

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLUVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **18.09.1997**
(32) Datum podání prioritní přihlášky: **27.09.1996**
(31) Číslo prioritní přihlášky: **1996/721797**
(33) Země priority: **US**
(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **12.01.2000**
(Věstník č. 1/2000)
(86) PCT číslo: **PCT/US97/16520**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO98/13135**

(21) Číslo dokumentu:

1999 - 1104

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:
B 01 J 13/00

(71) Přihlašovatel:

CABOT CORPORATION, Boston, MA, US;

(72) Původce:

Ackerman William C., Champaign, IL, US;
Smith Douglas M., N. E. Albuquerque, NM, US;
Maskara Alok, S. E. Albuquerque, NM, US;

(74) Zástupce:

Čermák Karel Dr., Národní 32, Praha 1,
110 00;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Zrnitá kompozice a izolační tělesa mající
nízkou tepelnou vodivost**

(57) Anotace:

Zrnitá kompozice má při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku P v rozmezí 133, 322 až 13 332,2 Pa, v dusíku hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m³, tepelnou vodivost /TC, Thermal Conductivity/ při 133, 322 až 1333,322 Pa menší než nebo rovnou 0,260 lnP + 4,53 mW/m.K a TC při 1333,322 až 13 332,2 Pa menší než nebo rovnou /0,824 lnP + 0,47/ mW/m.K. Výhodná zrnitá kompozice je gelová kompozice. Izolační tělesa s nízkou tepelnou vodivostí, vytvořená ze zrnité kompozice, s výhodou gelové zrnité kompozice.

CZ 1999 - 1104 A3

Zrnitá

Kompozice a izolační tělesa mající nízkou tepelnou vodivost

Oblast techniky

Předložený vynález se týká kompozicí se zlepšenými tepelně vodivostními vlastnostmi. Předložený vynález se také týká izolačních těles tyto kompozice zahrnujících.

Dosavadní stav techniky

Izolační materiály se používají pro aplikace zahrnující okna, budovy, stroje jakož i další průmyslové a domácí zařízení. Jedním typem izolace je izolace typu "prášek-ve-vakuu", kde je vakuový prostor vyplněn zrnitou izolační kompozicí, například práškem. Izolace typu "prášek-ve-vakuu" se může používat v izolačních panelech, v aplikacích zahrnujících domácí a průmyslové aplikace, včetně ledniček, ohříváčů vody a zařízení pro skladování a dopravu kapalin o vysoké a nízké teplotě.

Termínu "vakuový panel" nebo "vakuový izolační panel" se používá pro popis izolace typu prášek-ve-vakuu, např. izolační struktury mající snížený vnitřní tlak. Vakuové izolační panely zpravidla zahrnují izolační kompozici a nádobu, tvořenou v podstatě nepropustnou fólií obklopující výplňový materiál. Nádoba je zpravidla evakuována na vnitřní tlak menší než je atmosférický tlak a hermeticky utěsněna. Kromě izolační funkce zajišťuje izolační kompozice oporu pláště nádoby, aby se nádoba během evakuování nezhroutila.

Vakuové izolační panely se s výhodou používají pro izolační aplikace, včetně stěn chladicích zařízení. Je výhodné, když tyto panely zůstávají účinné po dobu životnosti zařízení, která může být delší než 20 let.

Izolační charakteristiky vakuového panelu jsou funkcí tepelné vodivosti zrnité kompozice a vytvořeného a udržovaného stupně vakua.

Použití izolačního systému, ve kterém je vakuový prostor naplněn izolačním materiálem, je spojeno alespoň s několika těžkostmi. Obecně se větší izolační hodnoty dosahují při úrovních vakua dále pod tlakem okolí, nebo jinak vyjádřeno, tepelná vodivost narůstá s nárůstem absolutního tlaku. V důsledku toho narůstají výrobní náklady s potřebou ustavit úroveň vakua dále pod tlakem okolí (nižší absolutní tlak) pro zajištění větší počáteční hodnoty (nižší tepelné vodivosti) a pro minimalizaci snížení izolační hodnoty následkem ztráty úrovně vakua prosakováním, nárůstem teploty a/nebo uvolňováním plynu z izolačního materiálu. Kromě toho zpracovací a výrobní náklady jsou zvýšeny potřebou v podstatě pro plyn nepropustných bariérových materiálů (např. vakuových pytlů), které drží izolační materiál, a udržují nízké úrovně vakua.

Bylo by výhodné mít kompozice dosahující zlepšených tepelných vodivostí. Takovéto kompozice by byly výhodné pro použití v izolačních strukturách zahrnujících, aniž by na ně však byly omezeny, izolační panely mající snížené vnitřní tlaky nebo jiné formy izolace typu prášek-ve-vakuu.

Také by bylo výhodné mít kompozici dosahující hodnotu tepelné vodivosti dostatečnou pro použití v izolačních

aplikacích při úrovni vakua bližší okolnímu tlaku, než dosud známé izolační materiály, pro snížení výrobních a zpracovacích nákladů spojených s ustavením úrovní vakua dále od okolních podmínek a pro omezení potřeby vysoce nepropustných bariérových materiálů pro udržování úrovní vakua. Takováto izolační kompozice může výhodně zvýšit dobu životnosti izolační struktury.

Podstata vynálezu

Předložený vynález poskytuje zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa (15 psi), teplotě 20 °C a tlaku P v rozmezí 133,322-13 332,2 Pa (1-100 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m³, a

tepelnou vodivost (TC, Thermal Conductivity) při 133,322-1333,322 Pa menší než nebo rovnou $0,260 \ln P + 4,53$ mW/m.K (TC $\leq (0,260 \ln P + 4,53)$ mW/m.K) a TC při 1333,322-13 332,2 Pa menší než nebo rovnou $0,824 \ln P + 0,47$ mW/m.K (TC $\leq (0,824 \ln P + 0,47)$ mW/m.K).

Podle dalšího provedení předložený vynález poskytuje zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku 133,322 Pa (1 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m³, a

TC menší než nebo rovnou 5,8 mW/m.K.

Podle dalšího provedení předložený vynález poskytuje zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa, teplotě

20 °C a tlaku 1333,22 Pa (10 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m^3 , a

TC menší než nebo rovnou $6,4 \text{ mW/m.K}$.

Podle dalšího provedení předložený vynález poskytuje zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku 13 332,2 Pa (100 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m^3 , a

TC menší než nebo rovnou 9 mW/m.K .

Podle dalšího provedení předložený vynález poskytuje zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa (15 psi), teplotě 20 °C a při jakémkoli tlaku P v rozmezí 133,322-13 332,2 Pa (1-100 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m^3 , a

tepelnou vodivost (TC, Thermal Conductivity) při 133,322-1333,322 Pa menší než nebo rovnou $0,260 \ln P + 4,53 \text{ mW/m.K}$ ($TC \leq (0,260 \ln P + 4,53) \text{ mW/m.K}$) a TC při 1333,322-13 332,2 Pa menší než nebo rovnou $(0,824 \ln P + 0,47) \text{ mW/m.K}$ ($TC \leq (0,824 \ln P + 0,47) \text{ mW/m.K}$).

Používá-li se zde ve vztahu ke kompozicím podle předloženého vynálezu termínu "zrnitý", týká se to nejednotlivých struktur obsahujících oddělené částice, granule, vlákna a/nebo jejich směsi. Výhodná kompozice předloženého vynálezu je gelová kompozice.

Podle dalšího provedení předložený vynález poskytuje

gelovou kompozici vyrobenou bez nadkritického sušení mající poréznost větší než nebo rovnou 0,95 a hustotu sloupce menší než nebo rovnou 100 kg/m^3 .

Předložený vynález poskytuje také izolační těleso obsahující kompozici podle předloženého vynálezu.

Znaky a výhody kompozicí a izolace podle předloženého vynálezu budou objasněny následujícím detailnějším popisem.

Přehled obrázků na výkresech

Obrázek 1 poskytuje grafické znázornění vzorců použitých v popisu podle předloženého vynálezu.

Obrázek 2 znázorňuje vytvoření vakuového izolačního panelu izolačního tělesa podle předloženého vynálezu.

Obrázek 3 znázorňuje vytvoření zařízení použitého pro analyzování tepelné vodivosti.

Obrázek 4 znázorňuje vytvoření zařízení pro vystavení kompozice tlaku $103\,421 \text{ Pa}$ pro stanovení hustoty stěsnání a TC pod tlakem.

Obrázek 5 je schematické vysvětlení příkladu způsobu výroby gelových kompozicí popsaných zde v příkladech.

Obrázek 6 je grafické znázornění rozložení částic podle velikosti vyrobených použitím laboratorního vybavení popsaného zde v příkladech.

Obrázek 7 je grafické znázornění tepelné vodivosti

(TC) různých materiálů, o čemž je řeč v příkladu 1 níže.

Obrázek 8 je další grafické znázornění tepelné vodivosti (TC) různých materiálů, o čemž je řeč v níže uvedeném příkladu 1.

Obrázek 9 je grafické znázornění tepelné vodivosti (TC) materiálů, které se liší v hustotě stěsnání, o čemž je řeč v níže uvedeném příkladu 1.

Obrázek 10 je grafické znázornění tepelné vodivosti (TC) materiálů, které se liší ve velikostech částic, o čemž je řeč v níže uvedeném příkladu 1.

Obrázek 11 je grafické znázornění tepelné vodivosti (TC) materiálů, které se liší v druhu a přítomnosti zakalovacího činidla, o čemž je řeč v níže uvedeném příkladu 4.

Obrázek 12 je grafické znázornění tepelné vodivosti (TC) materiálů, které se liší v druhu a přítomnosti sazného zakalovacího činidla, o čemž je řeč v níže uvedeném příkladu 5.

Podrobný popis vynálezu

Předložený vynález poskytuje zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa (15 psi), teplotě 20 °C a tlaku P v rozmezí 133,322-13 332,2 Pa (1-100 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání nebo rovnou 160 kg/m³, výhodně menší než nebo rovnou 140 kg/m³, výhodněji 10-120 kg/m³ a

tepelnou vodivost (TC, Thermal Conductivity) při 133,322-1333,322 Pa menší než nebo rovnou $(0,260 \ln P + 4,53)$ mW/m.K ($TC \leq (0,260 \ln P + 4,53)$ mW/m.K) s výhodou menší než nebo rovnou $(0,304 \ln P + 3,91)$ mW/m.K ($TC \leq (0,304 \ln P + 3,91)$ mW/m.K) a TC při 1333,322-13 332,2 Pa menší než nebo rovnou $(0,824 \ln P + 0,47)$ mW/m.K ($TC \leq (0,824 \ln P + 0,47)$ mW/m.K) s výhodou menší než nebo rovnou $(0,825 \ln P + 0,16)$ mW/m.K ($TC \leq (0,825 \ln P + 0,16)$ mW/m.K).

Ve vzorcích zde použitých "ln" znamená přirozený logaritmus ($\log_e 1 = \ln 1 = 0$).

Obrázek 1 poskytuje grafické znázornění vzorců zde použitých pro popis kompozicí podle předloženého vynálezu. Horní zakřivení na obrázku 1 představuje $TC = (0,260 \ln P + 4,53)$ mW/m.K při 133,322 - 1333,322 Pa a $TC = (0,824 \ln P + 0,47)$ mW/m.K při 1333,322 - 13 332,2 Pa. Dolní zakřivení na obrázku 1 představuje $TC = (0,304 \ln P + 3,91)$ mW/m.K při 133,322 - 1333,322 Pa a $TC = (0,825 \ln P + 0,16)$ mW/m.K při 1333,322 - 13 332,2 Pa.

Předložený vynález poskytuje zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku 133,322 Pa (1 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m³, výhodně menší nebo rovnou 140 kg/m³, výhodněji 10-120 kg/m³ a

TC menší než nebo rovnou 5,8 mW/m.K, výhodně menší než nebo rovnou 5,4 mW/m.K.

Podle dalšího provedení předložený vynález poskytuje

zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku 1333,22 Pa (10 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m^3 , výhodně menší nebo rovnou 140 kg/m^3 , výhodněji 10-120 kg/m^3 a

TC menší než nebo rovnou 6,4 mW/m.K, výhodně menší než nebo rovnou 6,1 mW/m.K.

Podle dalšího provedení předložený vynález poskytuje zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku 13 332,2 Pa (100 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m^3 , výhodně menší nebo rovnou 140 kg/m^3 , výhodněji 10-120 kg/m^3 a

TC menší než nebo rovnou 9 mW/m.K, výhodně menší než nebo rovnou 8 mW/m.K.

Podle dalšího provedení předložený vynález poskytuje zrnitou kompozici, která při tlaku 103 421 Pa (15 psi), teplotě 20 °C a při jakémkoli tlaku P v rozmezí 133,322-13 332,2 Pa (1-100 Torr), v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m^3 , výhodně menší nebo rovnou 140 kg/m^3 , výhodněji 10-120 kg/m^3 a

tepelnou vodivost (TC, Thermal Conductivity) při 133,322-1333,322 Pa menší než nebo rovnou $(0,260 \ln P + 4,53) \text{ mW/m.K}$ ($TC \leq (0,260 \ln P + 4,53) \text{ mW/m.K}$) s výhodou menší než nebo rovnou $(0,304 \ln P + 3,91) \text{ mW/m.K}$ ($TC \leq (0,304 \ln P + 3,91) \text{ mW/m.K}$) a TC při 1333,322-13 332,2 Pa menší než nebo rovnou $(0,824 \ln P + 0,47) \text{ mW/m.K}$ ($TC \leq (0,824 \ln P + 0,47) \text{ mW/m.K}$) s výhodou menší než nebo rovnou $(0,825 \ln P + 0,16) \text{ mW/m.K}$ ($TC \leq (0,825 \ln P + 0,16) \text{ mW/m.K}$).

Předchozí popis kompozicí podle předloženého vynálezu byl proveden s ohledem na vybrané tlaky, zahrnující tlaky v rozmezí 133,322-13 332,2 Pa (1-100 Torr). Vybraný tlak odkazuje k tlaku ve vakuové komoře použité při určování TC kompozice.

Kompozice podle předloženého vynálezu mohou být s výhodou použity jako izolační materiál pro snížení přenosu tepla v izolačních aplikacích, které zahrnují panely (např. panely typu prášek-ve-vakuu), pláště, zdi, pouzdra a podobně, ale nejsou na ně omezeny.

Kompozice podle předloženého vynálezu se používají s výhodou zejména jako izolační materiál ve struktuře ve vakuu, například ve vakuovém pytli, jako jsou ty používané ve vakuových panelech.

Tepelná vodivost ("TC", Thermal Conductivity) je mírou tepelně izolačních schopností materiálu. TC může být vyjádřena jako mW/m.K v SI jednotkách a jako (BTU) (palec) na (hodinu) (čtverečnou stopu) (°F) v anglických jednotkách. Větší číselné hodnoty TC odpovídají větší tepelné vodivosti a nižší izolační schopnosti. Nižší číselné hodnoty tepelné vodivosti odpovídají větší izolační schopnosti.

TC je opak tepelného měrného odporu. Tepelný měrný odpor může být vyjádřen jako (metr) (K)/miliwatt v SI jednotkách a jako (hodina) (čtverečná stopa) (°F) na (BTU) (palec) v anglických jednotkách, často obecně vztahován k R-hodnotě/palec. Větší číselné hodnoty tepelného měrného odporu odpovídají větší izolační schopnosti, a tedy nižší TC.

Zde popsané a vyjádřené TC hodnoty mohou být snadno převedeny na hodnoty tepelného měrného odporu použitím následujícího vzorce:

$$\text{tepelný měrný odpor} = 1/\text{TC}.$$

Pro porézní zrnitou kompozici se může TC měnit jako funkce podmínek prostředí, jako je atmosféra, teplota a tlak, které obklopují a/nebo vyplňují póry. Například v izolaci, kde je izolační kompozice ve vakuu, TC bude ovlivněna stupněm ustaveného a udržovaného vakua.

Více detailů vztahujících se k TC je vyloženo v ASTM terminologickém standardu C-168. Zde vyjádřené hodnoty tepelné vodivosti (TC, Thermal Conductivity) byly určeny způsobem známým z oboru, za použití zkoušky ASTM C1114-92. Níže je vyloženo více detailů vztahujících se k postupu pro určování TC.

Měrná hmotnost znamená hmotnost nebo hmotu kompozice dělenou objemem. Hmotnost nebo hmota kompozice a její objem mohou být určeny pomocí běžných způsobů.

Použití izolační kompozice bude záviset částečně na její hustotě a požadované TC. Hustší kompozice by vyžadovaly aby bylo použito více materiálu pro dosažení požadovaného stupně izolace. Obecně použití většího množství materiálu bude mít za následek vyšší náklady.

Izolační vlastnosti kompozice podle předloženého vynálezu jsou popsány s odkazem ke kompozici pod vnějším tlakem 103 421 Pa (15 psi). Tlak 103 421 Pa (15 psi) může být získán stlačením kompozice použitím známých způsobů.

Tyto způsoby zahrnují následující: přenesení kompozice do vaku, utěsnění vaku, umístění vaku mezi dvě kovové desky a jednoosé stlačení bez okrajového omezení na vnější tlak 103 402 Pa (15 psi). Stlačení se udržuje pro měření TC.

