

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 372 330**

51 Int. Cl.:  
**C04B 20/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08759930 .4**  
96 Fecha de presentación: **22.05.2008**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2150506**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.02.2010**

54 Título: **PROCESO DE FABRICACIÓN DE UNA VERMICULITA FUERTEMENTE EXFOLIADA QUE, PARA FORMARSE, NO REQUIERE LA UTILIZACIÓN DE AGLUTINANTE ORGÁNICO NI DE ADITIVO ORGÁNICO.**

30 Prioridad:  
**23.05.2007 FR 0755220**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**18.01.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**18.01.2012**

73 Titular/es:  
**COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE ET  
AUX ÉNERGIES ALTERNATIVES  
BÂTIMENT D "LE PONANT" 25, RUE LEBLANC  
75015 PARIS, FR y  
GARLOCK FRANCE SAS**

72 Inventor/es:  
**CAPLAIN, Philippe;  
FUZELLIER, Hervé;  
HUDRY, Damien;  
REINERT, Laurence;  
JULIAA, Jean-François y  
LEFRANCOIS, Michel**

74 Agente: **Pérez Barquín, Eliana**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 372 330 T3

## DESCRIPCIÓN

Proceso de fabricación de una vermiculita fuertemente exfoliada que, para formarse, no requiere la utilización de aglutinante orgánico ni de aditivo orgánico.

5

### Ámbito técnico

La presente invención se refiere a un proceso de fabricación de una vermiculita fuertemente exfoliada que, para formarse, no requiere la utilización de aglutinante orgánico ni de aditivo orgánico, presentando dichas vermiculitas al final de este proceso prestaciones mecánicas y químicas no degradadas hasta los 1000 °C.

10

Las vermiculitas son arcillas que pertenecen a la familia de los filosilicatos, es decir, silicatos que se organizan en forma de láminas. La organización de las láminas en el caso de las vermiculitas es tal que las láminas presentan una estructura en forma de acordeón.

15

Debido a esta estructura, las vermiculitas pueden atrapar una gran cantidad de aire y encuentran, de manera natural, su aplicación en el campo del aislamiento térmico. De este modo, pueden utilizarse como aislantes a granel, particularmente en techos, o incluso incorporarse en materiales de construcción, tales como cemento o colas, para garantizar esta función aislante.

20

Por lo tanto, uno de los campos generales de la invención es el del aislamiento térmico.

### Estado de la técnica anterior

Durante muchos años, uno de los materiales clave en el campo del aislamiento térmico ha sido el amianto, que además se caracteriza por un grado de inflamabilidad muy elevado.

25

El amianto es un silicato de calcio y de magnesio de naturaleza fibrosa que tiene la capacidad de disgregarse en partículas microscópicas que pueden inhalarse y alcanzar los alvéolos pulmonares, incluso la pleura, lo que hace que esta inhalación sea especialmente patógena. Por este motivo, desde 1997, está prohibida la fabricación y comercialización del amianto en Francia.

30

Por esta razón, los industriales han pensado sustituir el amianto por otros silicatos que no puedan disgregarse en partículas microscópicas. Este es el caso, en particular, de la mayoría de los filosilicatos, que además no presentan una estructura fibrosa como el amianto, sino una estructura en láminas.

35

Más concretamente, los filosilicatos representan una gran familia de silicatos, en la que los tetraedros de SiO<sub>4</sub> se unen entre sí y forman láminas infinitas bidimensionales y se condensan con octaedros de MgO o de AlO en una proporción 2:1 ó 1:1, pudiendo algunos elementos ser objeto de una sustitución isomorfa (pudiendo sustituirse el Si, en parte, por Al en los tetraedros; pudiendo el Al, Fe y/o Mg ocupar los mismos sitios de los octaedros). Los centros de los tetraedros y de los octaedros están ocupados por cationes de grado de oxidación +4 o inferior (Si<sup>+4</sup>, Al<sup>+3</sup>, Mg<sup>+2</sup>), de tal manera que la carga de la lámina sea negativa.

