



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 169 131** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) МПК⁷ **C 04 B 35/14, 14/06, 33/13**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 97110227/03, 22.11.1995
(24) Дата начала действия патента: 22.11.1995
(30) Приоритет: 23.11.1994 DE P 44 41 568.0
(43) Дата публикации заявки: 27.11.1999
(46) Дата публикации: 20.06.2001
(56) Ссылки: EP 0130629 A1, 09.01.1985. EP 0489319 A2, 10.06.1992. EP 0340707 A2, 08.11.1989. SU 854916 A, 15.08.1981. SU 885199 A, 30.11.1981. EP 0027633 A1, 29.04.1981. GB 655612 A, 13.09.1952.
(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу: 23.06.1997
(86) Заявка РСТ: EP 95/04600 (22.11.1995)
(87) Публикация РСТ: WO 96/15998 (30.05.1996)
(98) Адрес для переписки: 129010, Москва, ул. Большая Спасская 25, стр.3, ООО "Городисский и Партнеры", Томской Е.В.

(71) Заявитель:
КЭБОТ КОРПОРЕЙШН (DE)
(72) Изобретатель: Дирк ФРАНК (DE),
Андреас ЦИММЕРМАНН (DE), Хельмут Георг
ШТУЛЕР (DE)
(73) Патентообладатель:
КЭБОТ КОРПОРЕЙШН (DE)
(74) Патентный поверенный:
Томская Елена Владимировна

(54) **КОМБИНИРОВАННЫЙ МАТЕРИАЛ, СОДЕРЖАЩИЙ АЭРОГЕЛЬ, И СПОСОБ ЕГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ**

(57)
Изобретение относится к комбинированному материалу, содержащему 10-95 об. % частиц аэрогеля и слоистый силикат в качестве неорганического матричного материала, который может быть использован в качестве теплоизоляционного материала и/или в электронике. Способ изготовления материала включает смешивание 10-95 об.% частиц аэрогеля диаметром менее 0,5 мм, слоистый силикат, воду и при необходимости волокна,

связующие и/или вспомогательные средства в смесительном устройстве, формообразование, сушку, при необходимости чистовую обработку и термическую обработку при 250-1200°C. Изобретение позволяет получить материал на основе аэрогеля, имеющий низкую теплопроводность и высокую механическую прочность, с диэлектрической постоянной менее 3 и тем самым с низким коэффициентом диэлектрических потерь. 2 с. и 12 з.п. ф-лы.



RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 169 131** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **C 04 B 35/14, 14/06, 33/13**

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 97110227/03, 22.11.1995
(24) Effective date for property rights: 22.11.1995
(30) Priority: 23.11.1994 DE P 44 41 568.0
(43) Application published: 27.11.1999
(46) Date of publication: 20.06.2001
(85) Commencement of national phase: 23.06.1997
(86) PCT application:
EP 95/04600 (22.11.1995)
(87) PCT publication:
WO 96/15998 (30.05.1996)
(98) Mail address:
129010, Moskva, ul. Bol'shaja Spasskaja 25,
str.3, OOO "Gorodisskij i Partnery", Tomskoj E.V.

(71) Applicant:
KEhBOT KORPOREJShN (DE)
(72) Inventor: Dirk FRANK (DE),
Andreas TsIMMERMANN (DE), Khel'mut Georg
ShTULER (DE)
(73) Proprietor:
KEhBOT KORPOREJShN (DE)
(74) Representative:
Tomskaja Elena Vladimirovna

(54) **COMBINED AEROGEL-CONTAINING MATERIAL AND METHOD OF PREPARING THEREOF**

(57) Abstract:
FIELD: combined material and laminated
silicate as inorganic matrix material which
is heat-insulating material and/or in
electronics. SUBSTANCE: method comprises
mixing 10-95 vol % of aerogel particles with
diameter of less than 0.5 mm, laminated
silicate, water and optionally fibers,
binding or auxiliary agents in mixing
device, mold formation, drying and

optionally finishing and thermal treatment
at temperatures from 250 to 1200 C.
Invention makes it possible to prepare
aerogel-based material having low heat
conduction and high mechanical strength with
dielectric constant of less than 3 and low
coefficient of dielectric losses. EFFECT:
improved properties of the combined
material. 15 cl, 6 ex

Изобретение относится к комбинированному материалу, содержащему частицы аэрогеля и слоистый силикат в качестве неорганического матричного материала, а также к способу его изготовления.