Teplota 20 °C, používaná v popisech kompozicí podle předloženého vynálezu, znamená teplotu, při které se provádí měření TC.

Jak se rozumí v popisu podle předloženého vynálezu, "dusík" znamená plynnou atmosféru, zahrnující dusík jako hlavní složku. Vlastnosti kompozice předloženého vynálezu jsou popsány s odkazem k dusíku jako plynu v pórech a obklopujícímu kompozici předloženého vynálezu. Odkaz k dusíku v popisu předloženého vynálezu poskytuje prostředky pro srovnání TC kompozice předloženého vynálezu a TC jiných kompozicí. Ve vytvořeních kompozice předloženého vynálezu nicméně může obklopující atmosféra zahrnovat vzduch, dusík, nebo plyn s rozdílnou tepelnou vodivostí, například argon, krypton nebo xenon, které mají nižší tepelné vodivosti.

Výhodná vytvoření kompozicí podle předloženého vynálezu mají BET povrchovou plochu větší než nebo rovnou 200 m²/g, výhodně větší než nebo rovnou 400 m²/g, výhodněji větší než nebo rovnou 500 m²/g. BET povrchová plocha může být určena použitím zkoušky ASTM D1993.

Ve výhodných vytvořeních kompozicí podle předloženého vynálezu jsou velikost a rozložení velikostí mezigranulových prostorů mezi částicemi minimalizovány použitím kompozice zahrnující částice mající průměrnou velikost částic mezi 50-500 mikrony, s výhodou mezi 50-250 mikrony. Těchto velikostí částic lze dosáhnout běžnými způsoby, například

mletím a/nebo způsoby fyzikálního třídění.

Výhodná vytvoření kompozicí podle předloženého vynálezu jsou kompozice s porézností větší než nebo rovnou 0,90, výhodněji větší než nebo rovnou 0,93. Poréznost je definována jako převrácená hodnota objemu vzorku, který je mezi částicemi a uvnitř nich a může být určena následujícím vzorcem:

$$\text{poréznost} = 1 - \frac{\text{(měřená hustota sloupce materiálu v porézní podobě)}}{\text{(hustota materiálu v pevné podobě)}}$$

Více detailů vztahujících se k měření je uvedeno níže.

Výhodná kompozice podle předloženého vynálezu je gelová kompozice zahrnující gelovou složku.

Gelovou kompozicí se zde rozumí kompozice zahrnující, aniž by na ně byla omezena, aerogely, xerogely a podobně, vyrobené s nebo bez nadkritického sušení.

Mezi gelovými složkami vhodnými pro použití v kompozici podle předloženého vynálezu jsou zahrnuty: oxidové gely, zahrnující gely oxidů kovů jako jsou silikagely, titanoxidové gely, hlinitooxidové gely a podobně, polymerní gely, rezorcínformaldehydové (R-F) gely, melaminformaldehydové (M-F) gely, fenolfuralové (P-F) gely a podobně. Výhodná gelová složka je gel oxidu kovu. Detailní popis "gelů" a "gelových složek" je vyložen v publikované PCT přihlášce 96/18456, na jejíž obsah se zde odkazuje. Gelová složka je výhodně aerogel oxidu

křemičitého, výhodněji aerogel oxidu křemičitého vyrobený z prekursoru tvořeného křemičitanem sodným.

Gelová kompozice je také s výhodou taková gelová kompozice, která zahrnuje zakalovací činidlo.

Vhodná zakalovací činidla zahrnují taková, která minimalizují přenos IR záření skrz kompozici, a zahrnují, aniž by na ně byla omezena, uhlíkaté materiály, oxidy železa, Al_2O_3 , FeTiO_3 , TiO_2 , ZrO_2 a jiná zakalovací činidla známá v technice. Výhodné zakalovací činidlo zahrnuje uhlíkatý materiál. Uhlíkaté materiály zahrnují: saze, aktivní uhlí, grafit, kompozice zahrnující saze a oxid kovu (např. oxid křemičitý), a směsi zahrnující takové uhlíkaté plnicí materiály. Zakalovací činidlo jsou s výhodou saze. Výhodná saze mají povrchovou plochu na dusík (N_2SA) alespoň $10 \text{ m}^2/\text{g}$, s výhodou $15\text{-}500 \text{ m}^2/\text{g}$.

Ve výhodném vytvoření kompozice podle předloženého vynálezu kompozice zahrnuje více než nebo rovná 3 %, výhodně více než nebo rovných 5 % hmotnostních, výhodněji 5 až 30 %, zakalovacího činidla.

Zakalovací činidlo může být kombinováno s gelovou složkou různými způsoby. Zakalovací činidlo může být fyzikálně smíšeno v suché formě s gelovou složkou po vysušení. Zakalovací činidlo je s výhodou zapouzdřeno v matici gelové složky, například kombinováním gelového činidla s gelovou složkou před gelací gelové složky.

Pro zlepšení manipulace s gelovou kompozicí se s výhodou připojuje zakalovací činidlo ke gelové složce. Detaily vztahující se k významu termínu "připojen" jak se mu

zde rozumí jsou vyloženy v uveřejněné PCT přihlášce WO96/18456, v elektronovém skenovacím mikroskopu (SEM, Scanning Electron Microscope) se obraz gelové kompozice zahrnující připojené zakalovací činidlo, zejména připojenou uhlíkatou složku, liší od SEM obrazu kompozice, kde gelová složka a zakalovací činidlo jsou fyzikálně smíšeny, nebo kompozice, ve které je zakalovací činidlo zapouzdřeno v gelové matrici gelové složky, ale ne připojeno. Otěrová hodnota gelové kompozice zahrnující připojené zakalovací činidlo, zejména připojenou uhlíkatou složku, bude obecně nižší než otěrová hodnota kompozice, kde gelová složka a zakalovací činidlo jsou fyzikálně smíšeny, nebo kompozice, kde je zakalovací činidlo zapouzdřeno v gelové matrici gelové složky, ale ne připojeno.

Je-li třeba, zakalovací činidlo může být upraveno, například chemickými upravovacími činidly, za účelem připojitelnosti zakalovacího činidla ke gelové složce. Jak je vysvětleno v PCT uveřejněné přihlášce WO96/18456, uhlíkaté materiály, zejména saze, mohou být zpracovány následujícím způsobem, za účelem připojitelnosti uhlíkatého materiálu ke gelové složce.

Připojitelná uhlíkatá složka může být připravena reagováním uhlíkaté složky s diazoniovou solí v kapalném reakčním prostředí pro připojení alespoň jedné organické skupiny k povrchu uhlíkaté složky. Výhodná reakční prostředí zahrnují vodu, jakékoli prostředí obsahující vodu a jakékoli prostředí obsahující alkohol. Voda je nejvýhodnější prostředí.

Modifikované uhlíkaté složky a různé metody na jejich přípravu jsou popsány v: uveřejněná PCT přihláška

WO96/18688 nazvaná "Reaction of Carbon Black with Diazonium Salts, Resultant Carbon Black Products and Their Uses", uveřejněná PCT přihláška WO96/18690 nazvaná "Reaction of Carbon Materials with Diazonium Salts and Resultant Carbon Products", publikovaná PCT přihláška WO96/18695 nazvaná "Ink Jet Ink Formulations Containing Modified Carbon Products", publikovaná PCT přihláška WO96/18694 nazvaná "Non-Aqueous Inks and Coatings Containing Carbon Products", publikovaná PCT přihláška WO96/18696 nazvaná "Aqueous Inks and Coatings Containing Modified Carbon Products", publikovaná PCT přihláška WO96/18689 nazvaná "Carbon Black Products for Coloring Mineral Binders" a publikovaná PCT přihláška WO96/18456 zmíněná výše. Odkazuje se zde na obsah každé z těchto uveřejněných PCT přihlášek.

Metoda přípravy připojitelných uhlíkatých složek, pro použití v gelových kompozicích podle předloženého vynálezu, je popsána v následujícím odstavci s odkazem k sazím jako uhlíkaté složce. Podobné metody mohou být použity pro přípravu připojitelných uhlíkatých složek jiných než saze.

Pro přípravu připojitelných sazí potřebuje být diazoniová sůl pouze dostatečně stabilní, aby mohlo dojít k reakci se sazemí. Reakce tedy může být provedena s některými diazoniovými solemi jinak považovanými za nestabilní a náchylnými k rozkladu. Některé rozkladné procesy mohou konkurovat reakci mezi sazemí a diazoniovou solí a mohou snížit celkový počet organických skupin připojených k sazím. Reakce může být dále prováděna při zvýšených teplotách, kde mnohé diazoniové soli mohou být náchylné k rozkladu. Zvýšené teploty mohou také prospěšně zvýšit rozpustnost diazoniové soli v reakčním prostředí a zlepšit manipulaci s ní v průběhu procesu. Nicméně zvýšené

teploty mohou mít za následek nějaké ztráty diazoniové soli díky jiným rozkladným procesům.

Saze mohou reagovat s diazoniovou solí přítomné jako zředěná snadno míchatelná vodná kaše, nebo v přítomnosti vhodného množství vody pro vytvoření pelety ze sazí. Je-li třeba, pelety ze sazí mohou být vytvořeny použitím běžných peletizačních technologií.

Souborem organických skupin, které mohou být připojeny k sazím, jsou organické skupiny substituované iontovou nebo ionizovatelnou skupinou jako funkční skupinou. Ionizovatelná skupina je taková, která je schopná vytvoření iontové skupiny v používaném prostředí. Iontová skupina může být aniontová skupina nebo kationtová skupina a ionizovatelná skupina může tvořit anion nebo kation.

Ionizovatelné funkční skupiny tvořící anionty zahrnují například kyselé skupiny nebo soli kyselých skupin. Organické skupiny proto zahrnují skupiny odvozené od organických kyselin. Taková organická skupina, když obsahuje ionizovatelnou skupinu tvořící anion, má s výhodou a) aromatickou skupinu nebo C_1 - C_{12} alkylovou skupinu a b) alespoň jednu kyselou skupinu mající pK_a méně než 11, nebo alespoň jednu sůl kyselých skupin mající pK_a méně než 11, nebo směs alespoň jedné kyselých skupin mající pK_a méně než 11 a alespoň jedné soli kyselých skupin mající pK_a méně než 11. pK_a kyselých skupin znamená pK_a organické skupiny jako celku, nikoli pouze kyselého substituentu. Výhodněji je pK_a menší než 10 a nejvýhodněji menší než 9. S výhodou je aromatická skupina nebo C_1 - C_{12} alkylová skupina organické skupiny přímo připojena k sazím. Aromatická skupina může být dále substituována nebo nesubstituována, například

alkylovými skupinami. C_1 - C_{12} alkylová skupina může být rozvětvena nebo nerozvětvena a je s výhodou etyl. Výhodněji je organická skupina fenylová nebo naftylová skupina a kyselá skupina je skupina kyseliny sulfonové, skupina kyseliny sulfinové, skupina kyseliny fosfoniové nebo skupina kyseliny karboxylové. Příklady zahrnují $-COOH$, SO_3H a $-PO_3H_2$, a jejich soli, například $-COONa$, $-COOK$, $-COO-NR_4^+$, $-SO_3Na$, $-HPO_3Na$, $-SO_3-NR_4^+$ a PO_3Na_2 , kde R je alkylová nebo fenylová skupina. Zejména výhodné ionizovatelné substituenty jsou $-COOH$ a $-SO_3H$ a jejich sodné a draselné soli.

Organická skupina je nejvýhodněji substituovaná nebo nesubstituovaná sulfofenylová skupina nebo její sůl, substituovaná nebo nesubstituovaná (polysulfo) fenylová skupina nebo její sůl, substituovaná nebo nesubstituovaná sulfonaftylová skupina nebo její sůl, nebo substituovaná nebo nesubstituovaná (polysulfo) naftylová skupina nebo její sůl. Výhodná substituovaná sulfofenylová skupina je hydroxysulfofenylová skupina nebo její sůl.

Typické organické skupiny mající ionizovatelnou funkční skupinu tvořící anion jsou p-sulfofenyl, 4-hydroxy-3-sulfofenyl a 2-sulfoetyl.

Aminy reprezentují příklady ionizovatelných funkčních skupin, které tvoří kationtové skupiny, a mohou být připojeny ke stejným organickým skupinám jako výše uvedené ionizovatelné skupiny, které tvoří anionty. Například aminy mohou být protonovány ze účelem tvorby amoniových skupin v kyselém prostředí. Organická skupina mající aminový substituent má s výhodou pK_b méně než 5. Kvartérní amonné skupiny ($-NR_3^+$) a kvartérní fosfoniové skupiny ($-PR_3^+$) také

reprezentují příklady kationtových skupin a mohou být připojeny ke stejným organickým skupinám jako výše uvedené ionizovatelné skupiny, které tvoří anionty. Organická skupina s výhodou obsahuje aromatickou skupinu jako je fenylová nebo naftylová skupina a kvartérní amonná nebo kvartérní fosfoniová skupina. Aromatická skupina je s výhodou přímo připojena k sazím. Kvarterizované cyklické aminy a kvarterizované aromatické aminy mohou být použity také jako organická skupina. N-substituované pyridiniové složky jako je N-metyl-pyridyl mohou být tedy použity v tomto ohledu.

Je také možné vytvořit zakalený gel použitím gelového prekursoru s inherentním zakalením, nebo chemickou modifikací povrchu gelu nebo gelového prekursoru. Chemické modifikace může být dosaženo například připojením organické kompozice k povrchu gelu a pyrolizací neuhlíkových složek organické kompozice pro zakalení gelu.

Výhodná kompozice podle předloženého vynálezu může být vyrobena běžnými procesy pro výrobu gelových kompozic, například běžným zpracováním sol-gel. Gelové kompozice mohou být vyráběny zejména procesy popsányi zde v příkladech a příkladech v odkazovaných přihláškách a jejich mikrostruktura může být přizpůsobena pro optimalizování vlastností požadovaných pro specifické přihlášky. Různé prekursory zahrnující alkoxidy kovu, koloidní suspenze a jejich kombinace mohou být použity s různými mechanismy gelace pro syntetizování kompozic předloženého vynálezu. Obměňováním podmínek zpracování, jako je čas, teplota, pH a pórová tekutina, může být ovlivněna mikrostruktura kompozice.

23.07.99

Jak je podrobně vysvětleno v příkladech vyložených níže, gelové kompozice podle předloženého vynálezu mohou být vyrobeny z roztoku zahrnujícího pevné látky gelového prekursoru. Gelová kompozice předloženého vynálezu s TC a hustotou stěsnání při tlaku klesajícím v předložených nárocích může být vyrobena z roztoku s dostatečně nízkým hmotnostním procentem pevných látek pro dosažení požadované hustoty stěsnání a zpracováním roztoku, používajícím zpracovávací techniky sol-gel, způsobem, kdy je udržena v konečné gelové kompozici nízká koncentrace pevných látek.

Gelová kompozice podle předloženého vynálezu může být vyrobena zejména následující metodou:

- 1) počáteční gelace, například za použití katalyzátoru, v roztoku zahrnujícím pevné látky gelového prekursoru, nebo gelový prekursor a zakalovací činidlo, při takové počáteční koncentraci pevných látek, aby bylo dosaženo požadované koncentrace pevných látek v konečné gelové kompozici,

- 2) ponechání gelace proběhnout do předem určeného stupně dokončení,

- 3) je-li třeba, stárnutí gelu při teplotě a po časový úsek postačující k dosažení mechanických vlastností požadovaných v konečné gelové kompozici,

- 4) je-li třeba, propírání gelu,

- 5) je-li třeba, výměna pórové tekutiny,

- 6) je-li třeba, chemické zpracování gelu, a

23.07.99

7) odstranění kapaliny z výsledné gelové kompozice, například sušením.

Jednotlivé kroky procesu 3, 4, 5 a/nebo 6, pokud se používají, mohou být provedeny v jakémkoli pořadí a mohou být opakovány pro dosažení gelové kompozice s vhodnými vlastnostmi.

Výhodnou metodou může být kompozice podle předloženého vynálezu vyrobena z gelového prekursoru procesem zahrnujícím:

počáteční gelaci v roztoku zahrnujícím pevné látky gelového prekursoru a umožněním, aby gelace postupovala k předem určenému stupni dokončení,

vedení počátečního gelu ve styk s povrchem modifikujícím činidlem a

odstranění kapaliny z výsledného gelu pro vytvoření gelové kompozice.

Proces výroby povrchově modifikované gelové kompozice z gelového prekursoru může dále zahrnovat jeden nebo více následujících kroků:

stárnutí počátečního gelu při teplotě a po časový úsek postačující k dosažení mechanických vlastností požadovaných v konečné gelové kompozici před kontaktem s povrchem modifikujícím činidlem,

propírání počátečního gelu před kontaktem s povrchem

23.07.99

modifikujícím činidlem,

stárnutí výsledného gelu při teplotě a po časový úsek postačující k dosažení mechanických vlastností požadovaných v konečné gelové kompozici po kontaktu s povrchem modifikujícím činidlem,

výměna pórové tekutiny ve výsledném gelu před kontaktem s povrchem modifikujícím činidlem,

výměna pórové tekutiny ve výsledném gelu po kontaktu s povrchem modifikujícím činidlem, a/nebo

propírání gelu po kontaktu s povrchem modifikujícím činidlem.

