ tăng của các khí trơ, bao gồm (nhưng không giới hạn ở) nitơ, argon, heli, neon, argon và xenon. Môi trường khí oxy giảm cũng có thể bao gồm môi trường chân không có nồng độ oxy giảm, bao gồm môi trường chân không và chân không một phần. Môi trường khí oxy giảm còn có thể bao gồm các môi trường khí được chứa trong vật chứa trong đó sự cháy hữu hạn tiêu thụ một phần lượng oxy trong môi trường khí bị bịt kín. Môi trường

khí oxy giảm có thể chứa 10% thể tích oxy hoặc thấp hơn, 8% thể tích oxy hoặc thấp hơn, 6% thể tích oxy hoặc thấp hơn, 5% thể tích oxy hoặc thấp hơn, 4% thể tích oxy hoặc thấp hơn, 3% thể tích oxy hoặc thấp hơn, 2% thể tích oxy hoặc thấp hơn, hoặc 1% thể tích oxy hoặc thấp hơn. Môi trường khí oxy giảm có thể chứa khoảng từ 0,1 đến 10% thể tích oxy, khoảng từ 0,1 đến 5% thể tích oxy, khoảng từ 0,1 đến 3% thể tích oxy, khoảng từ 0,1 đến 2% thể tích oxy, hoặc khoảng từ 0,1 đến 1% thể tích oxy. Theo một phương án của sáng chế, vật liệu hoặc chế phẩm gel khí kỵ nước được xử lý nhiệt trong môi trường khí oxy giảm chứa từ khoảng 85% đến khoảng 99,9% khí trơ (như nitơ). Theo phương án ưu tiên của sáng chế, chế phẩm gel khí kỵ nước khô được xử lý nhiệt trong môi trường khí oxy giảm chứa từ khoảng 95% đến khoảng 99,9% khí trơ (như nitơ) ở nhiệt độ từ khoảng 200°C đến khoảng 800°C trong khoảng thời gian từ khoảng 1 phút đến khoảng 3 giờ.

Bước xử lý nhiệt vật liệu hoặc chế phẩm gel khí có thể gây bất lợi lớn cho nhiều tính chất khác nhau của vật liệu gel khí nhất định. Ví dụ: Rao et al (J. Sol-Gel Sci. Tech., 2004, 30:141-147) bộc lộ vật liệu gel khí được làm từ các tiền chất TEOS với nhiều chất phản ứng kỵ nước (bao gồm MTMS, MTES, TMES, PhTES, ETES, DMCS, TMCS và HMDZ) được bổ sung thông qua quá trình đồng tạo gel và tạo dẫn xuất bề mặt để tạo ra tính kỵ nước, nhưng tất cả đều mất tính kỵ nước khi bị phơi ở nhiệt độ trên 310°C (trừ trường hợp đồng gel (co-gel) DMCS, có sự ổn định ở nhiệt độ tối đa là 390°C, và đồng gel PhTES, có sự ổn định ở nhiệt độ tối đa là 520°C); Liu et al. (J. Sol-Gel Sci. Tech., 2012, 62:126-133) bộc lộ vật liệu gel khí làm từ tiền chất natri silicat được xử lý với HMDZ để tạo ra tính kỵ nước, nhưng mất tính kỵ nước khi bị phơi ở nhiệt độ trên 430°C trong môi trường khí tiêu chuẩn; Zhou et al. (Inorg. Mat., 2008, 44-9:976-979) bộc lộ vật liệu gel khí làm từ tiền chất TEOS được xử lý với TMCS để tạo ra tính kỵ nước, nhưng mất tính kỵ nước khi bị phơi ở nhiệt độ trên 500°C trong môi trường khí tiêu chuẩn. Theo một phương án, bước xử lý nhiệt vật liệu hoặc chế phẩm gel khí theo sáng chế được giới hạn ở việc phơi ở nhiệt độ dưới 950°C, dưới 900°C, dưới 850°C, dưới 800°C, dưới 750°C, dưới 700°C, dưới 650°C hoặc dưới 600°C.

Theo phương án nhất định, sáng chế đề xuất vật liệu gel khí, hợp phần và phương pháp xử lý cho phép gia nhiệt có kiểm soát để làm giảm hoặc làm ổn định lượng nhiên liệu hydrocacbon của vật liệu gel khí (nhờ đó cải thiện các tính chất của vật liệu gel khí như HOC và  $T_d$ ); và cũng cho phép vật liệu gel khí giữ được mức độ kỵ

nước về chức năng ở nhiệt độ cao, bao gồm việc phơi ở các nhiệt độ khoảng 550°C hoặc cao hơn, và phơi ở các nhiệt độ khoảng 650°C hoặc cao hơn.

Phương án theo sáng chế có thể được thực hiện bằng cách sử dụng các kỹ thuật xử lý, chiết và xử lý bất kỳ được nêu trong bản mô tả, cũng như các kỹ thuật xử lý, chiết và xử lý khác đã biết với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này để tạo ra gel khí, vật liệu giống gel khí, và chế phẩm gel khí như được xác định trong bản mô tả.

Chế phẩm gel khí có thể được gia cường bằng sợi với nhiều vật liệu gia cường sợi khác nhau để đạt được sản phẩm composit dẻo hơn, đàn hồi hơn và thích hợp hơn. Vật liệu gia cường sợi có thể được bổ sung vào gel ở điểm bất kỳ trong quá trình tạo gel để tạo ra chế phẩm gel ướt, có sợi. Sau đó, chế phẩm gel ướt này có thể được làm khô để tạo ra chế phẩm gel khí được gia cường bằng sợi. Vật liệu gia cường sợi có thể ở dạng sợi riêng rẽ, vật liệu dệt, vật liệu không dệt, bông vải, lưới, đệm, và vải nỉ. Việc gia cường sợi có thể được làm từ các vật liệu sợi hữu cơ, vật liệu sợi vô cơ, hoặc kết hợp các vật liệu này.

Theo phương án ưu tiên, vật liệu gia cường sợi không dệt được kết hợp vào chế phẩm gel khí dưới dạng tấm liên tục của vật liệu gia cường dạng sợi liên kết hoặc sợi bện. Quá trình này bao gồm bước đầu tiên là tạo ra tấm liên tục của gel được gia cường sợi bằng cách đúc hoặc nhúng dung dịch tiền chất gel vào tấm liên tục của vật liệu gia cường sợi liên kết hoặc sợi bện. Sau đó, pha lỏng có thể được chiết ít nhất một phần từ tấm gel được gia cường sợi để tạo ra chế phẩm gel khí được gia cường sợi, giống tấm.

Chế phẩm gel khí cũng có thể bao gồm chất bảo vệ để giảm thành phần bức xạ từ việc truyền nhiệt. Ở thời điểm bất kỳ trước khi tạo gel, các hợp chất bảo vệ hoặc tiền chất của chúng có thể được phân tán vào hỗn hợp chứa tiền chất gel. Ví dụ về hợp chất bảo vệ bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: Bo Cacbua [B<sub>4</sub>C], Diatomit, Mangan ferit, MnO, NiO, SnO, Ag<sub>2</sub>O, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, muội than, titan oxit, sắt titan oxit, nhôm oxit, ziriconi silicat, ziriconi oxit, sắt (II) oxit, sắt (III) oxit, mangan đioxit, sắt titan oxit (ilmenit), crom oxit, cacbua (như SiC, TiC hoặc WC), hoặc hỗn hợp của chúng. Ví dụ về tiền chất của hợp chất bảo vệ bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở: TiOSO<sub>4</sub> hoặc TiOCl<sub>2</sub>.

Vật liệu và chế phẩm gel khí theo sáng chế có hiệu quả cao làm vật liệu cách ly. Tuy nhiên, việc ứng dụng các phương pháp và vật liệu theo sáng chế không bị giới hạn ở các ứng dụng liên quan đến sự cách ly. Các phương pháp và vật liệu theo sáng chế có thể được áp dụng cho hệ thống bất kỳ hoặc ứng dụng bất kỳ có lợi từ việc kết hợp các



tính chất hoặc quá trình được cung cấp bởi vật liệu và phương pháp theo sáng chế.

Ví dụ dưới đây sẽ đưa ra các phương án và các tính chất khác nhau không nhằm giới hạn theo sáng chế.

### Ví dụ thực hiện sáng chế

#### Ví dụ 1

Natri silicat loại K được sử dụng làm tiền chất, có tỷ lệ  $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$  là 2,88 theo trọng lượng, và chứa 31,7% trọng lượng  $\text{SiO}_2$  và 11% trọng lượng  $\text{Na}_2\text{O}$ . Natri metylsiliconat có sẵn dưới dạng  $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$  30% trong nước. Natri silicat và natri metylsiliconat được kết hợp sao cho 31,4% khối gel khí tạo ra có nguồn gốc từ natri metylsiliconat ( $\text{SiO}_{1.5}\text{CH}_3$  từ  $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$ ), với lượng hữu cơ kỵ nước mong muốn là 7,0% trọng lượng trong vật liệu gel khí.