Большинство непористых, неорганических твердых веществ имеют относительно высокую теплопроводность, так как тепло хорошо проводится твердыми веществами. Поэтому для достижения малых теплопроводностей часто применяют пористые материалы, например, на основе вермикулитов. Пористое тело содержит только твердый каркас, который может хорошо проводить тепло, в то время как через воздух в порах передается меньше тепла по сравнению с твердым телом.

Однако наличие пор в твердом веществе приводит, как правило, к ухудшению механической стабильности, так как напряжения могут передаваться только по твердому каркасу. Поэтому пористые, но механически еще стабильные материалы имеют относительно высокую теплопроводность.

Однако для ряда случаев применения было бы желательным иметь очень небольшую теплопроводность в соединении с хорошей механической прочностью, т.е. прочностью на сжатие и прочностью на изгиб. С одной стороны, фасонные тела должны подвергаться обработке, с другой стороны, они должны в зависимости от применения выдерживать нагрузки без поломки и без образования разрывов даже при повышенных температурах.

Аэрогели, в частности, аэрогели с пористостью более 60% и плотностью менее $0,6 \text{ г/см}^3$, имеют вследствие их очень низкой плотности, большой пористости и малого диаметра пор очень низкую термическую проводимость и поэтому применяются в качестве теплоизоляционных материалов, как описано, например, в EP-A- 0171722. Малые диаметры пор, меньше чем средняя длина свободного пробега молекул воздуха, имеют важное значение для низкой теплопроводности, так как они приводят к тому, что воздух в порах имеет более низкую теплопроводность, чем воздух в макропорах. Поэтому теплопроводность аэрогелей меньше, чем других материалов с аналогично большой пористостью, однако с большими диаметрами пор, как например пен или материалов на основе вермикулитов.

Однако высокая пористость приводит также к меньшей механической стабильности как геля, из которого высушивается аэрогель, так и самого высушенного аэрогеля.

На основе малой плотности аэрогели, в зависимости от плотности, имеют чрезвычайно малые диэлектрические постоянные с величиной от 1 до 2. Поэтому аэрогели также весьма пригодны для применения в электронике, например, для применения для высоких частот (S.C.W.Hrubesh et al., J.Mater. Res. Vol. 8, Nj. 7, 1736-1741).

Наряду с вышеуказанными механическими недостатками аэрогелей для применения в электронике большим недостатком является большой коэффициент диэлектрических потерь.

Аэрогели в широком смысле слова, т.е. в

смысле "гель с воздухом в качестве дисперсионного средства", изготавливаются посредством высушивания подходящего геля. Под понятие "аэрогель" подходят аэрогели в более узком понимании, ксерогели и криогели. При этом высушенный гель называется аэрогелем в более узком понимании, когда жидкость геля удаляется при температурах выше критической температуры и при давлении выше критического давления. Если же жидкость геля удаляется в докритических режимах, например, с образованием пограничной фазы жидкость-пар, то возникающий гель называют часто ксерогелем. Необходимо отметить, что гели согласно изобретению представляют собой гели с воздухом в качестве дисперсионного средства.

Для многих областей применения необходимо использовать аэрогели в фасонных телах с достаточной механической стабильностью.

В EP-A-0 340 707 раскрыто изолирующее вещество с плотностью $0,1-0,4 \text{ г/см}^3$, которое состоит из, по меньшей мере, 50 об.% частиц силика-аэрогеля с диаметром $0,5-5 \text{ мкм}$, которые соединены друг с другом с помощью, по меньшей мере, одного органического и/или неорганического связующего вещества. Относительно грубая зернистость приводит к тому, что изготовленные из изолирующего материала фасонные тела имеют неомогенное распределение аэрогелевого материала. Это в особенности относится к тем случаям, когда минимальные типичные размеры фасонных тел, например, для пленок и пластин, их толщина не намного больше типичного диаметра частиц аэрогеля. В этих случаях требуется применять, прежде всего в краевых областях, повышенную концентрацию связующего средства, которое тогда негативно сказывается на термической проводимости и на диэлектрических свойствах фасонного тела, в особенности, на его поверхности.

В частности, для применения в электронике необходимы особенно тонкие слои ($0,01-20 \text{ мм}$), которые не могут быть изготовлены с помощью вышеуказанных частиц аэрогеля.