Dále, pokud jsou požadovány v konečné gelové kompozici jiné příměsi, jako jsou zakalovací činidla a podobně, mohou být tyto příměsi přidány k roztoku před započítáním gelace.

Jak je známo průměrnému odborníkovi v oboru, koncentrace pevných látek v roztoku, který může zahrnovat například pevné látky gelové složky a pevné látky zakalovacího činidla, je dostatečná pro dosažení hustot požadovaných v konečné kompozici. Ve výhodné metodě výroby kompozicí podle předloženého vynálezu je koncentrace pevných látek v roztoku menší než nebo rovná 8 %, výhodně menší než nebo rovná 7 %, pro dosažení měrných hmotností požadovaných pro kompozice předloženého vynálezu.

Jeden příklad výhodné metody výroby gelových kompozicí, který může být použit k výrobě kompozicí podle předloženého vynálezu, je popsán v uveřejněné PCT přihlášce

23.07.99

WO94/25149, podané "University of New Mexico", na jejíž obsah se zde odkazuje. V metodě popsané v WO94/25149 vnitřní povrch pórů vlhkého gelu, například silikagelu odvozeného od alkoxidu, reaguje před vysušením s organickým povrchem modifikujícím činidlem zahrnujícím vzorec R_XMX_Y , kde R je organická skupina, M je Si nebo Al a X je halogen, např. trimetylchlorosilan $((CH_3)_3SiCl)$, takže jsou získány významné změny v následném sušení gelů a ne-nadkritické tlaky, které vedou k významně redukovanému srážení za sušení.

Gelové prekursory zahrnují, aniž by na ně byly omezeny, oxid, polymerní a zrnité gelové prekursory známé v technice, jako jsou:

gel oxidu kovu	forma(-y) gelového prekursoru
SiO_2	alkoxidové, křemičitanové kompozice, koloidní, pyrogenní
TiO_2	alkoxidové, koloidní, pyrogenní, titaničité kompozice, titanové halogenidy
Al_2O_3	alkoxidové, koloidní, hlinitanové kompozice, soli, pyrogenní, hliníkové halogenidy
ZrO_2	alkoxidové, koloidní, zirkoničité kompozice, soli, pyrogenní, zirkoniové halogenidy

polymerní gel	forma(-y) gelového prekursoru
rezorcín-formaldehyd (R-F)	polyhydroxybenzeny (např. rezorcín) a formaldehyd
melamin-formaldehyd (M-F)	melamin a formaldehyd, funkční melamin-formaldehydové pryskyřice
fenol-fural (P-F)	fenol a fural

23.07.99

Výběr určitého prekursoru je založen na druhu požadované kompozice. Gelová složka kompozice podle předloženého vynálezu je s výhodou vyrobena z prekursoru křemičitanu sodného.

Zakalovací činidlo použité v kompozici podle předloženého vynálezu je s výhodou přidáno v průběhu přípravy gelu. Zejména může být zakalovací činidlo předem rozptýleno v sol prekursoru do gelu při stálém pH a pak pH přizpůsobeno pro podporu gelace. Výhodný výsledek je kompozice, kde je připojeno zakalovací činidlo ke gelové složce, nebo zapouzdřeno v gelové matrici. Jak bylo řečeno výše, použití připojitelného zakalovacího činidla je výhodné pro dosažení gelové kompozice, kde je zakalovací činidlo připojeno ke gelové složce.

Další detaily vztahující se k výrobě kompozicí podle předloženého vynálezu jsou poskytnuty v příkladech zde popsaných.

Ve shodě s dalším aspektem podle předloženého vynálezu je poskytnuto izolační těleso zahrnující zrnitou kompozici předloženého vynálezu. Izolační těleso může dále zahrnovat bariéru, fólii, strukturu, membránu, nebo jiné prostředky pro udržování a/nebo krytí zrnité kompozice předloženého vynálezu. Zrnitá kompozice předloženého vynálezu může být dále přidána jako složka kompozice, která je pěněná, vytlačovaná, formovaná nebo jinak tvarovaná do vymejitelného objemu.

Možná vytvoření izolačního tělesa podle předloženého vynálezu zahrnují, aniž by na ně byla omezena, izolační struktury. Termín struktura je použit jako odkaz k jakýmkoli krytým prostorům, které mohou nebo nemusí být evakuovány (na vakuum), které mohou být naplněny, nebo částečně naplněny, zrnitou kompozicí předloženého vynálezu. Takové kompozice zahrnují, aniž by na ně byly omezeny, panely, pláště, zdi, pouzdra a podobně. Izolační těleso předloženého vynálezu může být použito v jakémkoli strukturálním tvaru navrženém pro izolování soustavy.

Výhodné vytvoření izolačního tělesa podle předloženého vynálezu je vakuový izolační panel. Vakuový izolační panel zahrnuje zrnitou kompozici předloženého vynálezu ve vakuu a v podstatě pro plyn nepropustnou bariéru obklopující kompozici. Vytvoření izolační struktury předloženého vynálezu mohou dále zahrnovat přídatné strukturální prvky a/nebo povrchy zpracované pro dosažení velmi nízké emisní schopnosti, sálcí štíty a/nebo podobně.

Vytvoření izolačního tělesa podle předloženého vynálezu je znázorněno na obrázku 2, který zobrazuje zrnitou kompozici předloženého vynálezu 2, krytou ve vakuovém pytli 4, který je v podstatě pro plyn nepropustný. V podstatě pro plyn nepropustné bariéry vhodné pro použití v předloženém vynálezu zahrnují: kryt, jako jsou obaly nebo vaky, zahrnující kovové bariéry, bariérové fólie zahrnující jednu nebo více vrstev polymerních, pokovených polymerních, nebo kovových fóliových vrstvených materiálů, které jsou v podstatě nepropustné pro plyn.

V nevakuových aplikacích, kde zrnitá kompozice podle předloženého vynálezu není obsažena v evakuovaném krytu,

23.07.99

mohou být použity jiné prostředky pro vytvoření určitého objemu uvedené zrnité kompozice předloženého vynálezu. Všeobecně řečeno, v nevakuových aplikacích, zrnitá kompozice předloženého vynálezu může být uzavřena v, nebo obklopena bariérou, postačující pro zadržení v podstatě celé zrnité kompozice předloženého vynálezu v požadovaném prostoru. Vhodné bariérové materiály pro nevakuové aplikace zahrnují, aniž by na ně byly omezeny, umělé hmoty, celulózní materiály, dřevo, cement, asfalt a/nebo kov.

Zrnitá kompozice podle předloženého vynálezu může být eventuelně přidána jako složka ke kompozici, která je pěněním, vytlačovaná, formovaná nebo jinak tvarovaná do vymezeného objemu. Zrnitá kompozice předloženého vynálezu může být například přidána jako složka ke styropénové kompozici, která je pak tvarována do cihel. Kompozice zahrnující zrnitou kompozici předloženého vynálezu může být také dále uzavřena, je-li třeba.

Izolační těleso podle předloženého vynálezu může být vyrobeno běžnými způsoby známými v oboru, jako jsou níže popsány s odkazem k vytvoření vakuového izolačního panelu předloženého vynálezu. Jiná vytvoření předloženého vynálezu mohou být vyrobena podobně použitím běžných způsobů dobře známých v technice.

Vytvoření vakuového izolačního panelu podle předloženého vynálezu může být vyrobeno umístěním zrnité kompozice předloženého vynálezu do v podstatě pro plyn nepropustného bariérového krytu a pak evakuováním a utěsněním krytu. Zrnitá kompozice předloženého vynálezu může být také vysušena před umístěním do bariérového krytu.

23.07.99

Je-li třeba, zrnitá kompozice podle předloženého vynálezu může být umístěna do porézního vaku a stlačena do požadovaného tvaru před umístěním do vpodstatě pro plyn nepropustného a vpodstatě pro vodu nepropustného membránového krytu. Zrnitá kompozice předloženého vynálezu může být také umístěna do porézního vaku před sušením, je-li sušící krok použit, pro napomáhání držení zrnité kompozice předloženého vynálezu po dobu sušení a/nebo stlačovací operace. Vhodné porézní vaky zahrnují ty, které jsou vyrobené z nějakého materiálu, který dovoluje průchod vzduchu a vlhkosti, ale drží zrnitou kompozici předloženého vynálezu, která může být nakonec dělená zrnitá směs. Příklady vhodných porézních vaků zahrnují porézní vaky zahrnující a vytvořené z polypropylenu, například TYVEK^R polypropylen vyráběný a prodáváný "E. I. DuPont de Nemours Company, Wilmington, Delaware" a CELGARD polypropylen vyráběný a prodáváný "Celanese Corporation" a porézní vaky vytvořené z druhu papíru používaného jako filtrační papír.

Ve volitelné vysušovací operaci, je-li či není-li použit porézní vak, vysušovací teplota by měla být dostačující pro odvedení jakékoli povrchové vody ze zrnité kompozice podle předloženého vynálezu. Vysušovací teplota bude obvykle alespoň 100 °C, přičemž horní limit je teplota, při které nebude degradována ani zrnitá kompozice předloženého vynálezu, ani porézní vak, je-li použit.

Vysušená, stlačená kompozice podle předloženého vynálezu může být pak umístěna do vpodstatě pro plyn nepropustného bariérového krytu, vytvořeného způsobem zabráňujícím prosakování plynu. Pokud byla vysušena zrnitá kompozice předloženého vynálezu v porézním vaku, porézní vak je pouze umístěn do membránového krytu. Bariérový kryt je

obvykle plněn dostatečným množstvím zrnité kompozice předloženého vynálezu, jež má za následek zcela naplněný kryt po evakuaci. Jak bude známo průměrnému odborníkovi v oboru, proces evakuace obvykle způsobí sražení bariérového krytu, aby dosedal kolem zrnité kompozice předloženého vynálezu.

Mělo by být zaznamenané, že TC struktury vakuového panelu zahrnující kompozici podle předloženého vynálezu může být odlišná od TC kompozice předloženého vynálezu samotné, měřené způsoby zde popsány, například díky vodivosti umělohmotné fólie použité ve vakuovém panelu.

Vakuová izolační struktura podle předloženého vynálezu může mít jakékoli rozměry, závisující na požadavcích a použití. Nicméně obvykle struktura vakuového izolačního panelu předloženého vynálezu bude mít délku, šířku a tloušťku postačující v podstatě pro naplnění prostoru, kde bude použita. Pro strojové aplikace, např. ledničky nebo mrazáky, se bude délka, šířka a tloušťka měnit v závislosti na velikosti stroje, nicméně tloušťka struktury vakuového izolačního panelu bude obvykle 3 až 50 milimetrů.

Celkové vlastnosti v podstatě pro plyn nepropustného bariérového krytu by měly s výhodou dovolit, aby přetrvalo její držení, bez propíchnutí nebo jiného poškození. Obecně, celková tloušťka krytů vhodných pro vytvoření omezeného objemu zrnité kompozice podle předloženého vynálezu se bude pohybovat od přibližně 50 do 1000 mikronů. Zatímco tenčí materiály poskytují postačující pevnost pro držení zrnité kompozice předloženého vynálezu a dovolují následné nezbytné zpracování, očekávaná životnost zařízení, do kterého jsou umístěny, může být snížena.

23.07.99

Obvykle v podstatě pro plyn nepropustný bariérový kryt, který je použit ve vytvoření vakuové izolační struktury podle předloženého vynálezu, má jeden nebo více otvorů umožňujících evakuaci krytu, a je-li třeba, znovunaplnění krytu izolačními plyny. Pytel je nejprve evakuován na tak nízký tlak, jaký je třeba, například 133,322 - 1333,22 Pa (1-10 Torr). Evakuační cyklus může být opakován tak, aby zajistil nízký parciální tlak vzduchu zůstávající v panelu. Výrobní proces je pak ukončen tepelným utěsněním krytu pro uzavření evakuační cesty.

Izolační těleso podle předloženého vynálezu může být s výhodou použito jako tepelný izolační prostředek v chladicím stroji, jako je lednička, mrazák, chladič a podobně.

Efektivnost a výhody různých aspektů a vytvoření podle předloženého vynálezu budou dále vysvětleny následujícími příklady. Experimentální výsledky vyložené níže vysvětlují, že TC poskytuje prostředky pro rozlišení fyzikálních vlastností různých kompozicí. Fyzikální vlastnosti, jako jsou velikost pórů, rozložení velikosti pórů, povrchová plocha a struktura kompozicí jako jsou gely, je obtížné měřit díky křehkosti kompozice. Tradiční testy na fyzikální vlastnosti jako je velikost pórů mohou získat nepřesné výsledky, jestli vůbec nějaké, díky deformaci a/nebo lámání gelu. Naproti tomu, TC může být přesně určena s menším rizikem deformace nebo lámání gelu. Jak je vysvětleno v příkladech níže, TC kompozice bude záviset na fyzikálních vlastnostech kompozice, zahrnujících například velikost částic, hustotu, zakalení, druh a přítomnost zakalovacího činidla (činidel) a poréznost.

23.07.99

Jak je vysvětleno v příkladech, vlastnosti podle předloženého vynálezu mohou být modifikovány pro vytvoření výhodné TC a hustoty stěsnání při tlaku. Například hustota stěsnání při tlaku může být modifikována modifikací velikosti částic na danou hustotu částic, například mletím pro redukování a s výhodou minimalizování přispění plynové fáze k přenosu tepla díky pohybu plynu kolem částic.

Poréznost a pevnost kompozice, projevující se v TC kompozice a hustoty stěsnání při tlaku, mohou být modifikovány, například výběrem vhodné gelové složky, např. oxidu křemičitého, a/nebo modifikací koncentrace pevných látek v roztoku použitých k přípravě gelu. Tyto modifikace mohou být použity k modifikování, s výhodou minimalizování, příspěvku pevné fáze k tepelné vodivosti při přenosu tepla.

Sálající složka může být redukována a s výhodou minimalizována použitím zakalovacího činidla.

V příkladech byly použity následující zkoušky:

Tepelná vodivost (TC, Thermal Conductivity) a hustota stěsnání.

Tepelná vodivost (TC, Thermal Conductivity) kompozicí při tlaku je měřena podle zkoušky ASTM C1114-92 používající postupy a vybavení popsané níže a vysvětlené na obrázcích 3 a 4. Měrná hmotnost kompozicí je měřena způsobem vyloženým níže.

1. Přibližně 200-300 kubických centimetrů (objem po setřesení) vzorku kompozice je sušeno v peci při 120 °C

minimálně po dobu dvou hodin až do vpodstatě úplné suchosti. Množství použité kompozice je postačující pro úplné naplnění dvou 4 palce (102 mm) na 6 palců (152 mm) na 0,25 palce (6 mm) TYVEK^R vaků, jak je popsáno v následujících krocích. TYVEK^R je registrovaná obchodní značka pro vlákna "E. I. DuPont de Nemours Company, Wilmington, Delaware". Skutečný objem prášku může být různý, ale bude započítán při měření TC při tlaku.

2. Vzorek kompozice je rozdělen na dva rovné díly podle hmotnosti a hmotnost každého dílu je zaznamenána.

3. Každý díl vzorku kompozice je umístěn do 4 palce (102 mm) na 6 palců (152 mm) na 0,25 palce (6 mm) TYVEK^R vaku.

4. Každý vak je utěsněn lepidlem pro vytvoření dvou vpodstatě podobných vaků. Vaky jsou uskladněny v sušiči, zatímco lepidlo schne.

5. Poté, co lepidlo uschne, vaky jsou umístěny mezi desky tenkofóliového ohřívacího zařízení 12, vysvětleném na obrázku 3. Jak je znázorněno na obrázku 3, tenkofóliové ohřívací zařízení 12 zahrnuje ohříváč a termočláňkovou desku 14, a termočláňkové desky 16 a 18. Desky jsou spojeny flexibilními spojkami 15 a 17, které zahrnují pásku. Elektrické dráty 24, 26 a 28 vedou z desek 14, 16 a 18 podle uvedeného pořadí a zahrnují konektory na koncích pro připojení tenkofóliového ohřívacího zařízení k vytápění a měřicího zařízení.

6. Tenkofóliové ohřívací zařízení s vaky je pak sestaveno v tlakovém zařízení znázorněném na obrázku 4.

Tenkofóliové ohřívací zařízení 12 s vaky 32 a 34 je umístěno mezi hliníkové bloky 42 a 44, které jsou v povrchové ploše větší než vaky a dostatečně tlusté, aby odolaly deformaci při tlaku. Kolem hliníkových bloků 42 a 44 jsou umístěné přídatné hliníkové kusy 52 a 54, které mají v podstatě rovinné povrchy 53 a 55 podle uvedeného pořadí dostatečně vzdálené od hliníkových bloků 42 a 44, aby poskytly prostor pro sevření prostředků jako jsou C-svorky.

7. Sestavené tlakové zařízení z kroku 6 (obrázek 4) je umístěno v řezačce Carver Model C stiskový zahrnující pevnou desku 62 a pohyblivou desku 64 znázorněné na obrázku 4.