Hỗn hợp này được pha loãng bằng nước trước khi bổ sung vào  $\text{H}_2\text{SO}_4$  32% sao cho thu được 9,68% trọng lượng chất rắn silic đioxit (6,64% trọng lượng  $\text{SiO}_2$  và 3,04% trọng lượng  $\text{SiO}_{1.5}\text{CH}_3$ ) trong sol đã axit hóa. Cả  $\text{H}_2\text{SO}_4$  và  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  được làm lạnh đến  $10^\circ\text{C}$  trong bể đá. Thêm từ từ  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  vào  $\text{H}_2\text{SO}_4$  đồng thời khuấy nhanh. Việc bổ sung tỏa nhiệt này được thực hiện ở tốc độ sao cho nhiệt độ không lúc nào vượt quá  $12^\circ\text{C}$  để tránh sự tạo gel. Sol được làm lạnh đến  $4^\circ\text{C}$  để kết tủa  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  nhất định. Nhiệt độ của dung dịch được giữ ở  $4^\circ\text{C}$ . Để kết tủa thêm natri sulfat, bổ sung etanol ở lượng tương đương 68,7% thể tích sol nước, sao cho tỷ lệ mol của các thành phần trong sol Si (từ thủy tinh lỏng):Si (từ metyl siliconat):EtOH: $\text{H}_2\text{O}$ : $\text{H}_2\text{SO}_4$  là 1:0,409:2,34:6,97:0,156.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  được loại bỏ ngay bằng lọc chân không.

Gel được đúc ở tỷ trọng gel khí đích là 0,07-0,08 g/cc bằng cách bổ sung amoni hydroxit loãng (10% thể tích của  $\text{NH}_4\text{OH}$  28% trong nước) làm chất xúc tác. 85% thể tích sol, 5% thể tích EtOH, và 10% thể tích chất xúc tác được sử dụng (được bổ sung trong vài giây). Sau khi thêm chất xúc tác, sol được khuấy ở tốc độ 300 vòng/phút trong 30 giây, sau đó đổ vào pha gia cường sợi và để cho tạo gel. Sau khi đóng rắn trong khoảng 1 giờ, vật liệu gel khí được đặt trong bể EtOH với tỷ lệ thể tích EtOH:gel là 3:1 trong 6 giờ để làm giảm lượng nước trước khi già hóa. Sau đó, chúng được già hóa trong 14 giờ ở  $68^\circ\text{C}$  trong chất lỏng già hóa etanol chứa 0,8% trọng lượng/thể tích  $\text{NH}_3$  ở tỷ lệ chất lỏng:gel là 3:1. Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với  $\text{CO}_2$  siêu tới hạn, và sau đó sấy khô trong 2 giờ ở  $110^\circ\text{C}$ .

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron, dày khoảng 10 mm với tỷ trọng bằng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

#### Ví dụ 2

Các sol được tạo ra bằng cách đồng thủy phân TEOS và MTES trong EtOH và H<sub>2</sub>O với chất xúc tác axit. Tỷ lệ mol của vật liệu sol được điều chỉnh để thu được gel khí với khoảng 7,0% trọng lượng chất hữu cơ trong vật liệu gel khí. Sol được khuấy trong 4 giờ ở 60°C, sau đó làm mát đến nhiệt độ trong phòng. Có khoảng 3% thể tích sol hao hụt trong quá trình thủy phân, và EtOH được bổ sung vào để đưa sol về thể tích ban đầu của nó.

Thêm NH<sub>4</sub>OH 0,5M vào sol đã kết hợp, với tỷ trọng gel khí đích là 0,07-0,08 g/cc. Sol được đổ vào pha gia cường sợi và để cho tạo gel. Sau khi đóng rắn trong khoảng 1 giờ, vật liệu gel khí được già hóa trong khoảng 16 giờ ở 68°C trong chất lỏng già hóa etanol chứa 0,8% trọng lượng/thể tích NH<sub>3</sub> ở tỷ lệ chất lỏng:gel là 3:1. Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với CO<sub>2</sub> siêu tới hạn, và sau đó được sấy khô trong 2 giờ ở 110°C.

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron, dày khoảng 10 mm với tỷ trọng bằng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn là khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

#### Ví dụ 3

Các sol được tạo ra bằng cách đồng thủy phân TEOS và MTES trong EtOH và H<sub>2</sub>O với chất xúc tác axit. Tỷ lệ mol của vật liệu sol được điều chỉnh để thu được gel khí có khoảng 7,0% trọng lượng chất hữu cơ trong vật liệu gel khí. Sol được khuấy trong 4 giờ ở 60°C, sau đó làm mát đến nhiệt độ trong phòng. Bo cacbua [B<sub>4</sub>C], muối than, mangan đioxit, titan oxit, hoặc ziriconi silicat được kết hợp vào các mẻ riêng rẽ của sol đã kết hợp, sau đó được khuấy trong thời gian không ngắn hơn 1 giờ.

NH<sub>4</sub>OH 0,5M được bổ sung vào sol đã kết hợp, với tỷ trọng gel khí đích là 0,07-0,08 g/cc. Sol được đổ vào pha gia cường sợi và để cho tạo gel. Sau khi đóng rắn trong khoảng 1 giờ, vật liệu gel khí được già hóa trong khoảng 16 giờ ở 68°C trong chất lỏng

già hóa etanol chứa 0,8 % trọng lượng/thể tích  $\text{NH}_3$  ở tỷ lệ chất lỏng:gel là 3:1. Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với  $\text{CO}_2$  siêu tới hạn, và sau đó được sấy khô trong 2 giờ ở  $110^\circ\text{C}$ .

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron, dày khoảng 10 mm với tỷ trọng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn là khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

#### Ví dụ 4

Sol polyetylsilic đioxit được tạo ra bằng cách thủy phân TEOS trong EtOH và  $\text{H}_2\text{O}$  với chất xúc tác axit, và sau đó khuấy ở nhiệt độ môi trường trong thời gian không ngắn hơn 6 giờ. Sol polymetylsilsesquioxan được tạo ra bằng cách thủy phân MTES trong EtOH và  $\text{H}_2\text{O}$  với chất xúc tác axit, và sau đó được khuấy ở nhiệt độ môi trường trong thời gian không ngắn hơn 6 giờ. Các sol polyetylsilicat (TEOS) và polymetylsilsesquioxan (MTES) được kết hợp để thu được gel khí có khoảng 10-11% trọng lượng chất hữu cơ. Bột silic cacbua (F1200 Grit) hoặc bột titan đioxit được kết hợp vào các mẻ riêng rẽ của sol đã kết hợp, với tỷ lệ trọng lượng sol:bột khoảng 15:1. Sol đã kết hợp được khuấy trong thời gian không ngắn hơn 1 giờ.

Thêm  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5M vào sol đã kết hợp, với tỷ trọng đích của gel khí cuối cùng là 0,07-0,08 g/cc. Sol được đổ vào pha gia cường sợi thủy tinh không dệt, và để cho tạo gel. Vật liệu gel khí được già hóa trong thời gian không ngắn hơn 10 giờ trong chất lỏng già hóa etanol chứa 0,5% trọng lượng/thể tích  $\text{NH}_3$ . Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với  $\text{CO}_2$  siêu tới hạn, và sau đó sấy trong nhiệt thông thường ở khoảng  $180^\circ\text{C}$ .

Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

#### Ví dụ 5

Sol polyetylsilicat được tạo ra bằng cách thủy phân TEOS trong EtOH và  $\text{H}_2\text{O}$  với chất xúc tác axit, và sau đó được khuấy ở nhiệt độ môi trường trong thời gian không ngắn hơn 6 giờ. Sol polymetylsilsesquioxan được tạo ra bằng cách thủy phân MTES trong EtOH và  $\text{H}_2\text{O}$  với chất xúc tác axit, và sau đó được khuấy ở nhiệt độ môi trường

trong thời gian không ngắn hơn 6 giờ. Các sol polyetylsilicat (TEOS) và polymetylsilsesquioxan (MTES) được kết hợp để thu được gel khí có khoảng 10-11% trọng lượng chất hữu cơ. Sắt oxit, titan cacbua, diatomit, mangan ferit hoặc sắt titan oxit được kết hợp vào các mẻ riêng rẽ của sol đã kết hợp. Sol đã kết hợp được khuấy trong thời gian không ngắn hơn 1 giờ.

Thêm  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5M vào sol đã kết hợp, với tỷ trọng đích của gel khí cuối cùng là 0,07-0,08 g/cc. Sol được đổ vào pha gia cường sợi thủy tinh, không dẹt và để cho tạo gel. Vật liệu gel khí được già hóa trong thời gian không ngắn hơn 10 giờ trong chất lỏng già hóa etanol chứa 0,5% trọng lượng/thể tích  $\text{NH}_3$ . Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với  $\text{CO}_2$  siêu tới hạn, và sau đó sấy trong nhiệt thông thường ở khoảng  $180^\circ\text{C}$ .

Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

#### Ví dụ 6

Các sol được tạo ra bằng cách đồng thủy phân TEOS và chất kỵ nước silan hữu cơ, trong EtOH và axit oxalic nước 1mM. Các tiền chất đồng thời của chất kỵ nước silan hữu cơ có thể được chọn từ các chất sau: methyl trimetoxysilan (MTMS), methyl trietoxysilan (MTES), trimethyl etoxysilan (TMES), etyl trietoxysilan (ETES), và phenyl trietoxysilan (PhTES). Trong ví dụ này, PhTES được sử dụng là chất kỵ nước silan hữu cơ. Tỷ lệ mol EtOH:H<sub>2</sub>O:axit oxalic được giữ không đổi ở  $5:7:1,26 \times 10^{-4}$ , với axit oxalic được đưa vào cùng nước dưới dạng axit oxalic 1mM. Tỷ lệ mol của TEOS và PhTES được đưa ra để thu được gel khí có 8,0 và 9,0% trọng lượng chất hữu cơ kỵ nước trong mỗi trường hợp, và tỷ trọng đích là 0,07-0,08 g/cc. Tỷ lệ mol của các thành phần sol đối với hai chế phẩm này PhTES:TEOS:EtOH:H<sub>2</sub>O:axit oxalic lần lượt là  $0,0719:1:8,98:12,57:2,26 \times 10^{-4}$  và  $0,0825:1:9,18:12,85:2,31 \times 10^{-4}$ .

Các sol được khuấy trong 15 phút, sau đó được đúc vào pha gia cường sợi, và để cho tạo gel trong lò ở  $60^\circ\text{C}$ . Sau khi đông rắn trong 21-33 giờ ở  $60^\circ\text{C}$ , vật liệu gel khí được già hóa trong 22 giờ ở  $68^\circ\text{C}$  trong chất lỏng già hóa etanol chứa 0,8% trọng lượng/thể tích  $\text{NH}_3$  ở tỷ lệ chất lỏng:gel là 3:1. Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với  $\text{CO}_2$  siêu tới hạn, và sau đó được sấy khô trong 2 giờ ở  $110^\circ\text{C}$ .

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron,

dày khoảng 10 mm với tỷ trọng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

#### Ví dụ 7

Các sol được tạo ra bằng cách đồng thủy phân TEOS và PhTES trong MeOH với chất xúc tác axit oxalic nước 1mM. Tỷ lệ mol của MeOH:H<sub>2</sub>O:axit oxalic được giữ không đổi ở 66:7:1,26x10<sup>-4</sup>, với axit oxalic được đưa vào cùng nước dưới dạng axit oxalic 1mM. Tỷ trọng đích là 0,07-0,08 g/cc với tất cả các chế phẩm. Lượng PhTES được thay đổi để thu được gel khí với lượng hữu cơ đích là 7,0, 11,0, hoặc 19,0% trọng lượng. Tỷ lệ mol của các thành phần sol đối với các chế phẩm này TEOS:PhTES:MeOH:H<sub>2</sub>O:axit oxalic lần lượt là 1:0,062:16,57:1,76:3,16x10<sup>-5</sup>, 1:0,105:18,15:1,93:3,47x10<sup>-5</sup>, và 1:0,217:22,18:2,35:4,24x10<sup>-5</sup>. Các sol được khuấy trong 24 giờ ở 28°C.

Bổ sung sol được thủy phân, NH<sub>4</sub>OH 1 M vào gel ở lượng cộng thêm 1 mol H<sub>2</sub>O cho mỗi mol H<sub>2</sub>O trong bước trước đó. Việc bổ sung này góp phần tạo ra 0,0316, 0,0347, hoặc 0,0424 mol NH<sub>4</sub>OH với mỗi mol TEOS lần lượt cho các chế phẩm chất hữu cơ 7,0, 11,0, và 19,0% trọng lượng. Các sol được khuấy trong 3 phút, sau đó được đổ vào pha gia cường sợi, và để cho tạo gel ở 28°C. Các gel được đóng rắn ở nhiệt độ trong phòng trong 2 ngày, sau đó ngâm trong bể ethanol trong 4 ngày với sự thay mới ethanol mỗi 24 giờ. Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với CO<sub>2</sub> siêu tới hạn, và sau đó được sấy khô trong 2 giờ ở 110°C.

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron, dày khoảng 10 mm với tỷ trọng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

#### Ví dụ 8

Các sol được tạo ra bằng cách đồng thủy phân tetramethylorthosilicat (TMOS) và PhTES trong MeOH với chất xúc tác NH<sub>4</sub>OH 86mM. Tỷ lệ mol giữa các dung môi và chất xúc tác MeOH:H<sub>2</sub>O:NH<sub>4</sub>OH được giữ không đổi ở 11:5:3,7x10<sup>-3</sup>, với NH<sub>4</sub>OH được đưa vào cùng nước là NH<sub>4</sub>OH 86mM. Tỷ trọng đích là 0,07-0,08 g/cc với tất cả các chế phẩm. Lượng PhTES được thay đổi để thu được gel khí có lượng hữu cơ đích là 7,0, 11,0, hoặc 19,0% trọng lượng. Tỷ lệ mol của các thành phần sol với các chế phẩm

này TMOS:PhTES:MeOH:H<sub>2</sub>O:NH<sub>4</sub>OH lần lượt là 1:0,062:16,61:7,55:5,59x10<sup>-3</sup>, 1:0,105:18,04: 8,20:6,07x10<sup>-3</sup>, và 1:0,217:21,78:9,90:7,33x10<sup>-3</sup>.

Các sol được khuấy trong 15 phút, sau đó được đổ vào pha gia cường sợi, và để cho tạo gel. Các gel được đông rắn ở nhiệt độ trong phòng trong 3 ngày, sau đó ngâm trong bể etanol trong 4 ngày với sự thay mới etanol mỗi 24 giờ. Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với CO<sub>2</sub> siêu tới hạn, và sau đó được sấy khô trong 2 giờ ở 110°C.

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron, dày khoảng 10 mm với tỷ trọng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

#### Ví dụ 9

Các sol được tạo ra bằng cách đồng thủy phân TEOS và 1,2-bis(trietoxysilyl)etan (BTESE) trong EtOH và H<sub>2</sub>O với chất xúc tác HCl 1M. Gel khí với lượng hữu cơ 7,0, 8,0, hoặc 9,0% trọng lượng thu được bằng cách sử dụng tỷ lệ mol TEOS:BTESE:EtOH:H<sub>2</sub>O:HCl lần lượt là 1:0,223:13,84:3,46:2,42x10<sup>-3</sup>, 1:0,275:15,04:3,76:2,63x10<sup>-3</sup>, và 1:0,334:16,24:4,06:2,84x10<sup>-3</sup>. Trong mỗi trường hợp, tỷ lệ giữa các dung môi và chất xúc tác EtOH:H<sub>2</sub>O:HCl được giữ không đổi ở 8:2:1,4x10<sup>-3</sup> trong khi lượng BTESE được thay đổi. Sol được khuấy trong 4 giờ ở 60°C, sau đó làm mát đến nhiệt độ trong phòng. Có khoảng 3% thể tích sol hao hụt trong quá trình thủy phân, và EtOH được thêm vào để đưa sol về thể tích ban đầu của nó.

Bổ sung sol được thủy phân, NH<sub>4</sub>OH loãng vào gel sao cho sol đúc cuối cùng chứa 8,0% thể tích NH<sub>4</sub>OH 0,5M, và tỷ trọng đích của gel khí cuối cùng là 0,07-0,08 g/cc. Sol được đổ vào pha gia cường sợi và để cho tạo gel. Sau khi đông rắn trong khoảng 1 giờ, vật liệu gel khí được già hóa trong khoảng 16 giờ ở 68°C trong chất lỏng già hóa etanol chứa 0,8% trọng lượng/thể tích NH<sub>3</sub> ở tỷ lệ chất lỏng:gel là 3:1. Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với CO<sub>2</sub> siêu tới hạn, và sau đó được sấy khô trong 2 giờ ở 110°C.