Кроме того, в фасонных телах из такого изолирующего материала на поверхности возникали бы механически мало стабильные области из аэрогелевого материала с диаметром $0,5-5 \text{ мкм}$, которые при механических нагрузках вследствие разрушения аэрогеля на поверхности могли бы приводить к неровностям поверхности с диаметром или глубиной до 5 мм .

Кроме того, очень не просто изготавливать такие изолирующие вещества с небольшим количеством содержания жидкости, так как при указанном в EP-A-0 340 707 способе при смешивании частицы аэрогеля из-за их незначительной механической прочности могут быть легко разрушены срезными усилиями.

Изоляционный материал, в состав которого входит аэрогель, добавки и волокнистый материал, известен также из EP 0 130 629 Al (GRUNZWEIG -HARTMANN UND GLASFASER AG, C 04 B 41/61, опубл. 09.01.85). Согласно этой публикации, в качестве высокодисперсного изолирующего материала используют микропористый оксидаэрогель, полученный гидролизом в пламени.

Связующее вещество, в качестве которого могут использоваться алюмосиликаты, содержится в покровном слое. Недостатком изолирующего материала согласно ЕР 0 130 629 А1 является его недостаточная механическая прочность.

Поэтому возникает задача создать комбинированный материал на основе аэрогеля, имеющий низкую теплопроводность и высокую механическую прочность.

Другой задачей настоящего изобретения является создание комбинированного материала с диэлектрической постоянной менее 3 и тем самым с низким коэффициентом диэлектрических потерь.

Эти задачи решены с помощью комбинированного материала, содержащего 10-95 об.% аэрогельных частиц и, по меньшей мере, один неорганический матричный материал, отличающийся тем, что диаметр аэрогельных частиц составляет менее 0,5 мм, и что матричный материал является слоистым силикатом, при этом слоистый силикат может быть необожженным и/или обожженным.

Матричный материал или матричные материалы образуют матрицу, которая соединяет аэрогельные частицы и как непрерывная фаза проходит по всему комбинированному материалу.

В качестве слоистых силикатов могут применяться естественные слоистые силикаты, например, каолины, глины или бентониты, и синтетические слоистые силикаты, например, магадитт или кениаит, или их смеси.

Предпочтительно применять такие слоистые силикаты, которые содержат как можно меньше щелочей и одновременно имеют высокую пластичность. Особенно предпочтительным является применение соответствующих глин или синтетических, бесщелочных (без натрия) слоистых силикатов, как например, магадита.

В зависимости от области применения может быть предпочтительным, что комбинированный материал или содержащийся в нем слоистый силикат подвергают обжигу. Температуру обжига выбирают так, что удаляется кристаллическая вода ($T > 550^{\circ}\text{C}$).

При этом, например, двухслойный каолин преобразуется в метакаолин. При этом получают пористость, которая необходима при применении в качестве термического изолятора.

Кроме того, комбинированный материал может содержать еще неорганические связующие материалы, например, гипс, известняк и/или цемент, при этом содержание неорганического связующего вещества по отношению к количеству слоистого силиката составляет менее 50 вес. %.

Неорганические связующие материалы, например, цемент, известняк, гипс или подходящие смеси из них, образуют в комбинации со слоистым силикатом отличную основу для изготовления фасонных тел из аэрогеля. При гидравлическом соединении возникает очень тонкая структура, которая придает высокую прочность. Комбинация слоистого силиката, неорганического связующего вещества и аэрогеля придает фасонному телу свойства, которые желательны при применении, например, в строительстве.

При содержании частиц аэрогеля значительно менее 10 об.% от общего состава, положительные свойства состава вследствие низкого содержания частиц аэрогеля были бы в значительной мере потеряны. Такие составы не имели бы низкой плотности и теплопроводности. Диэлектрическая постоянная возросла бы до значений, при которых фасонные тела не были бы пригодны, например, для применения в технике высоких частот.

Содержание аэрогельных частиц значительно свыше 95 об.% привело бы к содержанию матричного материала менее 5 об.%. В этом случае его содержание было бы очень низким для обеспечения достаточного соединения частиц аэрогеля друг с другом и механической прочности на сжатие и изгиб.

Содержание частиц аэрогеля составляет, предпочтительно, 20-95 об. %.