40

Cuando los tetraedros y los octaedros se condensan según una proporción 2:1, esto significa, en otros términos, que, en una lámina, una capa octaédrica se intercala entre dos capas tetraédricas (denominándose también esta organización "apilamiento de tipo TOT"). Algunos de estos filosilicatos 2:1, en los que la carga de las láminas, calculada sobre una semi-malla, está comprendida entre 0,6 y 0,9, se denominan vermiculitas. Un espacio interfoliar, ocupado por cationes hidratados (cationes alcalinos, alcalinotérreos, cationes férricos/ferrosos...), separa una lámina de otra lámina idéntica, en el que las cargas positivas compensan las cargas negativas presentes en la superficie de las láminas. Estos cationes se unen a las láminas mediante enlaces débiles de tipo Van der Waals.

50

Las vermiculitas, debido a sus estructuras en láminas y en acordeones (si están exfoliadas), son particularmente atractivas en términos de aislamiento térmico, ya que esta estructura compone un número considerable de células que pueden atrapar aire. Por otra parte, aplicando los tratamientos apropiados, es posible proceder a una exfoliación de las láminas, es decir, aumentar significativamente la distancia interfoliar, lo que permite aumentar la capacidad de recibir aire en este tipo de estructura.

55

Estos últimos años se han aplicado distintos tipos de procesos de fabricación de vermiculita exfoliada.

De esta manera, puede obtenerse una vermiculita exfoliada por calentamiento rápido entre 800 y 1100 °C, tal y como expone Meisinger en «Mineral Facts and Problems», Vol.675, 1985, ed. US department of the Interior Bureau of Mines Washington, páginas 917-922. El mecanismo es de origen mecánico. El aumento brutal provoca una evaporación del agua interfoliar lo que conduce a una separación de las láminas. Este tipo de proceso se conoce con el nombre de exfoliación mecánica. Permite un aumento de volumen de un factor 12 a un factor 18.

60

Otros autores han puesto en práctica una exfoliación de las vermiculitas poniéndolas en contacto con una solución

65

acuosa de peróxido de hidrógeno. El mecanismo se basa en sustituir las moléculas de agua por moléculas de peróxido de hidrógeno (reacción de intercalación). Estas últimas, al descomponerse en el espacio interfoliar, en forma de oxígeno y agua, provocan la separación de las láminas. Este tipo de proceso se conoce con el nombre de exfoliación química. Se observa un aumento de volumen de las partículas con factores de expansión de 150 a 200.

5

El documento WO 03004578 describe una vermiculita exfoliada por vía química preparada de la siguiente manera:

- en primer lugar, se trata una vermiculita en bruto, no exfoliada, poniéndola en contacto con una solución acuosa saturada de cloruro de sodio, con objeto de sustituir los iones magnesio y crear una vermiculita homioiónica;
- la vermiculita homioiónica obtenida de esta manera, se pone en contacto con una solución que comprende iones  $n\text{-C}_4\text{-H}_3\text{NH}_3$  para sustituir los iones sodio por iones  $n\text{-C}_4\text{-H}_3\text{NH}_3$ ;
- por último, la vermiculita se somete a un lavado sencillo con agua para rematar la exfoliación.

10

- 15 Sin embargo, la formación de estas vermiculitas solo es posible utilizando un aglutinante orgánico de tipo polimérico, que garantice la aglomeración de las partículas de vermiculita.

Debido a la presencia de este aglutinante polimérico, las vermiculitas descritas anteriormente, que experimentan una modificación estructural importante a partir de los 300 °C y que, de esta manera, pierden sus características mecánicas, no pueden utilizarse en aplicaciones que vayan a someterse a temperaturas superiores a 450 °C.

20

Existe, por lo tanto, una necesidad real de un proceso de fácil aplicación que permita obtener una vermiculita fuertemente exfoliada que pueda formarse sin necesidad de recurrir a un aglutinante orgánico y que pueda utilizarse en aplicaciones que puedan someterse a temperaturas que podrían alcanzar hasta los 1000 °C.

25

### Exposición de la Invención

Por lo tanto, la invención se refiere, de acuerdo con un primer objeto, a un proceso de preparación de una vermiculita exfoliada que comprende sucesivamente las siguientes etapas:

30

- una etapa de calentamiento de una vermiculita hidratada no exfoliada, a una temperatura que varía de 400 a 600 °C, durante un periodo de tiempo que varía de 3 a 7 horas, generando de esta manera una vermiculita deshidratada;
- una etapa de puesta en contacto de la vermiculita deshidratada con una solución que comprenda un agente de intercalación adecuado para degradarse generando al menos un gas.