8. Pohyblivá deska 64 je posunuta k pevné desce 62 se sestaveným tlakovým zařízením mezi nimi až do 1601,28 newtonů (360 liber) síly působící na vaky, což je 103 421 Pa (15 liber na čtverečný palec pro vak 4 palce na 2 palce).

9. C-svorky jsou umístěny kolem hliníkových desek 42 a 44, přičemž jsou dostatečně utěsněny pro udržení tlaku použitého stiskem. Stisk je pak uvolněn.

10. Vzdálenost mezi termočláňkovými tabulemi 14 a 16 a vzdálenost mezi termočláňkovými tabulemi 16 a 18 je měřena ve všech čtyřech rozích pro určení tloušťky každého vaku pod tlakem 103 421 Pa (15 psi). Měrná hmotnost vzorku kompozice je vypočítána z tloušťky vzorku určené v kroku 10, hmotnosti (hmoty) vzorku určené v kroku 2 a plochy vzorku, která je určena 155 04 čtverečných mm (102 mm x 152 mm) (24 čtverečných palců (4 palce x 6 palců)) podle vzorce: hustota stěsnání = hmotnost / (tloušťka x plocha).

11. Tlakové zařízení se vzorky kompozice pod tlakem jsou pak umístěny do tlakové nádoby, která byla evakuována, a pak znovunaplněny dusíkem pro získání TC měření při vybraných tlacích 133,322-133 32,2 Pa (1-100 Torr).

12. TC měření jsou získána zapojením elektrických vodičů z tenkofóliového ohřívacího zařízení do energetického zdroje a nanovoltmetru, který se používá k výpočtu teplotního rozdílu. TC se vypočítá z teplotního rozdílu a použité energie.

Ve výše uvedeném postupu je TC kompozic určeno v dusíkové atmosféře a za teploty 20 °C. TC kompozic podle předloženého vynálezu bude v podstatě ekvivalentní pokud bude měřeno v atmosférickém vzduchu nebo jiných směsích (nebo roztocích) plynů majících teplotní vodivosti podobné teplotní vodivosti dusíku. TC kompozice předloženého vynálezu může být určena s odkazem k atmosférickému vzduchu, nebo plynu s podobnou vodivostí, jako je plyn, který obklopuje a vyplňuje póry kompozicí a prostory v objemu analyzované kompozice. TC kompozice předloženého vynálezu bude obvykle snížena v atmosféře plynu, který má nižší vodivost než dusík.

Zatímco měření byla získávána za teploty 20 °C, žádné podstatné změny TC by nebyly očekávány v rozmezí 17 °C - 25 °C.

Měření TC pod tlakem poskytuje informace o chování kompozice v izolačních aplikacích, kde bude kompozice pod vnějším tlakem, například v izolačních panelech majících redukované vnitřní tlaky.

23.07.99

Velikost částic

Velikost částic kompozicí je určena fyzikálními třídícími způsoby používajícími filtry 1 mm (18 mesh), 500 μm (35 mesh), 250 μm (60 mesh) a 90 μm (170 mesh). K třídění je používán CSC "Scientific Sieve Shaker", model 184 80.

Poréznost

Poréznost gelových kompozicí může být určena určením hustoty sloupce kompozice a vypočítáním poréznosti následující metodou.

Pro určení hustoty sloupce byly gely lity a tvarovány ve válcovitých formách. Celkový objem gelu byl určen fyzikálním měřením rozměrů suchého gelu. Sypná hmotnost byla určena vážením suchého gelu a dělením geometrickým objemem. V případech, kde geometrický sloupec nebyl udržen, nebo jako ověření výše uvedené metody, bylo použito odstranění rtuti.

Hustota sloupce gelových kompozicí měřená odstraněním rtuti se zjistí následovně. Čistá prázdná skleněná kyveta se naplní rtutí do určité výšky a kyveta se zváží. Rtuť se pak odstraní a kyveta se opět vyčistí. Poté se umístí suchý gelový vzorek známé hmotnosti do skleněné kyvety a rtuť se přidá do kyvety do stejné určité výšky jako předtím. Změří se hmotnost kyvety obsahující rtuť a vzorek. Hmotnost rtuti v obou případech se pak převede na objem založený na hustotě rtuti. Rozdíl mezi objemem rtuti, která vyplňuje prázdnou kyvetu a objemem rtuti, která vyplňuje kyvetu obsahující vzorek je znám jako odstraněný objem. Pokud rtuť nesmočí vzorek, tento objem je rovný celkovému objemu vzorku.

23.07.99

Hustota se pak určí dělením hmotnosti vzorku odstraněným objemem.

Poréznost je definována jako převrácená hodnota objemu vzorku, který je mezi částicemi a uvnitř nich a může být určena následujícím vzorcem:

$$\text{poréznost} = 1 - \frac{\text{(měřená hustota sloupce materiálu v porézní podobě)}}{\text{(hustota materiálu v pevné podobě)}}$$

Hustota pevné hmoty materiálu je určena s odkazem ke kompozici materiálu. V případě silikagelové kompozice, bez zakalovacích činidel, se předpokládá, že hustota pevné hmoty materiálu je hustota pevné hmoty oxidu křemičitého, která je 2,2 g/cc (220 kg/m³). V případě gelové kompozice, která zahrnuje zakalovací činidla, se předpokládá, že hustota pevné hmoty materiálu je vážený hmotnostní průměr hustot každé složky. Například v případě gelové kompozice zahrnující silikagelový prekursor a sazní zakalovací činidlo, se předpokládá, že hustota pevné hmoty materiálu je hmotnostní průměr hustoty pevné hmoty oxidu křemičitého (2,2 g/cc) a hustoty pevné hmoty sazí (1,8 g/cc).

Analytika sazí

Povrchová plocha na dusík (N₂SA, surface area) sazí použitých v příkladech, vyjádřená ve čtverečných metrech na gram (m²/g) byla určena podle zkoušky ASTM D3037 metoda A.

Dibutylftalanová adsorpční hodnota (DBP) sazí použitých v příkladech, vyjádřená jako mililitry na 100 g

sazí (ml/100g), byla určena podle postupu vyloženého v ASTM D2414.

Příprava roztoku

Gelové kompozice vyložené v příkladech jsou připraveny ve shodě se základními sol-gelovými metodami zde popsanými použitím kroků vysvětlených schematicky na obrázku 5 a detailněji popsanými v příkladech.

Tři roztoky různých koncentrací křemičitanu sodného jsou vyžadovány pro přípravu následujícího příkladu aerogelů. Křemičitan sodný pochází z komerčně dosažitelného roztoku, N^R křemičitanu, vyrobeného "PQ corp., Valley Forge, PA". N^R křemičitan má složení 8,9 % (W/W) Na_2O , 28,7 % (W/W) SiO_2 , a 62,4 % (W/W) vody. Hustota při 20 °C N^R křemičitanu je 1,38 g/ml.

1) 5% roztok se připraví přidáním 72,5 ml N^R křemičitanu do 410 ml deionizované vody. Tento roztok se použije s 2M H_2SO_4 v příkladech na výrobu gelových kompozic majících koncentraci pevných látek přibližně 5 % hmotnostních.

2) 8% roztok se připraví přidáním 72,5 ml N^R křemičitanu do 197 ml deionizované vody. Tento roztok se použije s 2M H_2SO_4 v příkladu na výrobu gelové kompozice mající koncentraci pevných látek přibližně 8 % hmotnostních.

3) 5% verze roztoku se připraví přidáním 72,5 ml N^R křemičitanu do 330 ml deionizované vody. Tento roztok se použije v přípravě kompozice P. Tento roztok se použije s 98% H_2SO_4 v příkladu na výrobu gelové kompozice mající

23.07.99

koncentraci pevných látek přibližně 5 % hmotnostních.

Vlastnosti sazí

Saze CB-A používaná v následujících příkladech jsou saze vyrobená "Cabot Corporation, Boston, Massachusetts", která mají N_2SA 24 m^2/g a DBP 132 ml/100g.

Modifikovaná CB-A saze jsou vyrobeny za účelem připojitelnosti sazí ke gelové složce použitím následujícího postupu.

Dvěstě gramů CB-A bylo přidáno do roztoku 10,1 g kyseliny sulfanilové a 6,23 g koncentrované kyseliny dusičné v 21 g vody. Roztok 4,87 g $NaNO_2$ v 10 g vody byl přidán do rychle míchané směsi. 4-sulfobenzendiazonium hydroxid vnitřní sůl je vytvořena *in situ*, načež reaguje se sazemí. Po 15 minutách byla disperze vysušena v peci při 125 °C.

Výsledný sazný produkt byl označen "Modifikovaná CB-A" a jsou to saze mající připojené 4- $C_6H_4SO_3$ -skupiny.

Saze CB-B jsou MONARCH⁵ 120 saze, produkt s obchodní známkou "Cabot Corporation, Boston, Massachusetts", který má N_2SA 25 m^2/g a DBP 64 ml/100g.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Tento příklad vysvětluje proces výroby kompozice podle předloženého vynálezu. Navíc tento příklad srovnává tepelnou

23.07.99

vodivost (TC, Thermal Conductivity) kompozice předloženého vynálezu s jinými kompozicemi.

Gelová kompozice "D" podle předloženého vynálezu je vyrobena použitím kroků procesu znázorněných na obrázku 5.

Další detaily jsou následující.

V kroku gelace je použit výše popsany 5% roztok.

Pro přibližně 300 ml gelu je připraveno do opláštěné kádinky udržované při 20 °C 42 ml 2M H₂SO₄. Roztok je titrován do míchané a opláštěné nádoby při 20 °C. Rychlost přidávání roztoku je 1 ml/min. Je-li dosaženo pH 3, je přidána kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody a roztok je míchán po několik sekund.

Kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody je připravena kombinací 2,79 g modifikovaného uhlíku Modified CB-A a 53 g vody a za působení zvuku po 2 minuty. Množství přidávaných sazí a vody jsou vypočítána tak, že součet obsahu pevných látek gelu zůstává stejný. V tomto příkladu 15 % hmotnostních gelové kompozice zahrnuje modifikovaná CB-A saze.

Po přidání kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody pak pokračuje titrace až se pH vyrovná 5. K měření pH jsou použity Corning pH měřič, model 320, a Corning "3 in 1" "pH Combination Electrode" s automatickým vyrovnáváním teploty (Corning, Inc., Corning, NY).

Sol je pak nalit do odlévacích nádob, přibližně 90 ml Teflon^R nádob. Jakmile sol geluje, nádoby jsou umístěny do

23.07.99

pece při 50 °C po dobu 15 minut. Po úpravě v peci při 50 °C je gel extrudován skrz lisovadlo na 3000 μ x 3000 μ v průřezu, čtvercové granule.

V kroku propírajícím sůl jsou granule nahrazena deionizovanou vodou teploty prostředí šestkrát po dobu 5 hodin v poměru objemu 6:1 (voda:gel).

V kroku stárnutí je odstraněna přebytečná voda a je ponechána pouze tekutina v pórech. Granule pak stárnou 45 minut při 80 °C.

V kroku výměny rozpouštědla jsou granule pětkrát vyměněny s acetonem pro odstranění vody. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 6:1 (aceton:gel) po dobu minimálně 90 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

Je použit druhý krok vyměňující rozpouštědlo. Granule jsou pětkrát vyměněny s heptanem pro odstranění acetonu. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 6:1 (heptan:gel) po dobu minimálně 90 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

V kroku TMCS úpravy je přidán trimetylchlorsilan (TMCS) do směsi gelu/heptanu na úrovni 0,1 g TMCS/g vlhkého gelu přes noc. Po úpravě jsou gely dvakrát promyty v heptanu pro odstranění jakéhokoli TMCS, který nereagoval.

V kroku odstranění rozpouštědla jsou granule umístěny v 50 °C peci po dobu 4 hodin. Granule jsou dále umístěny do 80 °C peci přes noc a konečný krok odstranění rozpouštědla pro granule jsou 2 hodiny v 120 °C peci.

Poté, co je chemické zpracování dokončeno, granule

23.07.99

jsou mlety v kávovém mlýnu (Bunn, GL1). Obrázek 6 ukazuje typické rozložení velikostí částic po mletí.

Výsledný prášek je proset pro oddělení 90-250 μm rozmezí velikosti částic (CSC Scientific Sieve Shaker, model 184 80, nastavení 2,5 na 15 minut).

90-250 μ gelový vzorek je pak připraven pro TC měření podle postupů vyložených výše.

Tepelná vodivost (TC, Thermal Conductivity) a hustota stěsnání pod tlakem 103 421 Pa (15 psi) kompozice podle předloženého vynálezu, D, a TC a hustota stěsnání při tlaku 103 421 Pa (15 psi) čtyř kontrolních kompozicí A, B, C a E, jsou určeny použitím postupů vyložených výše. Kontrolní kompozice A je BASF Basogel^R vzorek aerogelu oxidu křemičitého, vyráběného a prodáváného "BASF, Ludwigshafen, Germany", který má rozmezí velikosti částic se všemi částicemi menšími než 500 μm a střední velikost mezi 50 μm a 150 μm . Kontrolní kompozice B je Degussa KF500LS^R aerogel oxidu křemičitého vyráběný a prodáváný "Degussa Akgt., Frankfurt, Germany", který má průměrnou velikost částic 3 μm . Kontrolní kompozice C je Cabot Cab-o-Sil^R EH5, vyráběná a prodávána "Cabot Corporation, Tuscola, Illinois", která má průměrnou velikost částic 0,2-0,3 μm . Kontrolní kompozice E byla vzorek aerogelové granule. Kontrolní kompozice E je připravena stejným způsobem jako kompozice D předloženého vynálezu z gelace při odstranění rozpouštědla. Nicméně kontrolní kompozice E zůstává v extrudované formě, přibližně 3000 μ x 3000 μ v průřezu, granule.

Hustota kpod tlakem 103 421 Pa (15 psi) a tepelná

23.07.99

vodivost (TC, Thermal Conductivity) každé kompozice A, B, C, D a E, měřené způsobem výše popsáním, jsou následující a jsou také znázorněny graficky na obrázcích 7 a 8.

kompozice	hustota stěsnání, tlak 103 421 Pa (kg/m ³)	TC při 133,322 Pa (mW/m.K)	TC při 1333,22 Pa (mW/m.K)	TC při 13 332,2 Pa (mW/m.K)
A	123	6,89	8,24	12,02
B	180	8,29	11,01	18,03
C	130	6,14	6,77	9,81
D	97	4,61	5,13	7,21
E	111	6,65	7,28	8,58

Tyto výsledky vysvětlují výhodnou TC dosaženou kompozicí podle předloženého vynálezu D na vakuových úrovních 133,322 Pa, 1333,22 Pa a 13 332,2 Pa. Gelová kompozice E také spadá do rozsahu jistých aspektů předloženého vynálezu při 13 332,2 Pa.

Jak je vysvětleno gelovou kompozicí D, vytvoření kompozice podle předloženého vynálezu dosahuje výhodné TC při tlaku naznačující snížený přenos tepla v kompozici. Při absenci proudění se vyskytuje přenos tepla přes plynnou fázi vedení, pevnou fázi vedení a sálání. Poréznost a velikost částic zrnité kompozice ovlivní příspěvek plynné fáze při přenosu tepla. Nízká hustota stěsnání gelové kompozice D, ve srovnání s ostatními kompozicemi, svědčí o vyšší poréznosti kompozice D. Vyšší poréznost ve spojení s velikostí částic kompozice D minimalizuje plynnou fázi přenosu tepla. Nízká hustota stěsnání také vysvětluje, že kompozice D má

23.07.99

dostačující pevnost aby odolala deformaci pod tlakem do nežádoucí míry.

Výběr oxidu křemičitého jako gelové složky v kompozici D, a nízká hustota stěsnání kompozice D slouží k minimalizování přispění pevné fáze při přenosu tepla.

Použití zakalovacího činidla v kompozici D slouží k minimalizování složky sálání v přenosu tepla.

Příklad 2

Tento příklad vysvětluje účinek hustoty stěsnání při tlaku 103 421 Pa na TC. Kompozice F a G byly připraveny použitím kroků gelového procesu znázorněných na obrázku 5. Další detaily jsou následující.

Kompozice F

Saze použité v kompozici F jsou saze CB-A popsaná výše. V kompozici F saze CB-A nejsou modifikovány.

V kroku gelace je použit 5% roztok:

Pro přibližně 300 ml gelu je připraveno do opláštěné kádinky udržované při 20 °C 42 ml 2M H₂SO₄. Roztok je titrován do míchané a opláštěné nádoby při 20 °C. Rychlost přidávání roztoku je 1 ml/min. Je-li dosaženo pH 3, je přidána kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody a roztok je míchán po několik sekund.

Kaše ze sazí CB-A/vody je připravena kombinací 2,79 g

23.07.99

nemodifikovaného uhlíku a 53 g vody a za působení zvuku po dobu 10 minut. Množství přidaných sazí a vody jsou vypočítána tak, že součet obsahu pevných látek gelu zůstává stejný. V tomto příkladu 15 % hmotnostních gelové kompozice zahrnuje saze CB-A.