Подходящими аэрогелями для комбинированного материала согласно изобретению являются аэрогели на основе окисей металлов, пригодных для золь-гельной технологии (C.J. Brinker, G.W. Scherer, Sol-Gel-Science, 1990, главы 2 и 3), например, соединения кремния или алюминия, или аэрогели на основе органических веществ, пригодные для золь-гельной технологии, например, меламино-формальдегидные конденсаты (US-A-5 086 085), или резорцино-формальдегидные конденсаты (US-A-4 873 218). Они могут основываться и на смеси указанных материалов. Предпочтительно применение аэрогелей, содержащих соединения кремния, в частности, SiO_2 -аэрогелей, и совсем предпочтительно SiO_2 -ксерогелей. Для сокращения доли излучения в теплопроводности аэрогели могут содержать инфракрасные глушители, например, сажу, окись титана, окиси железа или двуокись циркония, а также их смеси.

В предпочтительном варианте выполнения аэрогельные частицы имеют гидрофобные поверхностные группы. Подходящими группами для устойчивой гидрофобизации являются тризамещенные группы силила общей формулы $-\text{Si}(\text{R})_3$, предпочтительно, группы триалкила и/или триарилсилила, причем каждый R обозначает независимо друг от друга реактивный органический остаток, например, C_1 - C_{18} -алкил или C_6 - C_{14} -арил, предпочтительно, C_1 - C_6 -алкил или фенил, в частности, метил, этил, циклогексил или фенил, который может быть дополнительно замещен функциональными группами. Особенно преимущественным для устойчивой гидрофобизации аэрогеля является применение групп триметилсилила. Внесение этих групп может происходить, как описано в WO 94/25149, посредством реакции в газовой фазе между аэрогелем и, например, активированным дериватом триалкилсилана, например, хлортриалкилсиланом или гексаалкилдисилазаном (см. R. Iler, The Chemistry of Silica, Wiley & Sons, 1979). По сравнению с группами OH изготовленные таким способом гидрофобные поверхностные группы снижают далее коэффициент диэлектрических потерь и диэлектрическую постоянную. Аэрогельные частицы с гидрофильными поверхностными группами могут в зависимости от влажности воздуха адсорбировать воду, что приводит к тому, что диэлектрическая постоянная и коэффициент

диэлектрических потерь могут изменяться в зависимости от влажности воздуха. Это часто нежелательно для применения в области электроники. Применение аэрогельных частиц с гидрофобными поверхностными группами препятствует таким изменениям, так как вода не адсорбируется.

Выбор остатков зависит, кроме того, от типичных температур применения.

В соответствии с изобретением диаметр частиц аэрогеля составляет менее 0,5 мм, предпочтительно, менее 0,2 мм. Для применения в области электроники диаметр частиц может быть значительно меньше, однако, предпочтительно, более 1 мкм. Диаметр частиц означает средний диаметр отдельной частицы аэрогеля, так как частицы аэрогеля в зависимости от технологии изготовления, например, с помощью помола, не обязательно имеют сферическую форму.

Применение более мелких частиц аэрогеля при постоянном содержании аэрогеля приводит к улучшению механической стабильности в отношении образования разломов и разрывов, так как при нагрузке не могут возникать такие большие местные напряжения.

Малые аэрогельные частицы приводят далее к более гомогенному распределению в смеси, что обуславливает почти единые теплопроводность и диэлектрическую постоянную комбинированного материала во всех областях, в частности, на поверхности.

Аэрогели в зависимости от материала и типа поверхностных групп на поверхности пор могут быть гидрофильными и гидрофобными. При соприкосновении гидрофильных аэрогелей с полярными веществами, в частности, с водой в виде пара или жидкости может быть затронута структура пор в зависимости от продолжительности воздействия и агрегатного состояния вещества; в неблагоприятных случаях гидрофильный аэрогель может лишиться своих свойств. Это изменение структуры пор, в частности, ее коллапс, может при некоторых обстоятельствах приводить к резкому ухудшению тепловой изоляции. С учетом возможного присутствия влаги (за счет воды) в комбинированном материале, например, вследствие конденсации влаги при изменении температуры, а также в результате процесса изготовления, при котором обычно используется вода, предпочтительно применение гидрофобных аэрогелей. Особенно предпочтительными являются такие аэрогели, которые остаются гидрофобными в течение длительного времени даже в слабо кислой среде, для того чтобы гарантировать ухудшение изоляционной способности комбинированного материала под воздействием влаги и/или под воздействием окружающего воздуха в течение типично длительного ожидаемого срока службы фасонных деталей, изготовленных из комбинированного материала.