35

Esta etapa de calentamiento, en el intervalo de temperatura y tiempo anteriormente mencionados, es particularmente importante, ya que permite obtener una deshidratación óptima que viene acompañada de una separación de las láminas, liberando de esta manera, el espacio interfoliar. El espacio interfoliar desocupado de esta manera, puede recibir al agente de intercalación de forma acelerada y óptima. El agente de intercalación que se degrada en forma de gas, va a permitir, gracias a la liberación de estos gases, una separación aún más considerable de las láminas.

40

Por otra parte, debido a la eliminación óptima de las moléculas de agua del espacio interfoliar, el agente de intercalación se pone en contacto con las láminas sin experimentar por ello ninguna disolución con el agua interfoliar, lo que aumenta considerablemente la eficacia de este agente de intercalación.

45

La vermiculita hidratada no exfoliada, que puede utilizarse como vermiculita de partida, puede ser una vermiculita que se presente en forma de escamas de longitud y anchura medias del orden de un centímetro, de grosor generalmente inferior a un milímetro y que presente una distancia interplanar, medida por difracción de rayos X, del orden de 12,1 Å. Una de las vermiculitas que responde a estos criterios es una vermiculita procedente de la mina de Palabora en África del Sur.

50

Como se ha mencionado anteriormente, el agente de intercalación, de acuerdo con la invención, es un agente que puede descomponerse al menos en forma de un gas. Un agente de intercalación extremadamente eficaz, de acuerdo con la invención, es el agua oxigenada  $\text{H}_2\text{O}_2$ , que se descompone en  $\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{O}_2$ , contribuyendo la liberación de oxígeno a un alejamiento de las láminas y por tanto a una exfoliación.

55

Desde un punto de vista práctico, la puesta en contacto con una solución que comprende un agente de intercalación, consiste generalmente en sumergir las vermiculitas previamente deshidratadas de 400 °C a 600 °C, durante un tiempo de 3 a 7 horas en dicha solución. Las vermiculitas deshidratadas presentan una disminución de su distancia interplanar que tiende al valor de 10 Å alcanzado por un tratamiento térmico a 800°C.

60

Cuando el agente de intercalación es el agua oxigenada, la solución utilizada puede ser una solución que presente una concentración que varíe del 35% al 50% en peso de agua oxigenada. Esta etapa de puesta en contacto puede realizarse a una temperatura que varía de 20 a 100 °C, siendo el calentamiento particularmente importante para

65

5 aumentar la cinética de descomposición del agente de intercalación.

Con dicha solución de agua oxigenada y sea cual sea la concentración, al cabo de una hora de inmersión ya puede observarse un hinchamiento significativo para una vermiculita deshidratada a 400 °C durante 7 horas, alcanzando el hinchamiento su máximo al cabo de 12 horas de inmersión. Una deshidratación a 600 °C en las mismas condiciones, conduce a una exfoliación máxima en 1 hora. Para estas dos temperaturas de tratamiento previo, la intercalación de agua oxigenada, conduce a la aparición de una vermiculita que presenta una distancia interplanar, por ejemplo, superior a 100 Å.

En los dos casos, el fenómeno se acompaña de un hinchamiento espectacular. El volumen aparente de las escamas de vermiculita se multiplica por un factor de 600 aproximadamente. Cuando la vermiculita en bruto (es decir no sometida a tratamiento térmico de acuerdo con la invención) se sumerge en una solución de agua oxigenada en condiciones experimentales de concentración y duración similares, solo se aprecia un aumento visible del volumen al cabo de 10 horas y no se completa hasta al cabo de 24 horas. Por otra parte, el aumento del volumen observado es después 3 veces menor que para las vermiculitas que se han sometido a un tratamiento térmico previo de acuerdo con la invención.

Este fenómeno de poner en contacto una vermiculita con una solución con un agente de intercalación, tal como H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, corresponde a una exfoliación química.

Hay que precisar la importancia de no realizar ningún tratamiento térmico previo de las vermiculitas a una temperatura superior a los 700°C, ya que en este intervalo de temperaturas, las vermiculitas deshidratadas de esta manera, ya no pueden someterse a exfoliación química con un agente de intercalación, tal como el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Sin quedar ligado a ninguna teoría, esto puede correlacionarse con una modificación química en los extremos de las láminas, ya que la eliminación de los grupos hidroxilo genera un acercamiento de las láminas y una condensación de sus extremos, lo que disminuye considerablemente la accesibilidad y la difusión de las moléculas del agente de intercalación.