Po přidání kaše ze sazí CB-A/vody pak pokračuje titrace až se pH vyrovná 5. Corning pH měřič, model 320, a Corning "3 in 1" "pH Combination Electrode" s automatickým vyrovnáváním teploty (Corning, Inc., Corning, NY) jsou použity k měření pH.

Sol je pak nalit do odlévacích nádob, přibližně 90 ml Teflon^R nádob. Jakmile sol geluje, nádoby jsou umístěny do pece při 50 °C po dobu 15 minut. Po 50 °C úpravě v peci je gel extrudován na 3000 μ x 3000 μ v průřezu, čtvercové granule.

V kroku propírającím sůl jsou granule nahrazeny deionizovanou vodou teploty prostředí šestkrát po dobu 5 hodin v poměru objemu 6:1 (voda:gel).

V kroku stárnutí je odstraněna přebytečná voda a je ponechána pouze tekutina v pórech. Granule pak stárnou 45 minut při 80 °C.

V kroku výměny rozpouštědla jsou granule čtyřikrát vyměněny s acetonem pro odstranění vody. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 6:1 (aceton:gel) po dobu minimálně 90 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

Je použit druhý krok vyměňující rozpouštědlo. Granule jsou čtyřikrát vyměněny s heptanem pro odstranění acetonu.

23.07.99

Výměny jsou prováděny v poměru objemu 6:1 (heptan:gel) po dobu minimálně 90 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

V kroku TMCS úpravy je přidán trimetylchlorsilan (TMCS) do směsi gelu/heptanu na úrovni 0,15 g TMCS/g vlhkého gelu na dobu 3 1/2 hodiny.

V kroku odstranění rozpouštědla jsou granule umístěny do 80 °C peci přes noc. Pak jsou granule umístěny do 120 °C pece na dobu dvou hodin pro konečné odstranění rozpouštědla.

Poté, co je chemické zpracování dokončeno, granule jsou mlety v kávovém mlýnu (Bunn, GL1). Obrázek 6 ukazuje typické rozložení velikostí částic po mletí.

Kompozice G

Saze použité v kompozici G jsou saze CB-B. V kompozici G saze CB-A nejsou modifikovány.

V kroku gelace je použit 8% roztok.

Pro přibližně 680 ml gelu je připraveno do opláštěné kádinky udržované při 20 °C 145 ml 2M H₂SO₄. Roztok je titrován do míchané a opláštěné nádoby při 20 °C. Rychlost přidávání roztoku je 1 ml/min. Je-li dosaženo pH 3, je přidána kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody a roztok je míchán po několik sekund.

Kaše ze sazí CB-A/vody je připravena kombinací 10,06 g sazí CB-A a 118 g vody a za působení zvuku po dobu 10 minut. Množství přidávaných sazí a vody jsou vypočítána

23.07.99

tak, že součet obsahu pevných látek gelu zůstává stejný. V tomto příkladu 15 % hmotnostních gelové kompozice zahrnuje saze CB-B.

Po přidání kaše ze sazí/vody pak pokračuje titrace až do pH = 5. Corning pH měřič, model 320, a Corning "3 in 1" "pH Combination Electrode" s automatickým vyrovnáváním teploty (Corning, Inc., Corning, NY) jsou použity k měření pH.

Sol je pak nalit do odlévacích nádob, přibližně 90 ml Teflon^R nádob. Jakmile sol geluje, nádoby jsou umístěny do pece při 50 °C po dobu 15 minut. Po 50 °C úpravě v peci je gel extrudován na 3000 μ x 3000 μ v průřezu, čtvercové granule.

Ve zbývajících krocích bylo 5 gelových dávek (o velikosti přibl. 680 ml) kombinováno pro zpracování.

V kroku propírajícím sůl jsou granule nahrazeny deionizovanou vodou teploty prostředí šestkrát po dobu 90 minut na každou výměnu v poměru objemu 1:1 (voda:gel).

V kroku stárnutí je odstraněna přebytečná voda a je ponechána pouze tekutina v pórech. Granule pak stárnou 12-14 hodin @ při 50 °C.

V kroku výměny rozpouštědla jsou granule osmkrát vyměněny neobvyklým způsobem s acetonem pro odstranění vody. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 1:1 (aceton:gel) po dobu minimálně 90 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

Je použit druhý krok vyměňující rozpouštědlo. Granule jsou dvakrát vyměněny neobvyklým způsobem s heptanem pro odstranění acetonu. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 1:1 (heptan:gel) po dobu minimálně 90 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

V kroku TMCS úpravy je přidán trimethylchlorsilan (TMCS) do směsi gelu/heptanu na úrovni 0,1 g TMCS/g vlhkého gelu na dobu 3 hodin.

V kroku odstranění rozpouštědla jsou granule umístěny do 160 °C peci přes noc.

Poté, co je chemické zpracování dokončeno, granule jsou mlety v kávovém mlýnu (Bunn, GL1). Obrázek 6 ukazuje typické rozložení velikostí částic po mletí.

Tepelné vodivosti (TC, Thermal Conductivities) a hustota stěsnání pod tlakem 103 421 Pa kompozicí F a G jsou určeny použitím postupů vyložených výše. Výsledky jsou zaznamenány níže a také zaznamenány graficky na obrázku 8.

kompozice	hustota stěsnání, tlak 103 421 Pa (kg/m ³)	TC při 133,322 Pa (mW/m.K)	TC při 1333,22 Pa (mW/m.K)	TC při 13 332,2 Pa (mW/m.K)
G	116	5,77	6,44	7,59
F	151	8,48	11,18	13,73

Tyto výsledky vysvětlují účinky hustoty stěsnání pod tlaku na TC.

23.07.99

Měrná hmotnost při tlaku poskytuje údaj o pevnosti a poréznosti zrnité kompozice. Měrná hmotnost kompozice F podle předloženého vynálezu poskytuje údaj, že kompozice má dostačující pevnost pro udržení své poréznosti a pro minimalizování své deformace pod tlakem, stejně jako minimalizování přispění pevné fáze při přenosu tepla, který by nežádoucně zvýšil její TC.

Příklad 3

Tento příklad vzsvětluje účinek velikosti částic na TC a hustotu stěsnání při tlaku 103 421 Pa (15 psi).

Kompozice H, I a J jsou připraveny použitím kroků gelového procesu znázorněných na obrázku 5. Další detaily jsou následující.

Kompozice H

Kompozice H je připravena stejným způsobem jako kompozice D výše uvedená z gelace při odstraňování rozpouštědla.

Poté, co je chemické zpracování dokončeno, granule jsou mlety v kávovém mlýnu (Bunn, GL1). Obrázek 6 ukazuje typické rozložení velikostí částic po mletí.

Výsledný prášek je proset pro oddělení menšího než 90 μ m rozmezí velikosti částic použitím "CSC Scientific Sieve Shaker", model 184 80, nastavení 2,5 na 15 minut.

kom- po- zi- ce	velikost částic (μm)	hustota stěsnání, tlak 103 421 Pa (kg/m^3)	TC při 133,322 Pa ($\text{mW}/\text{m.K}$)	TC při 1333,22 Pa ($\text{mW}/\text{m.K}$)	TC při 13 332,2 Pa ($\text{mW}/\text{m.K}$)
H	menší než 90	113	4,49	5,01	7,75
I	90-250	103	4,71	5,24	6,87
J	250-500	105	5,34	6,08	7,75

Tyto výsledky vysvětlují vliv velikosti částic na TC a hustotu stěsnání při tlaku 103 421 Pa. Kompozice H, I a J jsou všechny kompozice podle předloženého vynálezu, ale mají rozdílné hustoty stěsnání a TC.

Jak je vysvětleno srovnáním kompozicí H a I, pokles velikosti částic vede k poklesu hustoty stěsnání, nicméně pokles ve velikosti částic také vede k poklesu TC při tlacích 133,322 Pa a 1333,22 Pa. Ve větším rozmezí velikosti částic, reprezentovaném příklady I a J, pokles velikosti částic při stejné hustotě stěsnání vede k poklesu TC.

Příklad 4

Tento příklad vysvětluje účinek druhu a přítomnosti zakalovacího činidla na TC a hustotu stěsnání při tlaku 103 421 Pa.

Kompozice K, kontrolní kompozice, je připravena bez zakalovacího činidla. Kompozice L je připravena použitím fyzikální směsi nemodifikovaných sazí CB-A. Kompozice N je

také připravena použitím nemodifikovaných sazí CB-A. Kompozice M je připravena použitím modifikovaných sazí CB-A. Saze CB-A a Modifikovaná saze CB-A jsou popsána výše.

Kompozice K, L, M a N jsou připraveny použitím kroků gelového procesu znázorněného na obrázku 5. Další detaily jsou následující.

Kompozice K

V kroku gelace je použit 5% roztok.

Pro přibližně 800 ml gelu je připraveno do opláštěné kádinky udržované při 20 °C 110 ml 2M H₂SO₄. Roztok je titrován do míchané a opláštěné nádoby při 20 °C. Rychlost přidávání roztoku je 5 ml/min. Titrace pokračuje až je pH 5. Corning pH měřič, model 320, a Corning "3 in 1" "pH Combination Electrode" s automatickým vyrovnáváním teploty (Corning, Inc., Corning, NY) jsou použity k měření pH.

Sol je pak nalit do odlévacích nádob, přibližně 90 ml Teflon^R nádob. Jakmile sol geluje, nádoby jsou umístěny do pece při 50 °C po dobu 15 minut. Po 50 °C úpravě v peci je gel extrudován na 3000 μ x 3000 μ v průřezu, čtvercové granule.

Po prvním proprání soli 4 dávky (přibl. 800 ml) jsou kombinovány pro zbytek zpracování.

V kroku propírajícím sůl jsou granule nahrazeny deionizovanou vodou teploty prostředí pětikrát, první proprání vodou je přes noc, druhé až páté proprání je 45 minut. Poměry objemů všech proprání jsou 1,5:1 (voda:gel).

V kroku stárnutí je odstraněna přebytečná voda a je ponechána pouze tekutina v pórech. Granule pak stárnou 15 hodin při 50 °C.

V kroku výměny rozpouštědla jsou granule jedenáctkrát vyměněny s acetonem neobvyklým způsobem pro odstranění vody. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 1:1 (aceton:gel) po dobu minimálně 45 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

Je použit druhý krok vyměňující rozpouštědlo. Granule jsou dvakrát vyměněny s heptanem pro odstranění acetonu. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 1:1 (heptan:gel) po dobu minimálně 45 minut na každou výměnu při teplotě prostředí. Zrna jsou pak umístěna do 2000 ml čerstvého heptanu před zpracováním přísadou trimrtylchlorsilanu.

V kroku TMCS úpravy je přidán trimetylchlorsilan (TMCS) do směsi gelu/heptanu na úrovni 0,1 g TMCS/g vlhkého gelu na dobu 3 1/2 hodiny.

V kroku odstranění rozpouštědla jsou granule umístěny do 160 °C peci přes noc.

Poté, co je chemické zpracování dokončeno, granule jsou mlety v kávovém mlýnu (Bunn, GL1). Obrázek 6 ukazuje typické rozložení velikostí částic po mletí.

Kompozice L

Kompozice L je připravena stejným způsobem jako kompozice K výše uvedená z gelace při odstraňování rozpouštědla.

23.07.99

Poté, co je chemické zpracování dokončeno, granule jsou mlety v kávovém mlýnu (Bunn, GL1). Obrázek 6 ukazuje typické rozložení velikostí částic po mletí.

Základní aerogelový vzorek je kombinován s nemodifikovanými sazemi CB-A pro získání 15 % hmotnostních směsi sazí v aerogelu a uhlíkové směsi. Tato směs je míchána, až je dosaženo jednolitého vzhledu.

Kompozice M

V kroku gelace je použit výše popsáný 5% roztok.

Pro přibližně 300 ml gelu je připraveno do opláštěné kádinky udržované při 20 °C 42 ml 2M H₂SO₄. Roztok je titrován do míchané a opláštěné nádoby při 20 °C. Rychlost přidávání roztoku je 1 ml/min. Je-li dosaženo pH 3, je přidána kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody a roztok je míchán po několik sekund.

Kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody je připravena kombinací 2,79 g Modifikovaného CB-A modifikovaného uhlíku a 53 g vody a za působení zvuku po 2 minuty. Množství přidávaných sazí a vody jsou vypočítána tak, že součet obsahu pevných látek gelu zůstává stejný. V tomto příkladu 15 % hmotnostních gelové kompozice zahrnuje modifikovaná CB-A saze.

Po přidání kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody pak pokračuje titrace až do pH 5. Corning pH měřič, model 320, a Corning "3 in 1" "pH Combination Electrode" s automatickým vyrovnáváním teploty (Corning, Inc., Corning, NY) jsou použity k měření pH.

Sol je pak nalit do odlévacích nádob, přibližně 90 ml Teflon^R nádob. Jakmile sol geluje, nádoby jsou umístěny do pece při 50 °C po dobu 15 minut. Po 50 °C úpravě v peci je gel extrudován na 3000 μ x 3000 μ v průřezu, čtvercové granule.

V kroku propírajícím sůl jsou granule nahrazeny deionizovanou vodou teploty prostředí šestkrát po dobu 5 hodin v poměru objemu 6:1 (voda:gel).

V kroku stárnutí je odstraněna přebytečná voda a je ponechána pouze tekutina v pórech. Granule pak stárnou 60 minut při 80 °C.

V kroku výměny rozpouštědla jsou granule pětikrát vyměněny s acetonem pro odstranění vody. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 6:1 (aceton:gel) po dobu minimálně 90 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

Je použit druhý krok vyměňující rozpouštědlo. Granule jsou pětikrát vyměněny s heptanem pro odstranění acetonu. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 6:1 (heptan:gel) po dobu minimálně 90 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

V kroku TMCS úpravy je přidán trimetylchlorsilan (TMCS) do směsi gelu/heptanu na úrovni 0,1 g TMCS/g vlhkého gelu přes noc. Po úpravě jsou gely dvakrát promyty v heptanu pro odstranění jakéhokoli TMCS, který nereagoval.

V kroku odstranění rozpouštědla jsou granule umístěny v 50 °C peci po dobu 4 hodin. Granule jsou dále umístěny do 80 °C peci přes noc a konečný krok odstranění rozpouštědla

pro granule jsou 2 hodiny v 120 °C peci.

Poté, co je chemické zpracování dokončeno, granule jsou mlety v kávovém mlýnu (Bunn, GL1). Obrázek 6 ukazuje typické rozložení velikostí částic po mletí.

Kompozice N

Kompozice N je připravena stejným způsobem jako výše uvedená kompozice F.

Hustota pod tlakem 103 421 Pa a tepelné vodivosti každé kompozice K, L, M a N, měřené způsobem popsáním výše, jsou následující a jsou také zaznamenány graficky na obrázku 11.

kom- po- zi- ce	zakalo- vací činidlo	hustota stěsnání, tlak 103 421 Pa (kg/m ³)	TC při 133,322 Pa (mW/m.K)	TC při 1333,22 Pa (mW/m.K)	TC při 13 332,2 Pa (mW/m.K)
K	žádné	116	7,59	8,43	9,61
L	CB-A	134	5,91	6,80	8,10
M	modifi- kované CB-A	116	5,01	5,59	6,61
N	CB-A	116	5,77	6,44	7,59

Tyto výsledky vysvětlují vliv druhu a přítomnosti zakalovacího činidla na TC a hustotu stěsnání při tlaku 103 421 Pa.

Pro dané množství zakalovače, zejména sazí, povaha vztahu mezi zakalovačem a zbývajících složkami kompozice ovlivní pevnou fázi, část přenosu tepla.

Srovnání TC kompozic L, M a N s TC kompozice K vysvětlí, že přítomnost zakalovacího činidla snižuje TC. Nejnižší TC v tomto příkladu jsou dosaženy kompozicí M použitím zakalovacího činidla, které je "připojeno" ke gelovému prekursoru.

Příklad 5

Tento příklad vysvětluje účinek sazného zakalovacího činidla na TC.

Kompozice O je připravena bez zakalovacího činidla. Kompozice P je připravena použitím modifikovaných sazí CB-A. Kompozice Q je připravena také použitím modifikovaných sazí CB-A. Modifikovaná saze CB-A jsou popsána ve výše uvedeném příkladu 1.

Kompozice O, P a Q jsou připraveny použitím kroků gelového procesu, znázorněných na obrázku 5. Další detaily jsou následující.

Kompozice O

Kompozice N je připravena stejným způsobem a je to stejná kompozice jako výše uvedená kompozice K.

Kompozice P

V kroku gelace je použita 5% varianta roztoku.

Přibližně 5000 ml gelu se sloučí s 1235 ml deionizované vody a 65 ml koncentrované kyseliny sírové (98%, JT Baker) v opláštěné reakční baňce při 23 °C. Roztok je titrován do míchané a opláštěné nádoby při 23 °C. Rychlost přidávání roztoku je 40 ml/min, až do pH 3. Je-li dosaženo pH 3, je přidána kaše ze sazí/vody a roztok je míchán po několik sekund.

Kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody je připravena kombinací 25,43 g modifikovaného uhlíku a 492 g vody a za působení zvuku po 2 minuty. Množství přidávaných sazí a vody jsou vypočítána tak, že součet obsahu pevných látek gelu zůstává stejný. V tomto příkladu 10 % hmotnostních gelové kompozice zahrnuje modifikovaná CB-A saze.

Po přidání kaše z modifikovaných CB-A sazí/vody pak pokračuje titrace až do pH 5 při rychlosti přidávání 12 ml/min. Hanna pH měřič, model HI8510E, a "Cole-Parmer pH Electrode", model 5662-31, byly použity k měření pH.

Sol je míchán v reakční baňce po dobu 25 min, poté, co je dosaženo pH 5. Sol je pak nalit do dvou 29,21 cm x 17,78 cm x 7,62 polypropylenových odlévacích nádob (11,5 palce x 7 palců x 3 palce polypropylenové nádoby). Nádoby jsou umístěny do 65 °C pece na dobu 25 minut. Po 65 °C úpravě v peci je gel extrudován na 3000 μ x 3000 μ v průřezu, čtvercové granule. Gel je extrudován do 4 litrů vody přes noc.

V kroku stárnutí je odstraněna přebytečná voda a granule jsou nahrazeny 1,6 l 65 °C vody. Granule jsou pak

umístěny do 79 °C pece na dobu 5 1/2 hodiny.

V kroku propírajícím sůl jsou granule nahrazeny deionizovanou vodou teploty prostředí dvakrát po dobu 60 minut v poměru objemu 3:1 (voda:gel).

V kroku výměny rozpouštědla jsou granule pětkrát vyměněny s acetonem neobvyklým způsobem pro odstranění vody. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 3:1 (aceton:gel) po dobu minimálně 60 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

Je použit druhý krok vyměňující rozpouštědlo. Granule jsou dvakrát vyměněny s heptanem neobvyklým způsobem pro odstranění acetonu. Výměny jsou prováděny v poměru objemu 3:1 (heptan:gel) po dobu minimálně 60 minut na každou výměnu při teplotě prostředí.

V kroku TMCS úpravy je přidán trimetylchlorsilan (TMCS) do směsi gelu/heptanu na úrovni 0,1 g TMCS/g vlhkého gelu na dobu minimálně 3 hodin. Po úpravě jsou gely dvakrát promyty v heptanu pro odstranění jakéhokoli TMCS, který nereagoval.

V kroku odstranění rozpouštědla jsou granule umístěny do 150 °C peci přes noc.

Poté, co je chemické zpracování dokončeno, granule jsou mlety v kávovém mlýnu (Bunn, GL1). Obrázek 6 ukazuje typické rozložení velikostí částic po mletí.

Kompozice Q

Kompozice Q je připravena stejným způsobem jako výše

uvedená kompozice M.

Hustota pod tlakem 103 421 Pa a tepelné vodivosti každé kompozice O, P a Q, měřené způsobem popsáným výše, jsou následující a jsou také zaznamenány graficky na obrázku 12.

kom- po- zi- ce	modifi- kovaná CB-A, % hmot- nosti	hustota stěsnání, tlak 103 421 Pa (kg/m ³)	TC při 133,322 Pa (mW/m.K)	TC při 1333,22 Pa (mW/m.K)	TC při 13 332,2 Pa (mW/m.K)
O	0	116	7,59	8,43	9,61
P	10	128	5,42	6,06	7,14
Q	15	111	4,89	5,50	6,61

Tyto výsledky vysvětlují vliv druhu a přítomnosti zakalovacího činidla na TC. Kompozice P a Q, které zahrnují zakalovací činidla, mají nižší hodnoty TC než kompozice O, která nezahrnuje zakalovací činidlo. Kompozice Q, s větším množstvím zakalovacího činidla, má nižší TC než kompozice P.

Mělo by být jasné zřejmé, že formy podle předloženého vynálezu zde popsané jsou pouze vysvětlující a nejsou zamýšleny jako omezení rozsahu vynálezu.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Zrnitá kompozice, která při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku P v rozmezí 133,322 až 13 332,2 Pa, v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m^3 , a

tepelnou vodivost (TC, Thermal Conductivity) při 133,322 až 1333,322 Pa menší než nebo rovnou $0,260 \ln P + 4,53 \text{ mW/m.K}$ a TC při 1333,322 až 13 332,2 Pa menší než nebo rovnou $(0,824 \ln P + 0,47) \text{ mW/m.K}$.

2. Zrnitá kompozice podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice je gelová kompozice.

3. Kompozice podle nároku 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e gelová kompozice zahrnuje gelovou složku a zakalovací činidlo.

4. Kompozice podle nároku 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo zahrnuje saze, aktivní uhlí, grafit, složeniny zahrnující saze a oxid kovu nebo jejich směsi.

5. Kompozice podle nároku 4, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e gelová kompozice zahrnuje zakalovací činidla alespoň 3 % hmotnostní.

6. Kompozice podle nároku 4, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo jsou saze.

7. Kompozice podle nároku 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e hustota stěsnání je menší než nebo rovná 140 kg/m^3 .

8. Kompozice podle nároku 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e TC při 133,322 až 1333,322 Pa je menší než nebo rovná $(0,304 \ln P + 3,91) \text{ mW/m.K}$ a TC při 1333,322 až 13 332,2 Pa je menší než nebo rovná $(0,825 \ln P + 0,16) \text{ mW/m.K}$.

9. Kompozice podle nároku 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice má průměrnou velikost částic mezi 50 až 500 mikrony.

10. Kompozice podle nároku 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice má poréznost větší než nebo rovnou 0,90.

11. Zrnitá gelová kompozice zhrnující gelovou složku a zakalující činidlo, gelová kompozice mající při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20°C a tlaku P v rozmezí 133,322 až 13 332,2 Pa, v dusíku:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m^3 , a

TC při 133,322 až 1333,322 Pa menší než nebo rovnou $0,260 \ln P + 4,53 \text{ mW/m.K}$ a TC při 1333,322 až 13 332,2 Pa menší než nebo rovnou $(0,824 \ln P + 0,47) \text{ mW/m.K}$,

průměrnou velikost částic mezi 50 až 500 mikrony, a

poréznost větší než nebo rovnou 0,90.

12. Zrnitá gelová kompozice podle nároku 11, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo zahrnuje saze.

13. Zrnitá kompozice, která při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku 1333,22 Pa, v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m³, a

TC menší než nebo rovnou 6,4 mW/m.K.

14. Zrnitá kompozice podle nároku 13, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice je gelová kompozice.

15. Kompozice podle nároku 14, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e gelová kompozice zahrnuje gelovou složku a zakalovací činidlo.

16. Kompozice podle nároku 15, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo zahrnuje saze, aktivní uhlí, grafit, složeniny zahrnující saze a oxid kovu nebo jejich směsi.

17. Kompozice podle nároku 16, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e gelová kompozice zahrnuje zakalovacího činidla alespoň 3 % hmotnostní.

18. Kompozice podle nároku 16, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo jsou saze.

19. Kompozice podle nároku 14, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e hustota stěsnání je menší než nebo rovná

23.07.99

140 kg/m³.

20. Kompozice podle nároku 14, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e TC je menší než nebo rovná 6,1 mW/m.K

21. Kompozice podle nároku 14, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice má průměrnou velikost částic mezi 50 až 500 mikrony.

22. Kompozice podle nároku 14, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice má poréznost větší než nebo rovnou 0,90.

23. Zrnitá gelová kompozice zhrnující gelovou složku a zakalující činidlo, gelová kompozice mající při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku 1333,22 Pa, v dusíku:

hustotu stěsnání menší než nebo rovnou 160 kg/m³,

TC menší než nebo rovnou 6,4 mW/m.K,

průměrnou velikost částic mezi 50 až 500 mikrony, a

poréznost větší než nebo rovnou 0,90.

24. Zrnitá gelová kompozice podle nároku 23, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo zahrnuje saze.

25. Zrnitá kompozice, která při tlaku 103 421 Pa, teplotě 20 °C a tlaku 133,322 Pa, v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m³, a

TC menší než nebo rovnou 5,8 mW/m.K.

26. Zrnitá kompozice podle nároku 25, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice je gelová kompozice.

27. Kompozice podle nároku 26, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e gelová kompozice zahrnuje gelovou složku a zakalovací činidlo.

28. Kompozice podle nároku 27, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo zahrnuje saze, aktivní uhlí, grafit, složeniny zahrnující saze a oxid kovu nebo jejich směsi.

29. Kompozice podle nároku 28, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e gelová kompozice zahrnuje zakalovacího činidla více než nebo rovná 3 % hmotnostní.

30. Kompozice podle nároku 28, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo jsou saze.

31. Kompozice podle nároku 26, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e hustota stěsnání je menší než nebo rovná 140 kg/m^3 .

32. Kompozice podle nároku 26, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e TC je menší než nebo rovná 5,4 mW/m.K

33. Kompozice podle nároku 26, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice má průměrnou velikost částic mezi 50 až 500 mikrony.

34. Kompozice podle nároku 26, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice má poréznost větší než nebo rovnou 0,90.

35. Zrnitá gelová kompozice zhrnující gelovou složku a zakalující činidlo, gelová kompozice mající při tlaku 103 421 Pa, okolní teplotě, a tlaku 133,322 Pa, v dusíku:

hustotu stěsnání menší než nebo rovnou 160 kg/m^3 ,

TC menší než nebo rovnou $5,8 \text{ mW/m.K}$,

průměrnou velikost částic mezi 50 až 500 mikrony, a

poréznost větší než nebo rovnou 0,90.

36. Zrnitá gelová kompozice podle nároku 35, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo zahrnuje saze.

37. Zrnitá kompozice, která při tlaku 103 421 Pa, okolní teplotě, a tlaku 13 332,2 Pa, v dusíku má:

hustotu stěsnání menší nebo rovnou 160 kg/m^3 , a

TC menší než nebo rovnou 9 mW/m.K .

38. Zrnitá kompozice podle nároku 37, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice je gelová kompozice.

39. Kompozice podle nároku 38, v y z n a č u j í c í

s e t í m, ž e gelová kompozice zahrnuje gelovou složku a zakalovací činidlo.

40. Kompozice podle nároku 39, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo zahrnuje saze, aktivní uhlí, grafit, složeniny zahrnující saze a oxid kovu nebo jejich směsi.

41. Kompozice podle nároku 40, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e gelová kompozice zahrnuje zakalovacího činidla alespoň 3 % hmotnostní.

42. Kompozice podle nároku 40, v y z n a č u j í c í e t í m, ž e zakalovací činidlo jsou saze.

43. Kompozice podle nároku 38, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e hustota stěsnání je menší než nebo rovná 140 kg/m^3 .

44. Kompozice podle nároku 38, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e TC je menší než nebo rovná 8 mW/m.K .

45. Kompozice podle nároku 38, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice má průměrnou velikost částic mezi 50 až 500 mikrony.

46. Kompozice podle nároku 38, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice má poréznost větší než nebo rovnou 0,90.

47. Zrnitá gelová kompozice zhrnující gelovou složku a zakalující činidlo, gelová kompozice mající při tlaku $103\,421 \text{ Pa}$, okolní teplotě, a tlaku $13\,332,2 \text{ Pa}$, v dusíku:

hustotu stěsnání menší než nebo rovnou 160 kg/m^3 ,

TC menší než nebo rovnou 9 mW/m.K ,

průměrnou velikost částic mezi 50 až 500 mikrony, a

poréznost větší než nebo rovnou 0,90.

48. Zrnitá gelová kompozice podle nároku 47, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo zahrnuje saze.

49. Gelová kompozice vyrobená bez nadkritického sušení mající poréznost větší než nebo rovnou 0,95 a hustotu sloupce menší než nebo rovnou 100 kg/m^3 .

50. Gelová kompozice podle nároku 49, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e kompozice zahrnuje: gelovou složku a zakalovací činidlo.

51. Gelová kompozice podle nároku 50, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zakalovací činidlo jsou saze.

52. Izolační těleso zahrnující zrnitou kompozici podle nároku 1.

53. Izolační těleso podle nároku 52, v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zrnitá kompozice je gelová kompozice.

54. Izolační těleso zahrnující zrnitou kompozici podle

nároku 14.

55. Izolační těleso podle nároku 54,
v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zrnitá
kompozice je gelová kompozice.

56. Izolační těleso zahrnující zrnitou kompozici podle
nároku 25.

57. Izolační těleso podle nároku 56,
v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zrnitá
kompozice je gelová kompozice.