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron, dày khoảng 10 mm với tỷ trọng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

## Ví dụ 10

Natri silicat loại K được sử dụng làm tiền chất, có tỷ lệ  $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$  là 2,88 theo trọng lượng, và chứa 31,7% trọng lượng  $\text{SiO}_2$  và 11% trọng lượng  $\text{Na}_2\text{O}$ . Tiền chất natri silicat trước tiên được pha loãng bằng nước, sau đó được bổ sung vào  $\text{H}_2\text{SO}_4$  32%. Dung dịch thu được chứa 10,34% trọng lượng  $\text{SiO}_2$ , 1,34M  $\text{Na}^+$ , và 1,50M  $\text{H}^+$  trong sol axit hóa. Cả  $\text{H}_2\text{SO}_4$  và  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  được làm lạnh đến  $10^\circ\text{C}$  trong bể đá, sau đó thêm từ từ  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  vào dung dịch  $\text{H}_2\text{SO}_4$  đồng thời khuấy nhanh. Việc bổ sung tỏa nhiệt này được thực hiện ở tốc độ sao cho nhiệt độ không bao giờ vượt quá  $12^\circ\text{C}$  để tránh sự tạo gel. Sol được làm lạnh đến  $4^\circ\text{C}$  để kết tủa một phần  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ . Nhiệt độ của dung dịch được giữ ở  $4^\circ\text{C}$ .

THF được bổ sung ở lượng cho đến khi có 6,72% trọng lượng  $\text{SiO}_2$  trong sol cuối, nhờ đó kết tủa thêm  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  kết tủa được loại bỏ ngay bằng lọc chân không, và  $\text{NaCl}$  được bổ sung vào dung dịch sol đã lọc cho đến khi sol được bão hòa.  $\text{NaCl}$  làm tách pha nước và pha hữu cơ. 95%  $\text{H}_2\text{O}$  được loại ra khỏi pha hữu cơ, và 100%  $\text{SiO}_2$  được chia nhỏ vào pha hữu cơ. Pha hữu cơ được tách, với lượng chất rắn mong đợi khoảng 0,18 g  $\text{SiO}_2/\text{mL}$ . Etanol được bổ sung ở lượng tương đương với 104% thể tích lớp THF, sao cho tỷ lệ mol của các thành phần trong sol là 1(Si):6,256(EtOH):0,975( $\text{H}_2\text{O}$ ):4,115(THF).

Dung dịch sol tiền chất MTES được chuẩn bị, bao gồm: 69,4% trọng lượng MTES với  $\text{H}_2\text{O}:\text{Si}$  là 2,7 (tỷ lệ mol) và axit axetic 70 mM (99,7%) được pha loãng với EtOH, tạo ra lượng chất rắn mong muốn 26% trọng lượng [ $\text{SiO}_{1.5}(\text{CH}_3)$ ]. Tỷ lệ mol của MTES:EtOH: $\text{H}_2\text{O}:\text{HOAc}$  là 1:0,624:2,703:0,0199. Sol được khuấy trong 5 giờ trong bình cách nhiệt, sau đó dừng bằng cách làm lạnh.

Sol axit silixic 85,9% thể tích (1a) và sol MTES 14,1% thể tích (1b) được kết hợp và được khuấy trong 2 giờ, với 31,4% trọng lượng mong đợi của khối gel khí cuối cùng thu được từ thành phần kỵ nước ( $\text{SiO}_{1.5}\text{CH}_3$  từ MTES), và lượng hữu cơ kỵ nước mong đợi là 7,0% trọng lượng.

Gel được đúc ở tỷ trọng gel khí đích là 0,07-0,08 g/cc bằng cách bổ sung EtOH và amoni hydroxit loãng (2,5% thể tích  $\text{NH}_4\text{OH}$  28% trong nước) làm chất xúc tác. Dung dịch sol 67% thể tích, EtOH 21% thể tích, và dòng chất xúc tác 12% thể tích được sử dụng (được bổ sung trong vài giây). Sau khi thêm chất xúc tác, sol được khuấy ở tốc độ 300 vòng/phút trong 30 giây, sau đó được đổ vào pha gia cường sợi và để cho

tạo gel. Sau khi đóng rắn trong khoảng 1 giờ, vật liệu gel khí được già hóa trong khoảng 16 giờ ở 68°C trong chất lỏng già hóa etanol chứa 0,8% trọng lượng/thể tích  $\text{NH}_3$  ở tỷ lệ chất lỏng:gel là 3:1. Các cupôn được đưa qua bước chiết dung môi với siêu tới hạn  $\text{CO}_2$ , và sau đó được sấy khô trong 2 giờ ở 110°C.

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron, dày khoảng 10 mm với tỷ trọng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc).

#### Ví dụ 11

Natri silicat loại K được sử dụng, có  $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$  bằng 2,88 theo trọng lượng, chứa 31,7% trọng lượng  $\text{SiO}_2$  và 11% trọng lượng  $\text{Na}_2\text{O}$ , và có tỷ trọng bằng 1,48 g/mL. Nó trước tiên được pha loãng bằng nước sao cho dung dịch được pha loãng chứa 22,1% trọng lượng thủy tinh lỏng ban đầu (7,0% trọng lượng  $\text{SiO}_2$ ). Natri silicat loãng được trao đổi ion bằng cách đưa nó qua nhựa  $\text{Na}^+$  amberlit. Sau đó, axit silixic thu được được tạo gel bằng cách bổ sung  $\text{H}_2\text{O}$  và chất xúc tác  $\text{NH}_4\text{OH}$  1M sao cho  $\text{H}_2\text{O}$  loãng và dòng chất xúc tác lần lượt cấu thành nên 6,9% thể tích và 0,4% thể tích của hydrosol cuối cùng. Sol được khuấy ở tốc độ 300 vòng/phút trong 30 giây trước khi đổ vào pha gia cường sợi và tạo gel. Tỷ lệ mol của  $\text{Si}:\text{H}_2\text{O}:\text{NH}_3$  là 1:47,8:0,0016 và tỷ trọng gel khí silic đioxit đích là 0,07-0,08 g/cc. Gel được già hóa ở 50°C trong 3 giờ. Việc trao đổi dung môi được tiến hành ba lần trong 36 giờ, sau đó etanol được trao đổi với hexan ba lần trong 36 giờ.

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron, dày khoảng 10 mm với tỷ trọng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08, không bao gồm việc xử lý kỵ nước).

Bước xử lý kỵ nước của gel ướt được thực hiện với một trong số các chất silyl hóa kỵ nước sau: metyltrimetoxysilan (MTMS), metyltriethoxysilan (MTES), vinyltrimetoxysilan (VTMS), phenyltrimetoxysilan (PhTMS), phenyltriethoxysilan (PhTES), hoặc dimetyldimethoxysilan (DMDMS). Bước silan hóa gel được tiến hành trong bể hexan chứa 20% thể tích chất kỵ nước ở 50°C trong 24 giờ bằng cách sử dụng tỷ lệ chất lỏng:gel 4:1. Tỷ lệ mol của chất kỵ nước trong chất lỏng so với Si trong gel



nằm trong khoảng từ 2,8 đến 5,0 phụ thuộc vào loại chất kỵ nước được sử dụng. Gel được rửa bằng hexan hai lần trong 24 giờ, sau đó được đưa qua bước chiết dung môi với CO<sub>2</sub> siêu tới hạn, và sau đó được sấy khô trong 2 giờ ở 110°C.

#### Ví dụ 12

Gel silic đioxit được tạo ra bởi phương pháp thủy phân và ngưng tụ TEOS, được pha loãng trong EtOH, khi có mặt chất xúc tác axit oxalic. Tỷ lệ mol của TEOS:EtOH:H<sub>2</sub>O:axit oxalic là 1:7,60:10,64:1,92x10<sup>-4</sup>, với axit oxalic được đưa vào cùng nước là axit oxalic 1mM. Tỷ trọng gel khí silic đioxit đích là 0,07-0,08 g/cc. Sol được khuấy trong 15 phút, sau đó được đổ vào pha gia cường sợi, và để cho tạo gel trong lò 60°C.

Pha gia cường sợi là vải bông silic đioxit PD có các sợi đường kính 9 micron, dày khoảng 10 mm với tỷ trọng khoảng 3,8 oz/sq ft. Vật liệu gel khí thu được chứa khoảng 45% trọng lượng gel khí và 55% trọng lượng sợi, tạo ra tỷ trọng vật liệu mong muốn khoảng 0,16-0,20 g/cc (dựa trên tỷ trọng gel khí 0,07-0,08 g/cc, không bao gồm việc xử lý kỵ nước).

Gel được chuyển vào bể chứa 20% thể tích chất phản ứng kỵ nước trong metanol và được gia nhiệt ở 45°C trong 24 giờ sử dụng tỷ lệ chất lỏng:gel 4:1. Chất phản ứng kỵ nước là một trong số các chất sau: methyltrimetoxysilan (MTMS), methyltriethoxysilan (MTES), ethyltriethoxysilan (ETES), hoặc phenyltriethoxysilan (PhTES). Tỷ lệ mol của chất kỵ nước trong chất lỏng so với Si trong gel nằm trong khoảng từ 2,8 đến 4,8 phụ thuộc vào loại chất kỵ nước được sử dụng. Sau đó, các gel được rửa ba lần bằng EtOH, mỗi lần 6 giờ, ở 45°C, sau đó được đưa qua bước chiết dung môi với CO<sub>2</sub> siêu tới hạn, và sau đó được sấy khô trong 2 giờ ở 110°C.