При применении аэрогельных частиц с гидрофобными поверхностными группами и очень малым диаметром частиц получают гидрофобную керамику, так как гидрофобный аэрогель присутствует в ней в гомогенной и очень тонкой дисперсии.

Особенно высокое содержание аэрогельных частиц в комбинированном материале возможно достичь с помощью

применения бимодального распределения величин зерна.

Кроме того установлено, что термическая проводимость аэрогелей уменьшается с увеличением пористости и уменьшением плотности. Предпочтительными поэтому являются аэрогели с пористостью свыше 60% и плотностью менее 0,6 г/см³. Особенно предпочтительны аэрогели с плотностью менее 0,4 г/см³.

Для сокращения доли переноса тепла излучением и теплопроводности комбинированного материала он может содержать инфракрасные глушители, например, окись титана, окиси железа или двуокись циркония, а также их смеси, что особенно предпочтительно при применении при высоких температурах.

В отношении сажеобразования и прочности на излом может приносить преимущества содержание в комбинированном материале волокон. В качестве волоконного материала могут применяться органические волокна, например, полипропиленовые, полиэфирные, нейлоновые или меламино-формальдегидные волокна и/или неорганические волокна, например, стекловолно, минеральные и кремнийуглеродные волокна и/или углеродные волокна. Если фасонное тело подвергают обжигу, то органические волокна применять нельзя.

Класс огнестойкости полученного после сушки комбинированного материала определяется классом огнестойкости аэрогеля и неорганического матричного материала, а также, при необходимости, волоконного материала. Для достижения возможно более высокого класса огнестойкости комбинированного материала (трудно воспламеняемый или негорючий) волокна должны состоять из негорючего материала, например, минерала, стекла или кремнийуглерода.

Для повышения теплопроводности за счет добавления волокон должны быть соблюдены следующие условия:

a) объемное содержание волокна должно составлять 0,1-30%, предпочтительно 1-10%, и

b) теплопроводность волоконного материала должна быть, предпочтительно, < 1 Вт/мК.

За счет правильного выбора диаметра волокна и/или материала волокна можно сократить долю переноса тепла излучением в теплопроводности и достичь более высокой механической прочности. Для этого диаметр волокон должен составлять, предпочтительно, 0,1-30 мкм.

Доля переноса тепла излучением в теплопроводности может быть особенно сокращена за счет применения углеродного волокна или углеродсодержащего волокна.

На механическую прочность можно далее оказать воздействие длиной и распределением волокон в комбинированном материале. Предпочтительно применение волокон, длина которых составляет 0,5-10 см. Для пластинчатых фасонных тел можно применять также полотно из волокон.

Кроме того, комбинированный материал может содержать другие вспомогательные вещества, например, тилозу, крахмал, поливиниловый спирт и/или восковую эмульсию. Эти вещества применяют при

изготовлении комбинированного материала в качестве вспомогательных экструзионных средств. В соответствии с уровнем техники они применяются при массовом изготовлении керамических масс.

Диэлектрическая постоянная комбинированного материала должна быть, в частности, для применения в электронике менее 3. В этом случае комбинированный материал пригоден для применения в диапазоне частот свыше 1 ГГц, так как емкость комбинированного материала остается пренебрежительно малой.

При применении материала в виде плоских образований, например, в виде плит, он может быть каширован, по меньшей мере, с одной стороны, по меньшей мере, одним слоем для улучшения поверхностных свойств, например, жесткости, использования его в качестве защиты от пара или для защиты от легких загрязнений. Слои покрытия могут улучшать также механическую стабильность фасонной детали из комбинированного материала. Если покрывные слои применяются на обеих поверхностях, то они могут быть одинаковыми или различными.

В качестве покрывных слоев могут использоваться все известные специалисту материалы. Они могут быть непористыми и таким образом служить защитой от пара, как например, искусственные пленки, металлическая фольга или металлизированные пластмассовые пленки, отражающие тепловое излучение. Однако могут применяться и пористые покрывные слои, которые делают возможным проникновение воздуха в материал и таким образом приводят к улучшению звукоизоляции, как например, пористые пленки, бумага, ткани и нетканые материалы. В качестве покрывного слоя может использоваться также матричный материал.