58. Izolační těleso zahrnující zrnitou kompozici podle
nároku 37.

59. Izolační těleso podle nároku 58,
v y z n a č u j í c í s e t í m, ž e zrnitá
kompozice je gelová kompozice.

60. Použití izolačního tělesa podle nároku 52 jako
tepelně izolačního prostředku v chladicím zařízení.

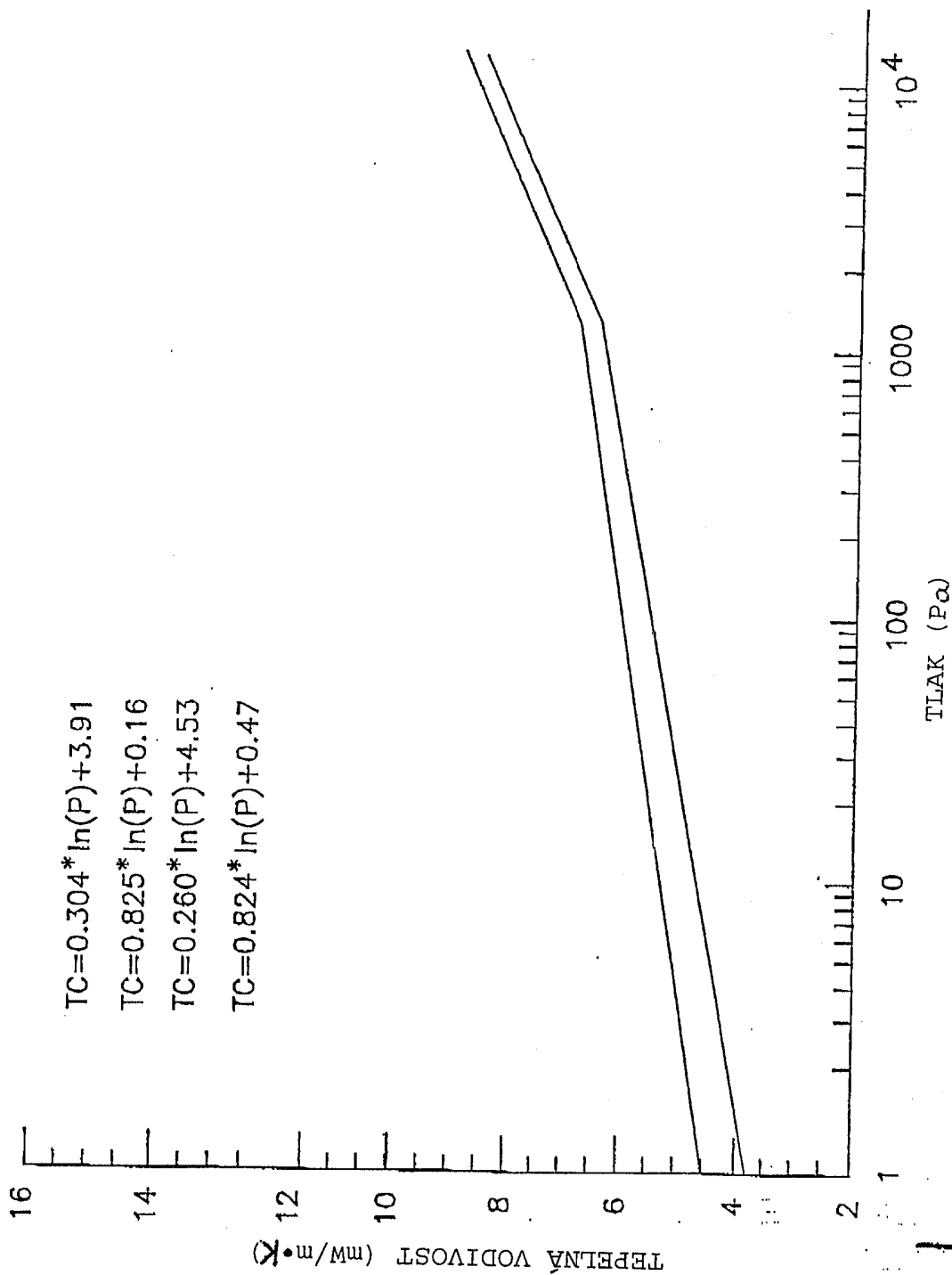


FIG. 1

23.07.99

PT/US97/16520

2 / 12

PV 1104-99

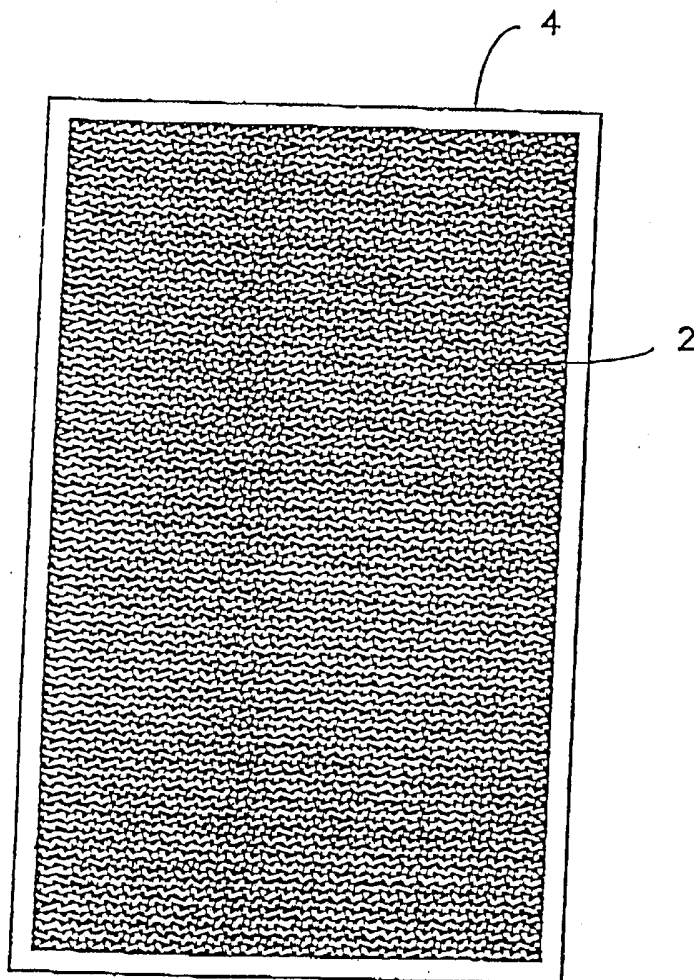


FIG. 2

23.07.99

PCT/US97/16520

3/12

PV 1104-99

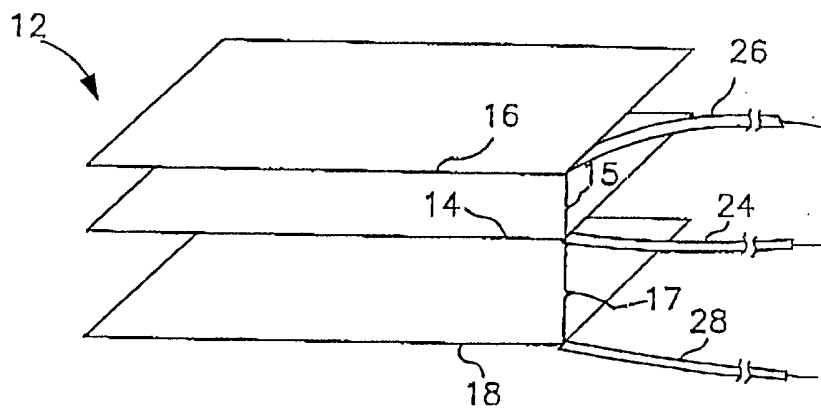
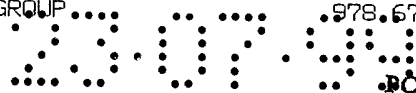