#### Ví dụ 13

Ví dụ 1, 2, 6, 7, 8, và 9 tạo ra chế phẩm gel khí có khoảng 7,0-9,0% trọng lượng lượng hữu cơ kỵ nước trong vật liệu gel khí (3,0-5,0% trọng lượng composit) được mong đợi trong mỗi ví dụ. Ví dụ 4 tạo ra chế phẩm gel khí có khoảng 9,0-11,0% trọng lượng lượng hữu cơ kỵ nước trong vật liệu gel khí (4,0-6,0% trọng lượng composit). Ví dụ 7 và 8 cũng tạo ra chế phẩm gel khí có khoảng 11,0% trọng lượng và 19,0% trọng lượng lượng hữu cơ kỵ nước PhTES trong vật liệu gel khí (6,0-9,0% trọng lượng composit). Ví dụ 3 và 5 có thể tạo ra chế phẩm gel khí có khoảng 9,0-11,0% trọng lượng lượng hữu cơ kỵ nước trong vật liệu gel khí ở các điều kiện sản xuất được

điều chỉnh (lượng vật liệu kỵ nước, thời gian, nhiệt độ, v.v.). Ví dụ 10-12 có thể tạo ra chế phẩm gel khí có khoảng 7,0-9,0% trọng lượng lượng hữu cơ kỵ nước trong vật liệu gel khí ở các điều kiện sản xuất được điều chỉnh (lượng vật liệu kỵ nước, thời gian, nhiệt độ, v.v.).

Các mẫu được tạo ra trong ví dụ 1, 2, 6, 7, 8 và 9, cũng như các mẫu được tạo ra trong ví dụ 4 chứa bột silic cacbua, được đưa qua bước xử lý nhiệt trong lò dạng ống trong môi trường  $N_2$ , với tốc độ tăng nhiệt độ là  $10^\circ C/phút$  cho đến khi việc lựa chọn nhiệt độ xử lý nằm trong khoảng từ  $200^\circ C$  đến  $700^\circ C$  đạt được. Sau khi hoàn tất khoảng thời gian xử lý, lò được làm nguội ở tốc độ giảm nhiệt là  $5^\circ C/phút$  và các mẫu được lấy ra.

Các mẫu được xử lý bao gồm: mẫu 7% MTES từ Ví dụ 2; mẫu 7%  $NaSiO_3CH_3$  từ Ví dụ 1; các mẫu 7%, 8% và 9% BTESE từ Ví dụ 9; các mẫu 8% và 9% PhTES từ Ví dụ 6; 7%, các mẫu 11% và 19% PhTES từ Ví dụ 7; và các mẫu 7%, 11% và 19% PhTES từ Ví dụ 8. Các mẫu được đưa qua bước xử lý nhiệt ở các nhiệt độ khác nhau nằm trong khoảng từ  $200^\circ C$  đến  $700^\circ C$ , trong các khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 10 giây đến 1 giờ. Các mẫu được xử lý ở  $475^\circ C$  trong 10 phút và  $525^\circ C$  trong 10 phút được chọn để làm thử nghiệm tiếp.

Các mẫu được tạo ra trong Ví dụ 4 chứa bột titan đioxit được đưa qua bước xử lý nhiệt bằng cách bịt kín các cupôn mẫu từ mỗi mẻ trong túi bằng lá thép không gỉ và đưa túi vào lò tro đã gia nhiệt ở các nhiệt độ khác nhau từ  $450^\circ C$  đến  $800^\circ C$  trong khoảng thời gian không lâu hơn 60 phút.

Các mẫu đã xử lý từ Ví dụ 4 (bột titan đioxit hoặc bột silic cacbua) được xác định trong bản mô tả sáng chế là vật liệu bột (S = Silic cacbua; T = titan đioxit), bởi nhiệt độ xử lý nhiệt ( $450-800$ ) và bởi thời gian xử lý ( $0-60$ ).

Bước xử lý nhiệt của các mẫu từ 7%, 8% và 9% BTESE thể hiện các dấu hiệu phân hủy bắt đầu ở khoảng  $475^\circ C$ . Bước xử lý nhiệt các mẫu từ PhTES tất cả đều thể hiện các dấu hiệu về loại phenyl không ổn định ở nhiệt độ cao trên  $400^\circ C$ .

Ví dụ 14

Bảng 1 thể hiện các thông số đo tỷ trọng đối với các mẫu composit gel khí đã xử lý từ Ví dụ 13. Các thông số đo tỷ trọng được hoàn thành theo ASTM C167. Tất cả các mẫu gel khí composit đều có tỷ trọng đo được thấp hơn  $0,216\text{ g/cc}$ .

## Ví dụ 15

Bảng 1 thể hiện các thông số đo độ dẫn nhiệt (TC) đối với các mẫu composit gel khí đã xử lý từ Ví dụ 13. Các thông số đo TC được hoàn thành theo ASTM C177 ở nhiệt độ khoảng 37,5°C và độ nén 2 psi (kích thước mẫu 8x8) hoặc 8 psi (kích thước mẫu 4x4).

Tất cả các mẫu composit gel khí đã xử lý đều có thông số đo độ dẫn nhiệt bằng hoặc thấp hơn 31,6 mW/mK.

## Ví dụ 16

Chế phẩm gel khí có khoảng 7,0-8,0% trọng lượng lượng hữu cơ kỵ nước thường được mong đợi là có tính ưa nước khi được tạo ra, với giá trị độ hấp thụ nước C1511 mong đợi (ngập trong 15 phút ở các điều kiện môi trường) bằng khoảng 350% trọng lượng hoặc cao hơn.

Bảng 1 thể hiện các thông số đo độ hấp thụ nước lỏng đối với các mẫu composit gel khí đã xử lý từ Ví dụ 13, cả trước và sau bước xử lý nhiệt oxy giảm. Tất cả các thông số đo được làm theo ASTM C1511 (ngập trong 15 phút ở các điều kiện môi trường).

Các mẫu trước xử lý đối với 7% MTES và 7%  $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$  cả hai đều có các thông số đo độ hấp thụ nước lỏng lớn hơn 400% trọng lượng. Các mẫu trước xử lý đối với 7%, 8% và 9% BTESE tất cả đều có thông số đo độ hấp thụ nước lỏng lớn hơn 340% trọng lượng. Các mẫu trước xử lý đối với vật liệu PhTES tất cả đều có thông số đo độ hấp thụ nước lỏng lớn hơn 280%.

Các mẫu sau xử lý đối với 7% MTES có thông số đo độ hấp thụ nước lỏng khoảng 0,0% trọng lượng, thấp hơn mẫu trước xử lý đối với 7% MTES. Các mẫu sau xử lý đối với 7%  $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$  có thông số đo độ hấp thụ nước lỏng bằng khoảng 81% trọng lượng (với các mẫu được xử lý nhiệt ở 475°C trong 10 phút). Tất cả các mẫu sau xử lý đối với BTESE có thông số đo độ hấp thụ nước lỏng lớn hơn 290% trọng lượng. Tất cả các mẫu sau xử lý đối với PhTES có thông số đo độ hấp thụ nước lỏng lớn hơn 275% trọng lượng.

## Ví dụ 17

Bảng 1 thể hiện thông số đo nhiệt cháy (HOC) đối với các mẫu composit gel khí đã xử lý từ Ví dụ 13, cả trước và sau bước xử lý nhiệt oxy giảm. Các thông số đo HOC

được hoàn thành theo các điều kiện tương đương với tiêu chuẩn đo ISO 1716.

Các mẫu trước xử lý đối với 7% MTES có thông số đo HOC bằng khoảng 600 cal/g; các mẫu sau xử lý (được xử lý nhiệt ở 525°C trong 10 phút) có thông số đo HOC bằng khoảng 425 cal/g. Các mẫu trước xử lý đối với 7% NaSiO<sub>3</sub>CH<sub>3</sub> có thông số đo HOC bằng khoảng 415 cal/g; các mẫu sau xử lý (được xử lý nhiệt ở 525°C trong 10 phút) có thông số đo HOC bằng khoảng 140 cal/g. Các mẫu trước xử lý đối với 9% BTESE có thông số đo HOC bằng khoảng 780 cal/g; các mẫu sau xử lý đối với 9% BTESE (được xử lý nhiệt ở 525°C trong 10 phút) có thông số đo HOC bằng khoảng 285 cal/g. Các mẫu trước xử lý đối với 9% PhTES (từ Ví dụ 3-1) có thông số đo HOC bằng khoảng 437 cal/g; các mẫu sau xử lý (được xử lý nhiệt ở 525°C trong 10 phút) có thông số đo HOC bằng khoảng 144 cal/g. Các mẫu trước xử lý đối với 7% PhTES (từ Ví dụ 3-3) có thông số đo HOC bằng khoảng 351 cal/g; các mẫu sau xử lý (được xử lý nhiệt ở 400°C trong 10 phút) có thông số đo HOC bằng khoảng 120 cal/g. Các mẫu trước xử lý đối với 11% PhTES (từ Ví dụ 3-3) có thông số đo HOC bằng khoảng 403 cal/g; các mẫu sau xử lý (được xử lý nhiệt ở 400°C trong 10 phút) có thông số đo HOC bằng khoảng 110 cal/g.