Покрывные слои сами могут состоять из нескольких слоев. Покрывные слои могут быть укреплены связующим средством, однако можно использовать и другие клеи.

Поверхность комбинированного материала может быть также закрыта или укреплена посредством проникновения, по меньшей мере, одного подходящего материала в поверхностный слой.

Другой задачей настоящего изобретения является создание способа для изготовления комбинированного материала согласно изобретению.

Эта задача решается с помощью способа, при котором

а) частицы аэрогеля, слоистый силикат, воду и при необходимости волокна, связующие и/или вспомогательные средства смешивают в смесительном устройстве,

б) полученную смесь подвергают формообразованию,

с) полученную форму сушат,

д) высушенную форму при необходимости подвергают чистовой обработке и

е) обработанную или высушенную форму подвергают термической обработке при 250-1200°C.

На стадии а) в смесительное устройство предпочтительно подают сперва твердые составные части и затем добавляют жидкие составные части.

Особенно предпочтительной является подача на сухую смесь твердых составляющих

частей восковой эмульсии с содержанием воды, примерно, 50%. Другая часть необходимой влаги может быть подана за счет добавки растворимого стекла. При необходимости в исходную смесь добавляют воду.

За счет содержания воды затворения могут быть изменены механические свойства исходной смеси. Характеристическое, реологическое поведение исходной смеси определяют также вид, количество и комбинация волокон, связующие и/или вспомогательные средства во взаимодействии со свойствами аэрогелевых частиц и слоистого силиката.

Эту исходную массу разминают предпочтительно в смесителе, оказывающем на исходную массу усилия среза. Усилия среза должны по возможности полностью разделить слоистые силикаты на отдельные пластинки.

При последующем формировании, которое осуществляют, предпочтительно, с помощью процесса экструзии, возможно отрегулировать пластинки слоистых силикатов посредством срезных усилий и действующих перпендикулярно к ним усилий формирования. Такая текстура повышает механическую прочность. Для применения в качестве теплоизоляционного материала она способствует снижению теплопроводности. Кроме того, необходимо применять относительно меньше слоистого силиката для достижения одинаковых физических свойств.

В некоторых случаях слишком сильное текстурирование нежелательно. За счет частичной или полной замены необожженных слоистых силикатов кальцинированными слоистыми силикатами можно противодействовать текстурированию.

Слоистые силикаты благодаря их пластическим свойствам могут быть так отрегулированы добавкой воды, что они становятся пригодными для экструзии. Содержание воды должно быть выбрано так, чтобы обеспечить хорошую формируемость исходной смеси. В зависимости от способности аэрогеля поглощать воду необходимо повышать содержание воды.

Придание формы можно производить другими, известными специалисту способами. Так например, исходная смесь, если она предпочтительно имеет вязкость в пределах 100-2000 мПа·с, можно отливать в форму.

Полученное после формирования тело сушат и при необходимости подвергают чистовой обработке, т.е. нарезке на желаемые размеры.

В зависимости от применения высушенное тело может быть подвергнуто термической обработке, т.е. обжигу или кальцинации. За счет обжига возможно удалить из материала вспомогательные средства для экструзии. Температура обжига составляет, предпочтительно, 500-1000°C.

Прочность после обжига, при котором температура, предпочтительно, не превышает 1000°C, чтобы не уничтожить структуру аэрогеля, несмотря на высокое содержание аэрогеля еще достаточно высока для выполнения последующих рабочих ходов или для применения.

Комбинированные материалы согласно изобретению пригодны для использования в виде фасонных тел для теплоизоляции на основе их низкой теплопроводности. Если

готовое фасонное тело не содержит органических составляющих, то его можно применять для теплоизоляции также при температурах свыше, примерно, 500°C. Тело можно применять в виде плит, планок или тел произвольной формы.

Комбинированные материалы согласно изобретению пригодны также для применения в виде фасонных тел или покрытий в области электроники, предпочтительно, на частотах свыше 1 МГц. С возрастанием содержания аэрогеля фасонное тело имеет меньшую диэлектрическую постоянную и может применяться в качестве субстрата для схем в гигагерцном диапазоне. Они позволяют достигать высокой плотности интеграции, так как диэлектрическая постоянная мала. В области электроники применяются, предпочтительно, такие комбинированные материалы, которые содержат только слоистые силикаты и максимально лишь небольшую часть связующего средства, так как связующие средства на основе цемента, извести и/или гипса повышают диэлектрическую постоянную намного сильнее, чем слоистые силикаты. Особенно предпочтительно применение синтетических слоистых силикатов, как например, магадита или кениаита, так как они могут быть изготовлены так, что они не содержат щелочей.