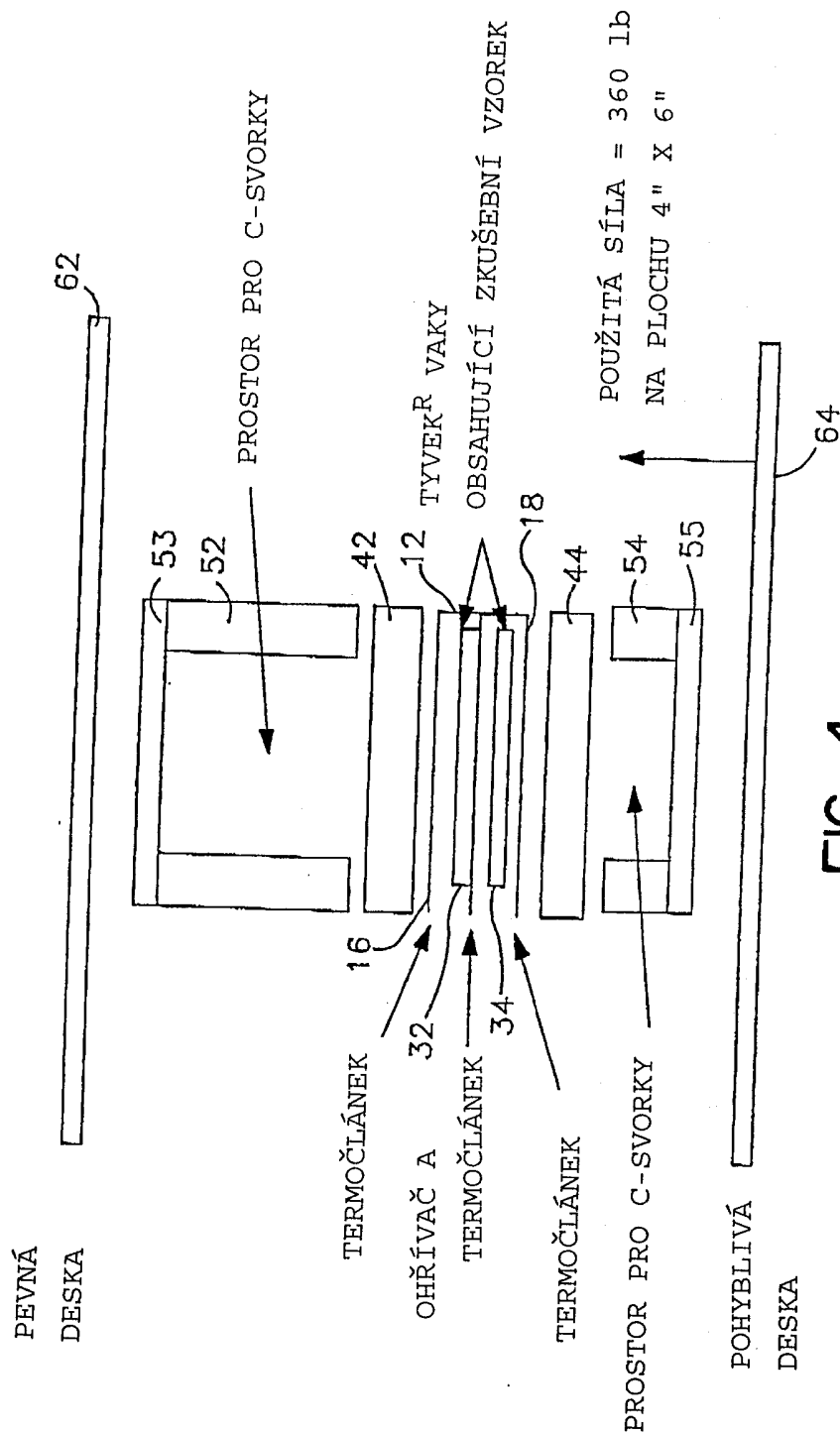
FIG. 3



PCT/US97/16520

4/12

PV 1104 - 99



5/12

PV 1104-99

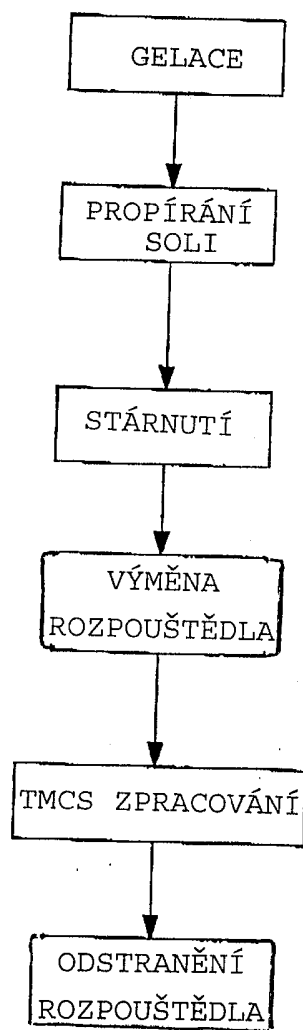


FIG. 5

2007-99

PCT/US97/16520

6/12

PV 1104-99

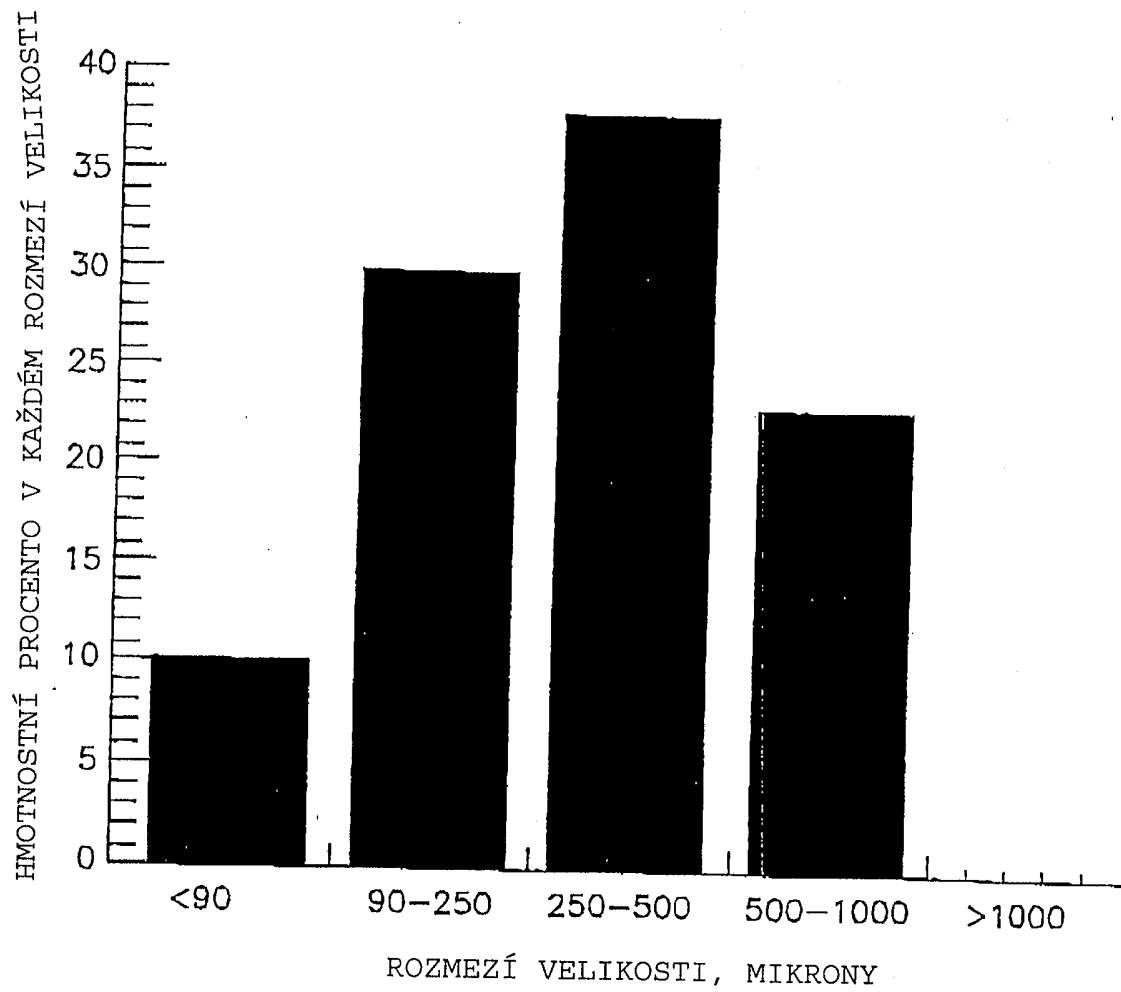


FIG. 6

23.07.99

PCT/US97/16520

7/12

PV 1104-99

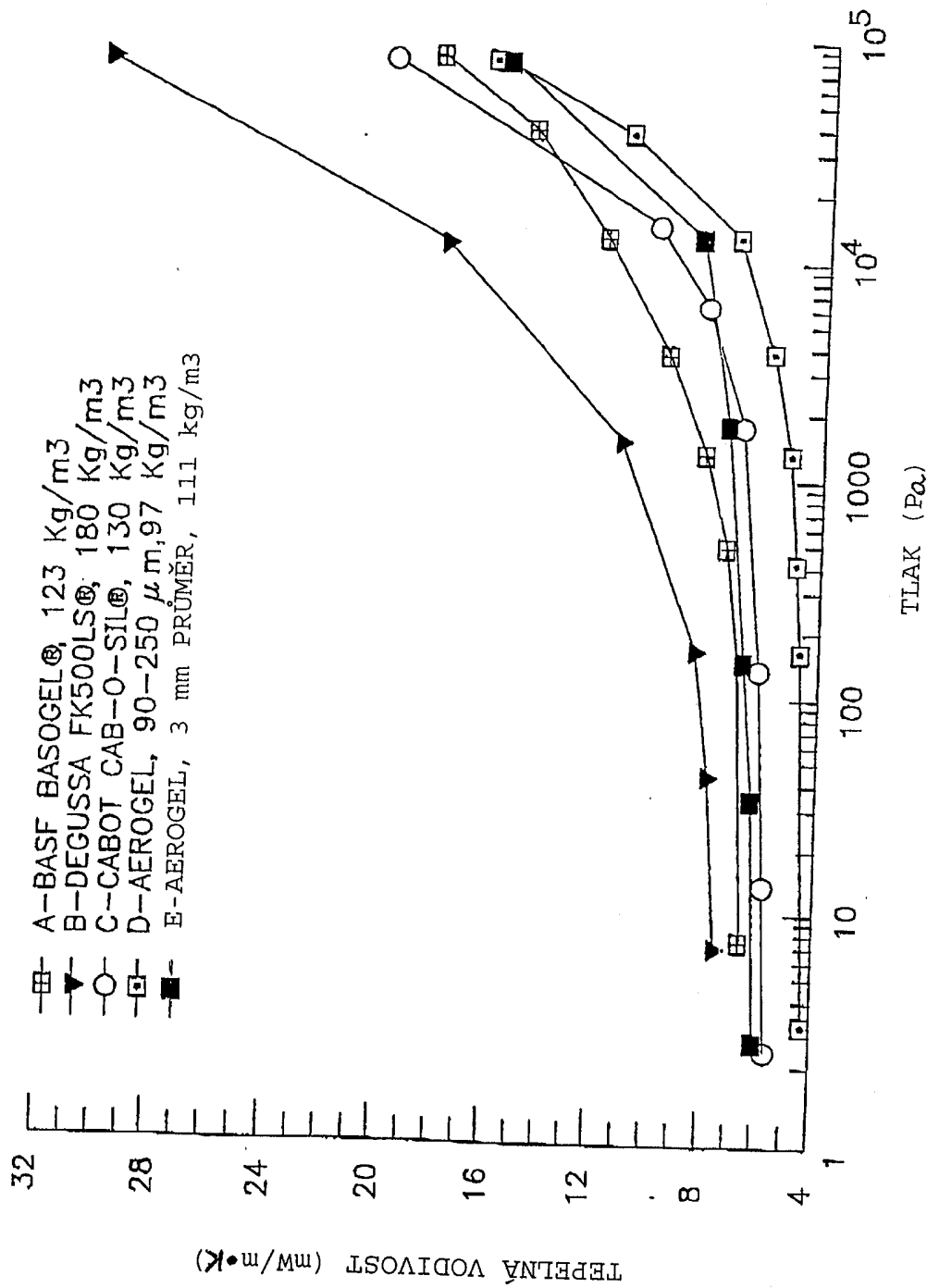


FIG. 7

WO 98/13135

23.07.99

PCT/US97/16520

8/12

PV 1104-99

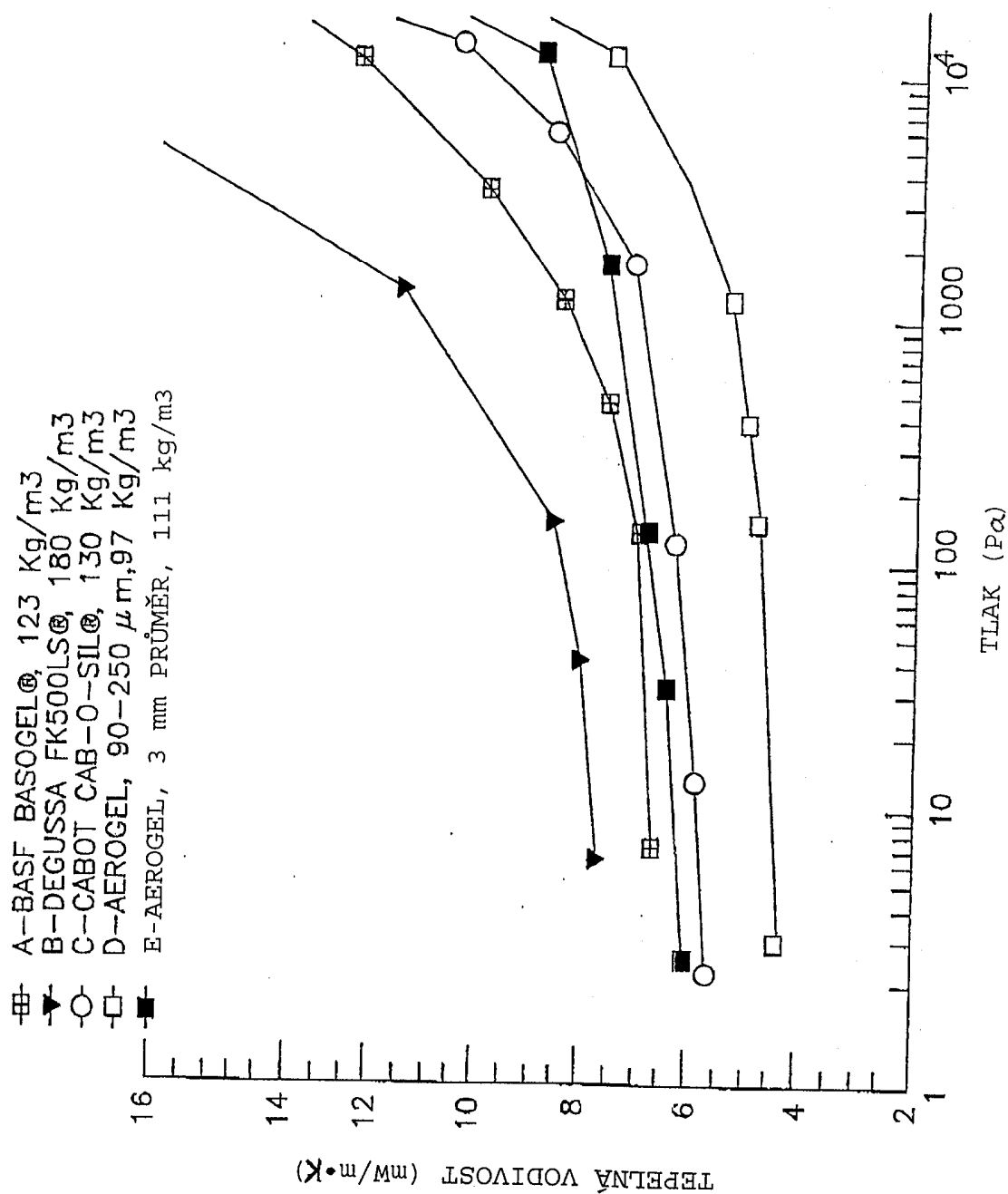


FIG. 8

2007-9

PCT/US97/16520

9/12

PV 1104-99

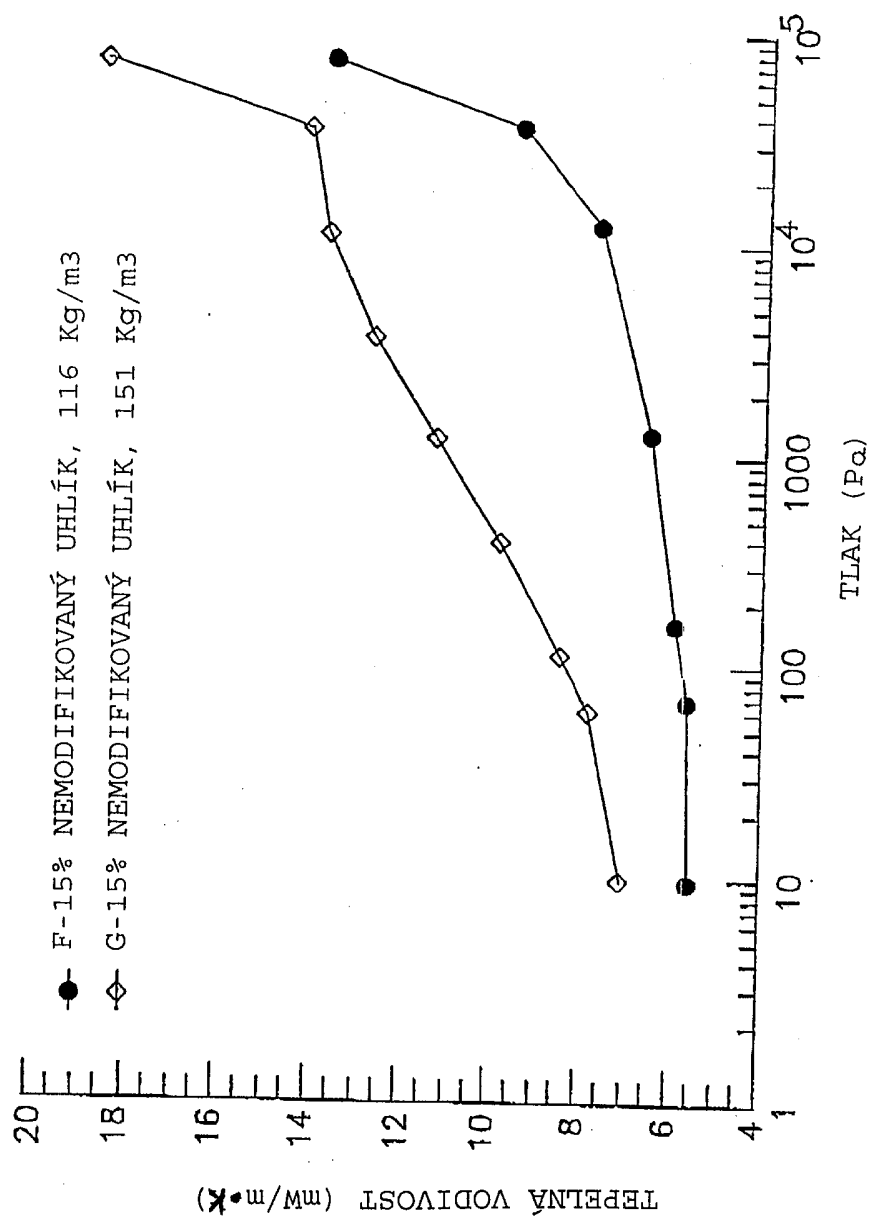


FIG. 9

23.07.99

PCT/US97/16520

10/12

PV 1104-99

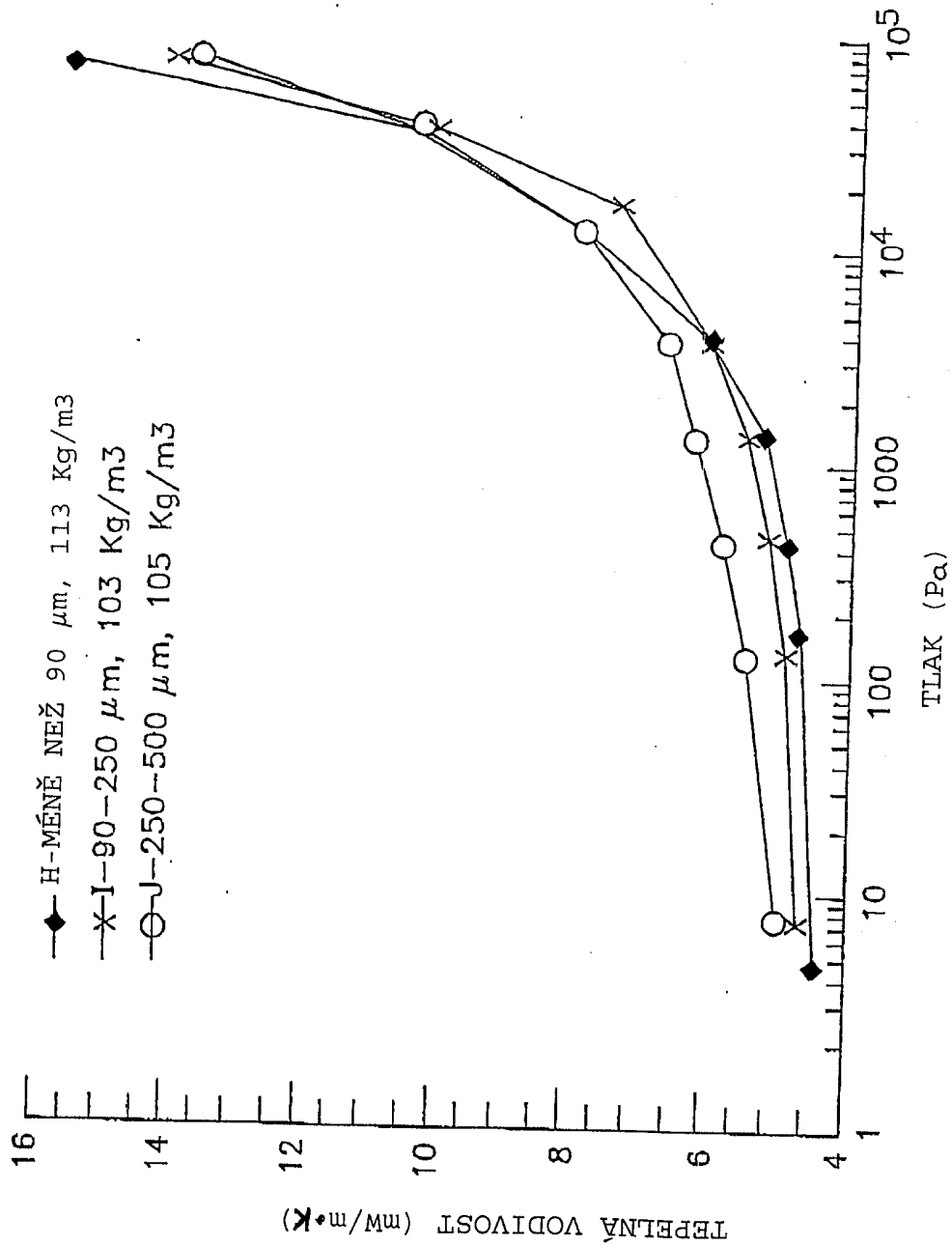


FIG. 10

23.07.99

PCT/US97/16520

11/12

PV 1104-99

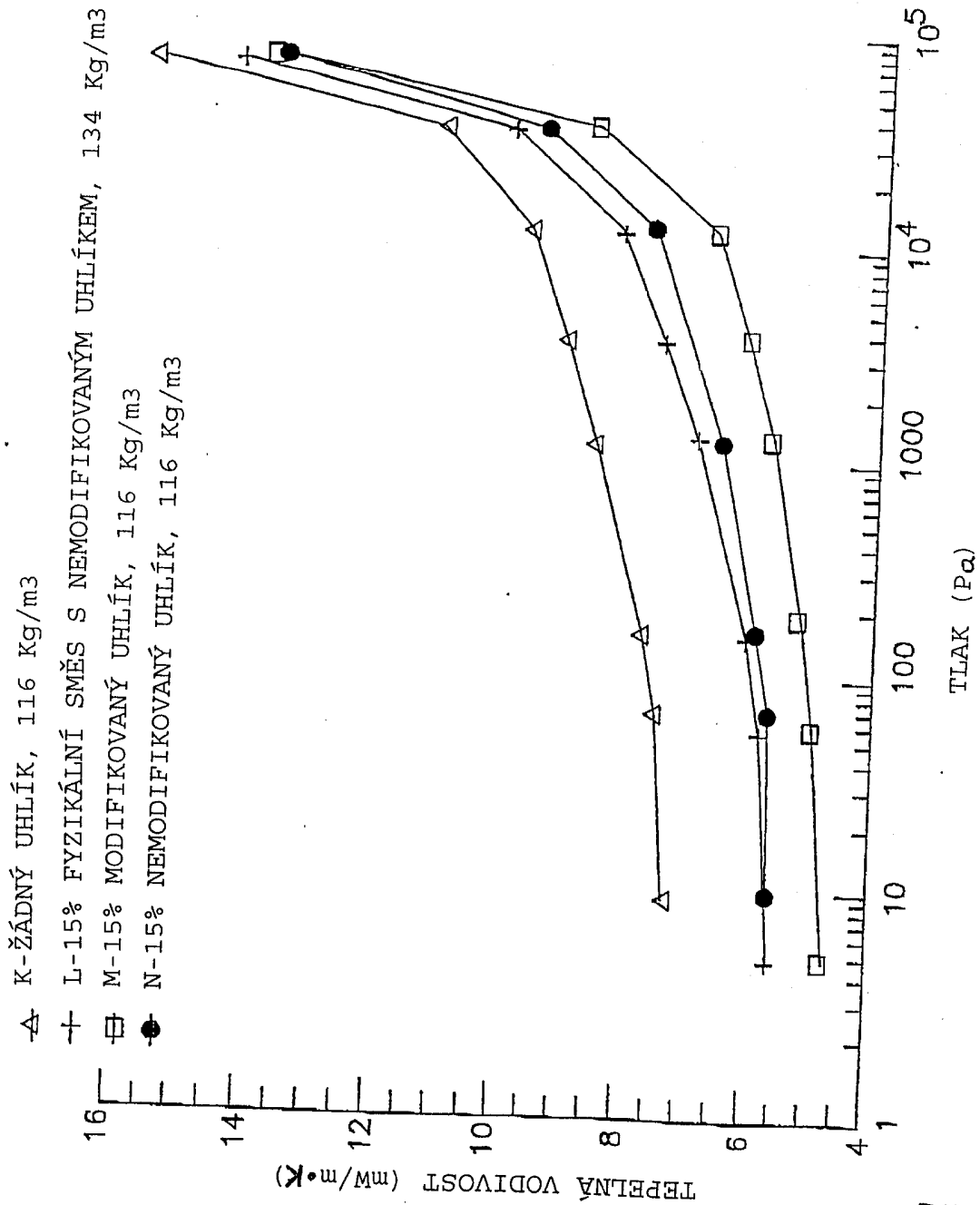


FIG. 11

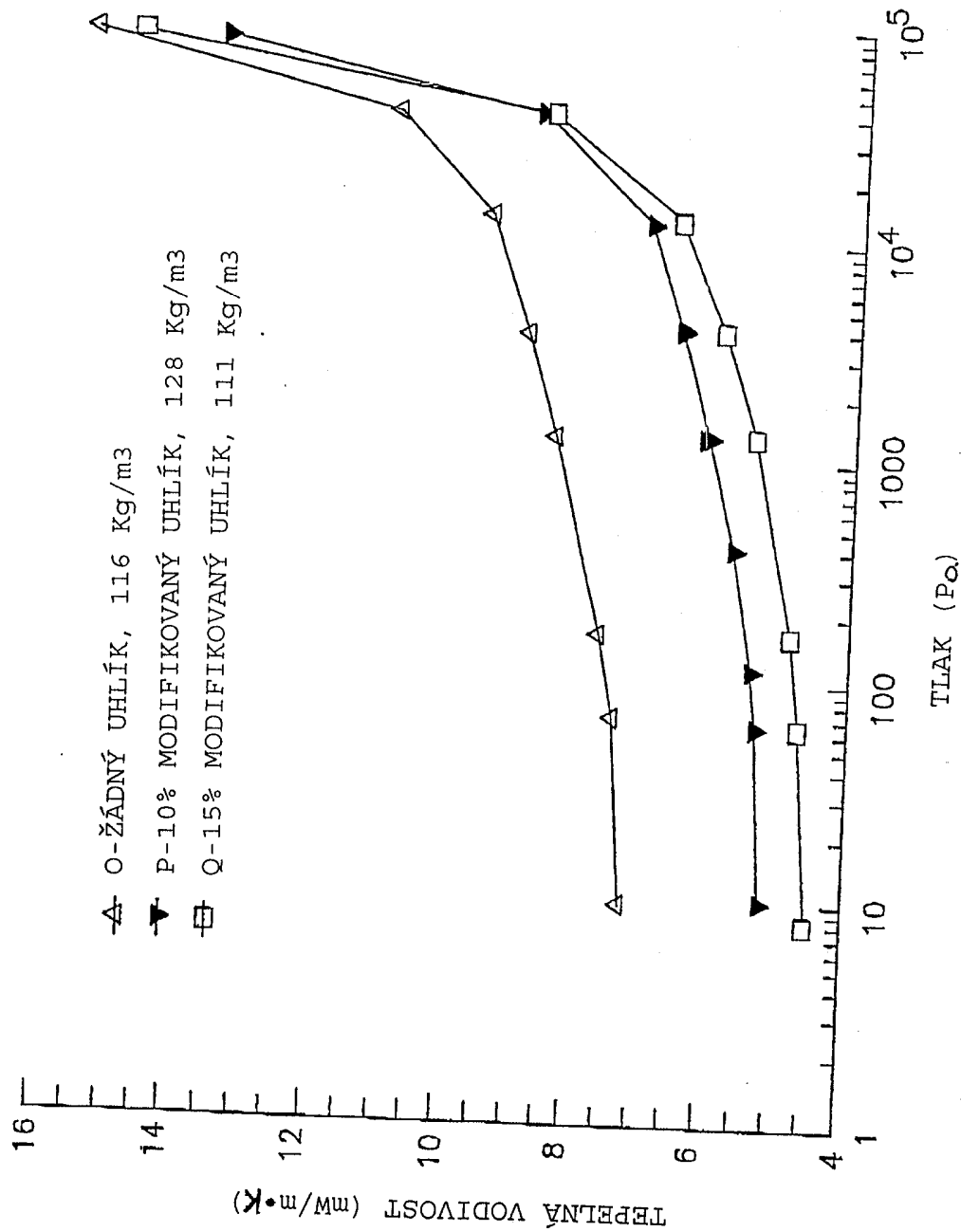


FIG. 12