#### Ví dụ 18

Fig. 1 thể hiện phân tích NMR trạng thái rắn CP/MAS <sup>29</sup>Si đối với các mẫu 7% MTES từ Ví dụ 13, cả trước và sau bước xử lý nhiệt oxy giảm ở 525°C trong 10 phút.

Các mẫu trước xử lý đối với 7% MTES thể hiện tỷ lệ T<sup>1-2</sup>:T<sup>3</sup> bằng khoảng 0,463, và tỷ lệ Q<sup>2-3</sup>:Q<sup>4</sup> bằng khoảng 1,961. Các mẫu sau xử lý đối với 7% MTES thể hiện tỷ lệ T<sup>1-2</sup>:T<sup>3</sup> bằng khoảng 0,272, và tỷ lệ Q<sup>2-3</sup>:Q<sup>4</sup> bằng khoảng 0,842. Các pic chồng chéo được giải chập từng cái hợp nhất để thu được các tỷ lệ.

#### Ví dụ 19

Fig. 2 thể hiện phân tích TGA/DSC đối với các mẫu 7% MTES, các mẫu 7% NaSiO<sub>3</sub>CH<sub>3</sub>, các mẫu 9% BTESE, và các mẫu 9% PhTES (Ví dụ 3-1) từ Ví dụ 13, cả trước và sau bước xử lý nhiệt oxy giảm ở 525°C trong 10 phút. Phân tích TGA/DSC được hoàn tất với các nhiệt độ nằm trong khoảng từ nhiệt độ môi trường lên đến 1000°C, với tốc độ tăng nhiệt độ là 20°C/phút.

Bảng 1 thể hiện nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt (°C) đối với các mẫu sau xử lý, dựa trên đồ thị phân tích TGA/DSC được thể hiện trên Fig. 2.

Các mẫu sau xử lý đối với 7% MTES (được xử lý nhiệt ở 525°C trong 10 phút) có thông số đo  $T_d$  bằng khoảng 545°C. Các mẫu sau xử lý đối với 7% NaSiO<sub>3</sub>CH<sub>3</sub> (được xử lý nhiệt ở 525°C trong 10 phút) có thông số đo  $T_d$  bằng khoảng 600°C. Các mẫu sau xử lý đối với 9% BTESE (được xử lý nhiệt ở 525°C trong 10 phút) có thông số đo  $T_d$  bằng khoảng 460°C. Các mẫu sau xử lý đối với 9% PhTES (được xử lý nhiệt ở 525°C trong 10 phút) có thông số đo  $T_d$  bằng khoảng 595°C.

Bảng 1

| Ví dụ      | Tỷ trọng<br>composit<br>(g/cc)  | Độ dẫn nhiệt**<br>(mW/M-K) | Độ hấp thụ<br>nước lỏng*<br>(% trọng<br>lượng) | Độ hấp thụ<br>nước lỏng**<br>(% trọng<br>lượng) | HOC*<br>(cal/g) | HOC**<br>(cal/g) | Td**<br>(°C) |
|------------|---------------------------------|----------------------------|------------------------------------------------|-------------------------------------------------|-----------------|------------------|--------------|
| 1          | 0,173                           | 30,5                       | ~450                                           | 81,0                                            | 416             | 142              | 600          |
| 2          | 0,159                           | 25,1                       | ~425                                           | 0,0                                             | 601             | 426              | 544          |
| 4-T-5-600  | 0,206                           | 15,9                       | —                                              | 5,8                                             | —               | 269              | 636          |
| 4-T-10-600 | ~0,200                          | —                          | —                                              | 0,9                                             | —               | —                | 626          |
| 4-T-5-625  | 0,187                           | 15,8                       | —                                              | 4,5                                             | —               | 317              | 624          |
| 4-T-10-625 | ~0,185                          | —                          | —                                              | 1,7                                             | —               | —                | 625          |
| 4-T-5-650  | 0,203                           | 16,85                      | —                                              | 1,5                                             | —               | 265              | 636          |
| 4-T-20-650 | ~0,200                          | —                          | —                                              | 1,5                                             | —               | —                | 625          |
| 4-S-10-525 | 0,202                           | 16,0                       | —                                              | 2,5                                             | —               | 355              | 609          |
| 4-S-10-550 | 0,216                           | 18,0                       | —                                              | 0,0                                             | —               | 316              | 610          |
| 4-S-10-575 | 0,212                           | —                          | —                                              | 0,0                                             | —               | 343              | 625          |
| 6-8%       | 0,142                           | —                          | 475                                            | 401,0                                           | 252             | —                | —            |
| 6-9%       | 0,148                           | 21,0                       | 480                                            | 432,0                                           | 437             | 144              | 594          |
| 7-7%       | 0,185                           | 20,3                       | 450                                            | 360,0                                           | 715             | 146              | —            |
| 7-11%      | 0,182                           | 24,9                       | 371                                            | 311,0                                           | 868             | 352              | —            |
| 7-19%      | 0,199                           | 31,2                       | 283                                            | 277,0                                           | 1076            | 571              | —            |
| 8-7%       | 0,180                           | 17,9                       | 403                                            | 354,0                                           | 351             | 132              | —            |
| 8-11%      | 0,177                           | 17,5                       | 412                                            | 413,0                                           | 403             | 157              | —            |
| 8-19%      | 0,175                           | 18,7                       | 461                                            | 404,0                                           | 531             | 303              | —            |
| 9-7%       | 0,182                           | —                          | ~400                                           | 343,0                                           | 612             | —                | —            |
| 9-8%       | 0,180                           | —                          | ~355                                           | 328,0                                           | —               | —                | —            |
| 9-9%       | 0,183                           | 31,6                       | ~345                                           | 297,0                                           | 780             | 287              | 459          |
|            |                                 |                            |                                                |                                                 |                 |                  |              |
| *          | Trước bước xử lý nhiệt oxy giảm |                            |                                                |                                                 |                 |                  |              |

|    |                                                                                       |
|----|---------------------------------------------------------------------------------------|
| ** | Sau bước xử lý nhiệt oxy giảm ở 475°C-525°C trong 10 phút, trừ khi được quy định khác |
| -  | Không đo                                                                              |

Như được sử dụng trong bản mô tả, liên từ “và” được dự định là mang nghĩa bao gồm và liên từ “hoặc” không nhằm loại trừ trừ khi được quy định khác. Ví dụ, cụm từ “hoặc, theo cách khác” được dự định mang nghĩa loại trừ.

Việc sử dụng thuật ngữ "một" hoặc từ tham chiếu tương tự trong phần mô tả sáng chế (đặc biệt là trong các yêu cầu bảo hộ) được hiểu là bao gồm cả dạng số ít và dạng số nhiều, trừ khi được quy định khác trong bản mô tả hoặc được nói khác một cách rõ ràng.

Thuật ngữ "gồm", "có", "bao gồm" và "chứa" được hiểu là thuật ngữ kết thúc mở (nghĩa là, mang nghĩa "bao gồm, nhưng không giới hạn ở") trừ khi được quy định khác.

Như được sử dụng trong bản mô tả, thuật ngữ “khoảng” chỉ mức độ lệch đặc trưng đối với tính chất, hợp phần, lượng, giá trị hoặc thông số cụ thể như đã được xác định; như các độ lệch dựa trên các sai số thử nghiệm, sai đó đo, sai số gần đúng, sai số tính toán, độ lệch chuẩn so với giá trị trung bình, các điều chỉnh nhỏ thông thường, v.v..

Việc viện dẫn các khoảng giá trị trong bản mô tả đơn thuần nhằm đóng vai trò là phương pháp tốc ký quy từng cái cho từng giá trị riêng lẻ nằm trong khoảng này, trừ khi được quy định khác, và mỗi giá trị riêng lẻ được kết hợp vào bản mô tả như thể được viện dẫn riêng rẽ trong bản mô tả.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tạo ra chế phẩm gel khí được gia cường, phương pháp này bao gồm bước:

- a) tạo ra dung dịch tiền chất chứa vật liệu tiền chất gel silic đioxit và dung môi;
- b) kết hợp dung dịch tiền chất với vật liệu gia cường;
- c) để vật liệu tiền chất gel silic đioxit trong dung dịch tiền chất chuyển đổi thành chế phẩm gel để tạo ra chế phẩm gel gốc silic đioxit được gia cường;
- d) chiết ít nhất một phần dung môi từ chế phẩm gel gốc silic đioxit được gia cường để thu được chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường; và
- e) xử lý nhiệt chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường trong môi trường khí oxy giảm, trong đó bước xử lý nhiệt bao gồm cho tiếp xúc với một hoặc nhiều nhiệt độ nằm trong khoảng từ 500°C đến 700°C, và trong đó tổng thời gian của bước xử lý nhiệt trong môi trường khí oxy giảm đối với chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường nằm trong khoảng từ 1 phút đến 30 phút;

trong đó phương pháp này còn bao gồm bước kết hợp ít nhất một silic liên kết kỵ nước vào chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường trước bước e).