Изобретение поясняется ниже подробно на примерах выполнения, причем во всех опытах применяется гидрофобный аэрогель на основе тетраэтилортосиликата (ТЭОС) с плотностью 0,17 г/см³ и теплопроводностью 30 мВт/мК, который аналогично раскрытому в WO 94/25149 способу изготовлен с применением триметилхлорсилана.

Пример. В смесителе смешивают в сухом виде следующие компоненты:

500 мл аэрогеля с размером зерна < 0,1 мм
450 г глины SAVC (R3 минералов AGS)
50 г бентонита G 100
20 г тилозы FL 6000 x

Перемешивание производят пока смесь не выглядит гомогенной, т.е. когда невооруженным глазом нельзя заметить различия отдельных составных частей. Затем смесь смачивают следующими жидкостями:

1225 мл воды
25 мл MobilcerX
25 мл Baykiesol

Из готовой смеси сперва удаляют воздух и затем ее экструдировать в фасонные заготовки. Фасонные заготовки высушивают и подвергают затем термообработке при 500°C для удаления органических составляющих.

Полученные фасонные заготовки, образующие комбинированный материал, имеют плотность 0,8 г/см³ и диэлектрическую постоянную 2,7.

Пример 2. В смесителе смешивают в сухом виде следующие компоненты:

1000 мл аэрогеля
250 г бентонита G 100
40 г тилозы FL 6000 x

Перемешивание производят пока смесь не выглядит гомогенной, т.е. когда невооруженным глазом нельзя заметить различия отдельных составных частей. Затем смесь смачивают следующими жидкостями:

200 мл воды
50 мл MobilcerX
50 мл Baykiesol

Из готовой смеси сперва удаляют воздух и затем ее экструдировать в фасонные заготовки. Фасонные заготовки высушивают и подвергают затем термообработке при 600°C для удаления органических составляющих.

Полученные фасонные заготовки имеют плотность 0,55 г/см³.

Пример 3. В смесителе смешивают в сухом виде следующие компоненты:

500 мл аэрогеля
450 г глины MF 35
50 г бентонита G 100
20 г тилозы FL 6000 x

Перемешивание производят пока смесь не выглядит гомогенной, т.е. когда невооруженным глазом нельзя заметить различия отдельных составных частей. Затем смесь смачивают следующими жидкостями:

225 мл воды
25 мл MobilcerX
25 мл Baykiesol

Из готовой смеси сперва удаляют воздух и затем ее экструдировать в фасонные заготовки. Фасонные заготовки высушивают и подвергают затем термообработке при 500°C для удаления органических составляющих.

Полученные фасонные заготовки имеют плотность 0,8 г/см³.

Пример 4. В смесителе смешивают в сухом виде следующие компоненты:

1000 мл аэрогеля
250 г бентонита G 100
40 г тилозы FL 6000 x

Перемешивание производят пока смесь не выглядит гомогенной, т.е. когда невооруженным глазом нельзя заметить различия отдельных составных частей. Затем смесь смачивают следующими жидкостями:

200 мл воды
50 мл MobilcerX
50 мл Baykiesol

Из готовой смеси сперва удаляют воздух и затем ее экструдировать в фасонные заготовки. Фасонные заготовки высушивают и подвергают затем термообработке при 630°C для удаления органических составляющих.

Полученные фасонные заготовки имеют плотность 0,55 г/см³.

Пример 5. 1000 мл аэрогеля
200 г силиката кальция (портландит)
20 г гипса α - полугидрата
50 г глины SAVC
40 г тилозы FL 6000 x
275 мл воды

перемешивают в сосуде мешалкой пока смесь не выглядит гомогенной, т.е. когда невооруженным глазом нельзя заметить различия отдельных составных частей.

Исходную смесь отливают в форму и после выдержки в течение 48 часов извлекают из формы. Фасонную заготовку высушивают при температуре 50°C для удаления излишней влаги. Высушенная фасонная заготовка имеет плотность 0,65 г/см³, теплопроводность 0,25 мВт/мК (определенная методом лазерной вспышки прибором фирмы Netzsch), а также прочность на изгиб 35 Н/мм² (согласно DIN 40685 или IEC 672; часть 2).

Пример 6. В смесителе смешивают в сухом виде следующие компоненты:

500 мл аэрогеля
450 г глины SAVC
50 г бентонита G 100
50 г тилозы FL 6000 x

Перемешивание производят пока смесь не выглядит гомогенной, т.е. когда невооруженным глазом нельзя заметить различия отдельных составных частей. Затем смесь смачивают следующими жидкостями:

- 225 мл воды
- 25 мл MobilcerX
- 25 мл Baykiesol

Готовую смесь сушат и затем размельчают в щековой дробилке до размера < 1 мм. Полученный порошок в два захода размалывают в четырехлопастной крестовой мельнице фирмы Альпина. Порошок имеет средний размер зерна $< 0,1$ мм.

Этот порошок гранулируют в тарельчатом грануляторе марки Айрих под углом 40° при скорости вращения 20 об/мин. Для грануляции используют 0,2%-ный раствор телозы С600. Гранулят просеивают на величину зерна $> 0,1$ мм и $< 0,8$ мм и при влажности 2,5% прессуют в стержни размером $4,5 \times 4,5 \times 50$ мм и в диски с диаметром 50×7 мм на установке DORST TPA-6.

Полученные фасонные заготовки имеют удельный вес $1,0 \text{ г/см}^3$ и теплопроводность 400 мВт/мК и усталостную прочность при изгибе $> 35 \text{ Н/мм}^2$.

Формула изобретения:

1. Комбинированный материал, содержащий частицы аэрогеля и по меньшей мере один неорганический матричный материал, отличающийся тем, что комбинированный материал содержит 10-95 об.% частиц аэрогеля диаметром менее 0,5 мм и матричный материал является слоистым силикатом.

2. Комбинированный материал по п.1, отличающийся тем, что слоистый силикат является естественным слоистым силикатом.

3. Комбинированный материал по п.1 или 2, отличающийся тем, что комбинированный материал содержит цемент, известняк и/или гипс.

4. Комбинированный материал по меньшей мере по одному из пп.1 - 3, отличающийся тем, что аэрогелем является аэрогель SiO_2 .

5. Комбинированный материал по меньшей мере по одному из пп.1 - 4, отличающийся тем, что аэрогелевые частицы содержат

гидрофобные поверхностные группы.

6. Комбинированный материал по меньшей мере по одному из пп.1 - 5, отличающийся тем, что диаметр частиц аэрогеля составляет менее 0,2 мм.

7. Комбинированный материал по меньшей мере по одному из пп.1 - 6, отличающийся тем, что пористость частиц аэрогеля составляет свыше 60% и плотность менее $0,6 \text{ г/см}^3$.

8. Комбинированный материал по меньшей мере по одному из пп.1 - 7, отличающийся тем, что комбинированный материал содержит 0,1 - 30,0 об.% волокна.

9. Комбинированный материал по меньшей мере по одному из пп.1 - 8, отличающийся тем, что комбинированный материал дополнительно содержит вспомогательные средства.

10. Комбинированный материал по меньшей мере по одному из пп.1 - 9, отличающийся тем, что он имеет плоскую форму и по меньшей мере с одной стороны каширован по меньшей мере одним покрывным слоем.

11. Комбинированный материал по по меньшей мере по одному из пп.1 - 10, отличающийся тем, что он выполнен с возможностью использования для теплоизоляции и/или в электронике.

12. Способ для изготовления комбинированного материала по п.1, характеризующийся тем, что 10 - 95 об.% частиц аэрогеля диаметром менее 0,5 мм, слоистый силикат, воду и при необходимости волокна, связующие и/или вспомогательные средства смешивают в смесительном устройстве, полученную смесь подвергают формообразованию, полученную форму сушат, высушенную форму при необходимости подвергают чистовой обработке и обработанную или высушенную форму подвергают термической обработке при $250 - 1200^\circ\text{C}$.

13. Способ по п.12, отличающийся тем, что формообразование проводят с помощью процесса экструзии.

14. Способ по п.12 или 13, отличающийся тем, что термообработку проводят при $500 - 1000^\circ\text{C}$.