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó vật liệu gia cường gồm tấm vật liệu gia cường dạng sợi.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước xử lý nhiệt trong môi trường khí oxy giảm của chế phẩm gel khí gốc silic đioxit không bao gồm việc phơi ở nhiệt độ cao hơn 700°C trong hơn 1 phút.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó môi trường khí oxy giảm chứa oxy với lượng từ 0,1% đến 5% theo thể tích.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường có hàm lượng hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 12% trọng lượng trước bước xử lý nhiệt và sau bước xử lý nhiệt.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường gồm vật liệu hữu cơ kỵ nước trước bước xử lý nhiệt, và trong đó ít nhất 50% vật liệu hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường trước bước xử lý nhiệt chứa các nhóm kỵ nước béo.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó silic liên kết kỵ nước được kết hợp vào chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường bằng cách đưa vào trong dung dịch tiền chất ít nhất một vật liệu tiền chất gel silic đioxit có ít nhất một nhóm kỵ nước.
8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó ít nhất một silic liên kết kỵ nước được kết hợp vào chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường bằng cách cho gel gốc silic đioxit được gia cường hoặc chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường tiếp xúc với chất làm kỵ nước.
9. Phương pháp tạo ra chế phẩm gel khí gồm bước xử lý nhiệt chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường chứa ít nhất một silic liên kết kỵ nước trong môi trường khí oxy giảm, trong đó bước xử lý nhiệt bao gồm việc cho tiếp xúc với một hoặc nhiều nhiệt độ nằm trong khoảng từ 500°C đến 700°C, và trong đó tổng thời gian của bước xử lý nhiệt trong môi trường khí oxy giảm của chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường nằm trong khoảng từ 1 phút đến 30 phút.
10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường gồm tấm vật liệu gia cường dạng sợi.
11. Phương pháp theo điểm 9, trong đó bước xử lý nhiệt trong môi trường khí oxy giảm của chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường không bao gồm việc cho tiếp xúc với nhiệt độ cao hơn 700°C trong hơn 1 phút.
12. Phương pháp theo điểm 9, trong đó môi trường khí oxy giảm chứa oxy với lượng từ 0,1% đến 5% theo thể tích.
13. Phương pháp theo điểm 9, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường có hàm lượng hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 12% trọng lượng trước bước xử lý nhiệt và sau bước xử lý nhiệt.
14. Phương pháp theo điểm 9, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường gồm vật liệu hữu cơ kỵ nước trước bước xử lý nhiệt, và trong đó ít nhất 50% vật liệu hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường trước bước xử lý nhiệt chứa nhóm kỵ nước béo.
15. Phương pháp theo điểm 9, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường sau bước xử lý nhiệt có phần trăm hấp thụ nước lỏng thấp hơn so với chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường trước bước xử lý nhiệt.
16. Phương pháp theo điểm 9, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia



cường sau bước xử lý nhiệt có nhiệt đốt cháy thấp hơn so với chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường trước bước xử lý nhiệt.

17. Phương pháp theo điểm 9, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường sau bước xử lý nhiệt có điểm bắt đầu của nhiệt độ nhiệt phân cao hơn so với chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường trước bước xử lý nhiệt.

18. Chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường được tạo ra bằng phương pháp theo điểm 11.

19. Chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường theo điểm 18, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường này có các tính chất sau:

i) độ hấp thụ nước lỏng bằng 40% trọng lượng hoặc thấp hơn; và  
ii) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước bằng 500°C hoặc cao hơn.

20. Chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường theo điểm 19, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường này có các tính chất sau:

iii) nhiệt đốt cháy nhỏ hơn 717 cal/g; và  
iv) độ dẫn nhiệt bằng 40 mW/M\*K hoặc thấp hơn.

21. Chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường theo điểm 19, trong đó hàm lượng hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 12% trọng lượng.

22. Chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường theo điểm 19, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường có tỷ lệ  $T^{1-2}:T^3$  nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,4.

23. Chế phẩm gel khí được gia cường chứa khung gốc silic đioxit, trong đó chế phẩm gel khí này có các tính chất sau đây:

i) độ hấp thụ nước lỏng bằng 40% trọng lượng hoặc thấp hơn;  
ii) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước là 515°C hoặc cao hơn;  
iii) nhiệt đốt cháy thấp hơn 717 cal/g; và  
iv) độ dẫn nhiệt bằng 40 mW/M\*K hoặc thấp hơn.

24. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 23, trong đó chế phẩm gel khí được gia

cường có các tính chất sau đây:

i) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 515°C đến 635°C;

ii) nhiệt đốt cháy nằm trong khoảng từ 265 cal/g đến 717 cal/g; và

iii) độ dẫn nhiệt nằm trong khoảng từ 15 mW/M\*K đến 40 mW/M\*K.

25. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường gồm tấm vật liệu gia cường dạng sợi.

26. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có tỷ trọng bằng 0,40 g/cm<sup>3</sup> hoặc nhỏ hơn.

27. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có độ dẫn nhiệt nằm trong khoảng từ 15 mW/M\*K đến 30 mW/M\*K.

28. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt đốt cháy thấp hơn 600 cal/g.

29. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt đốt cháy bằng 550 cal/g hoặc thấp hơn.

30. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt đốt cháy bằng 500 cal/g hoặc thấp hơn.

31. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt đốt cháy bằng 450 cal/g hoặc thấp hơn.

32. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước bằng 525°C hoặc cao hơn.

33. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước là 550°C hoặc cao hơn.

34. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước là 575°C hoặc cao hơn.

35. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước là 600°C hoặc

cao hơn.

36. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước là 615°C hoặc cao hơn.

37. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó hàm lượng hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 10% trọng lượng.

38. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó hàm lượng hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 8% trọng lượng.

39. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường gồm vật liệu hữu cơ kỵ nước, và trong đó ít nhất 50% trọng lượng của vật liệu hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí được gia cường chứa các nhóm kỵ nước béo.

40. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có tỷ lệ  $T^{1-2}:T^3$  nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,4.

41. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 24, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có tỷ lệ  $Q^{1-3}:Q^4$  nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5.

42. Chế phẩm gel khí được gia cường chứa khung gốc silic đioxit, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường này có các tính chất sau đây:

i) độ hấp thụ nước lỏng bằng 40% trọng lượng hoặc thấp hơn; và

iii) nhiệt đốt cháy thấp hơn 460 cal/g.

43. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 42, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt đốt cháy nằm trong khoảng từ 265 cal/g đến 460 cal/g.

44. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 43, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường gồm tấm vật liệu gia cường dạng sợi.

45. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 44, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt đốt cháy nằm trong khoảng từ 265 cal/g đến 400 cal/g.

46. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 44, trong đó hàm lượng hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí được gia cường nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 10% trọng lượng.

47. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 44, trong đó chế phẩm gel khí được gia

cường có tỷ lệ  $T^{1-2}:T^3$  nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,4.

48. Chế phẩm gel khí được gia cường chứa khung gốc silic đioxit, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có các tính chất sau đây:

- i) độ hấp thụ nước lỏng bằng 40% trọng lượng hoặc thấp hơn; và
- ii) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước là 515°C hoặc cao hơn.

49. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 48, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 515°C đến 635°C.

50. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 49, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước là 550°C hoặc cao hơn.

51. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 49, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước là 575°C hoặc cao hơn.

52. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 49, trong đó hàm lượng hữu cơ kỵ nước trong chế phẩm gel khí được gia cường nằm trong khoảng từ 1% trọng lượng đến 10% trọng lượng.

53. Chế phẩm gel khí được gia cường theo điểm 49, trong đó chế phẩm gel khí được gia cường có tỷ lệ  $T^{1-2}:T^3$  nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,4.

54. Chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường theo điểm 19, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường có các tính chất sau đây:

- ii) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 500°C đến 635°C; và

- iii) nhiệt đốt cháy nằm trong khoảng từ 265 cal/g đến 717 cal/g; và iv) độ dẫn nhiệt nằm trong khoảng từ 15 mW/M\*K đến 40 mW/M\*K.

55. Chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường theo điểm 54, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường có một hoặc nhiều trong số các tính chất sau đây:

- ii) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 525°C đến 635°C, hoặc

iii) nhiệt đốt cháy nằm trong khoảng từ 265 cal/g đến 600 cal/g.

56. Chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường theo điểm 54, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường có một hoặc nhiều trong số các tính chất sau đây:

ii) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 550°C đến 635°C, hoặc

iii) nhiệt đốt cháy nằm trong khoảng từ 265 cal/g đến 550 cal/g.

57. Chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường theo điểm 54, trong đó chế phẩm gel khí gốc silic đioxit được gia cường có một hoặc nhiều trong số các tính chất sau đây:

ii) nhiệt độ bắt đầu sự phân hủy nhiệt của vật liệu hữu cơ kỵ nước nằm trong khoảng từ 575°C đến 635°C, hoặc

iii) nhiệt đốt cháy nằm trong khoảng từ 265 cal/g đến 500 cal/g.

# $^{29}\text{Si}$ SS-NMR

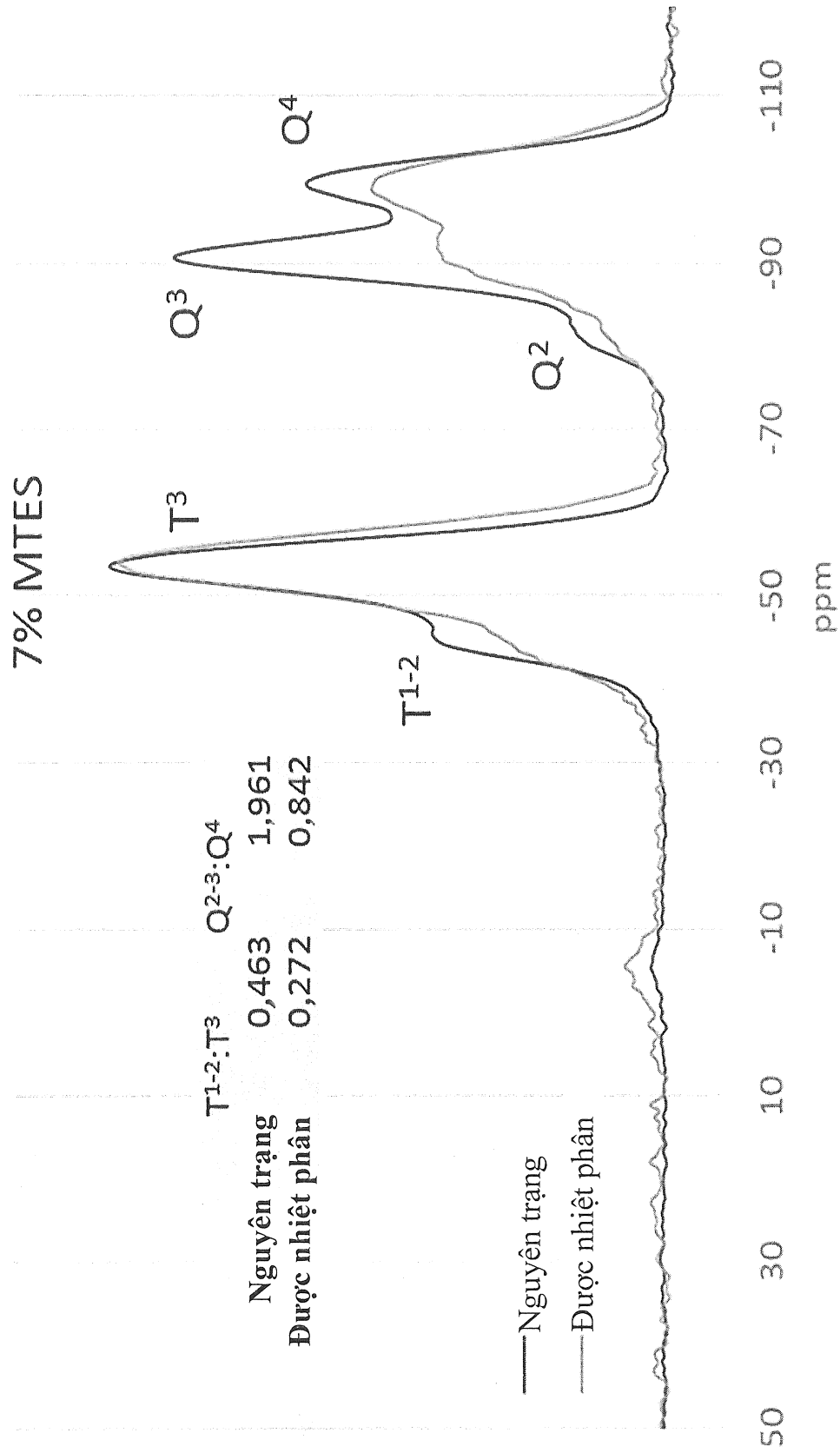


Fig. 1

## TGA/DSC trong không khí

Đường chấm chấm: nguyên trạng  
Đường nét liền: được nhiệt phân, 525°C/10 phút  
Tăng: 20°C/phút

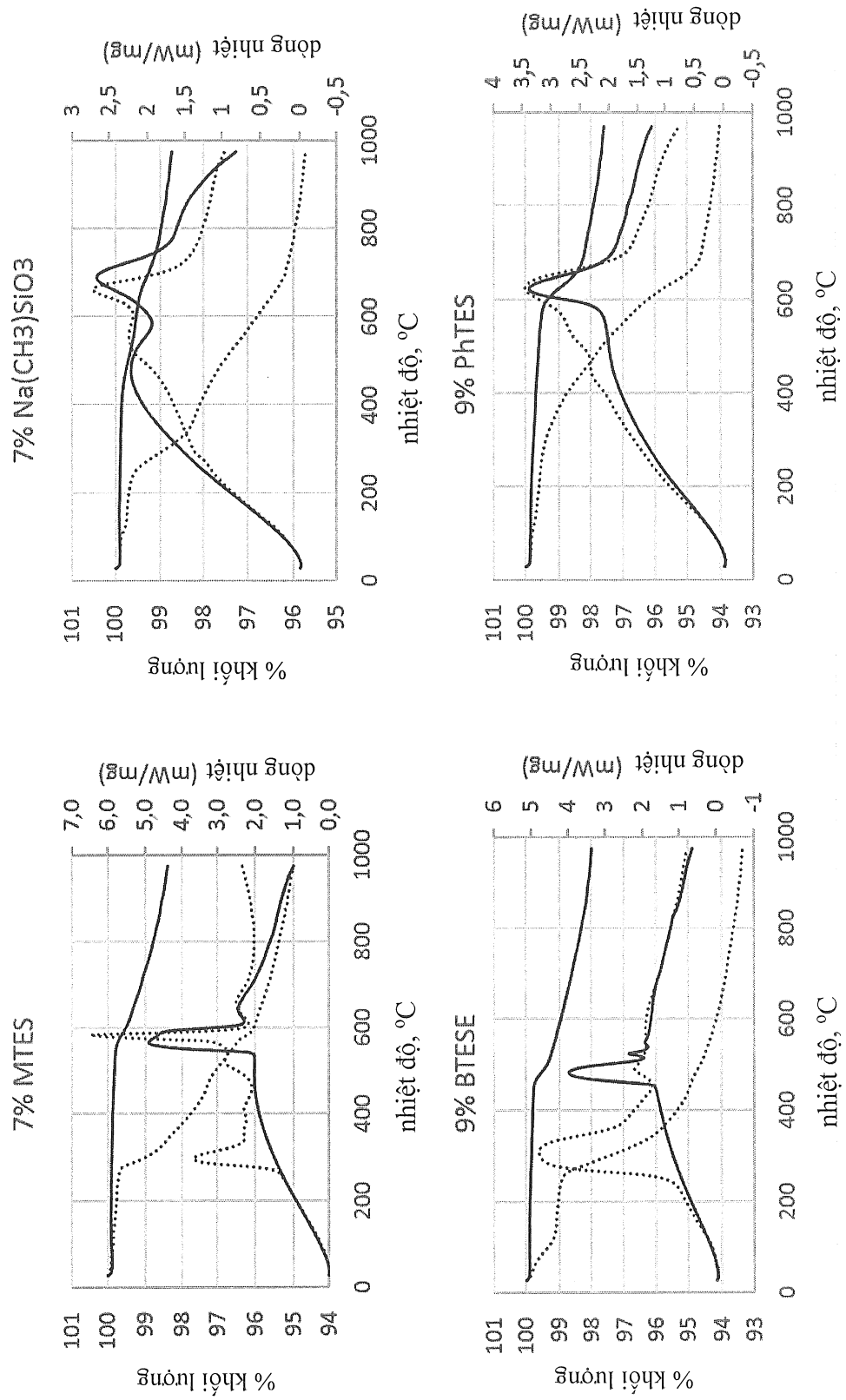


Fig. 2