Las vermiculitas obtenidas como resultado del proceso de la invención, presentan ventajosamente, una superficie específica que varía de 100 a 220 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>, obteniéndose el máximo con una muestra de vermiculita en bruto, calentada, en primer lugar, a 600 °C durante 7 horas y sumergida durante 1 hora en una solución de agua oxigenada al 50%. Una superficie específica de este tipo, se traduce en una separación de las láminas en paquetes de aproximadamente 7 a 8 unidades, siendo la superficie específica de la vermiculita en bruto aproximadamente de 10 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>. Las partículas de vermiculita exfoliada presentan generalmente un tamaño medio de partícula que varía de 6 µm a 50 µm. Las partículas más finas se obtienen, particularmente, cuando el tratamiento de exfoliación química se asocia con un tratamiento con ultrasonidos.

De esta manera, la invención se refiere, de acuerdo con un segundo objeto, a vermiculitas que pueden obtenerse mediante un proceso como el que se ha definido anteriormente.

Las vermiculitas obtenidas son vermiculitas maleables, que presentan particularmente propiedades mecánicas de formación, compresibilidad y restitución elástica.

Las vermiculitas obtenidas pueden formarse por recompresión.

Estas vermiculitas pueden utilizarse en numerosos campos, tales como, en construcción, aislamiento, revestimientos o en otras aplicaciones más específicas tales como mecánica, amortiguación, asfaltos ligeros, materiales de construcción, protección contra incendios, materiales de embalaje para el transporte de líquidos peligrosos, fabricación de sensores solares térmicos y como nanocompuestos para películas y revestimientos.

La invención se refiere, de acuerdo con un tercer objeto, a un proceso de fabricación de un material comprimido que comprende:

- una etapa de aplicación del proceso de preparación de una vermiculita exfoliada, tal y como se ha definido anteriormente; y
- una etapa de formación por compresión de la vermiculita obtenida en la etapa anterior,

realizándose la formación, ventajosamente, en ausencia de aglutinante orgánico.

La facultad de un material en forma de escamas, tal como la vermiculita de la invención, para poder recomprimirse depende de dos factores: el tamaño de las partículas y el contenido en agua.

Las vermiculitas obtenidas después de la etapa de puesta en contacto con una solución de agente de intercalación, pueden someterse, antes de la etapa de formación, a una etapa de molienda, preferentemente mecánica, pudiendo esta molienda realizarse con un mortero, un molino de cuchillas, un molino de bolas, o por ultrasonidos, seguido opcionalmente de un tamizado, para seleccionar la fracción granulométrica de partículas de tamaño adecuado para

recomprimirse fácilmente. Puede tratarse de partículas con un tamaño que varíe de 63 a 500  $\mu\text{m}$ , obtenidas por molienda con molinos mecánicos. También puede tratarse de partículas de tamaño inferior a 10  $\mu\text{m}$ , particularmente cuando la molienda se realiza por ultrasonidos (por ejemplo a una frecuencia que varíe de 20 a 40 kHz).

5 El contenido en agua también es un factor importante para la formación de las vermiculitas, el agua que proviene de la solución del agente de intercalación y opcionalmente de la degradación de éste.

De hecho, un material formado conteniendo agua residual correría el riesgo de experimentar fenómenos de retracción importantes si se somete a aplicaciones que conlleven una exposición a temperaturas elevadas.

10 De esta manera, puede ser ventajoso someter las vermiculitas, obtenidas mediante el proceso de la invención, después de la etapa de puesta en contacto con la solución de agente de intercalación o después de la etapa de molienda opcional y antes de la etapa de formación, a una etapa de calentamiento a una temperatura que varíe de 700 a 800  $^{\circ}\text{C}$ , durante un tiempo que puede variar de 1 a 14 horas (etapa denominada de post-calentamiento).

15 Las vermiculitas pueden someterse a una recompresión en forma de una mezcla que comprenda vermiculitas que hayan experimentado una etapa denominada de post-calentamiento, tal como la definida anteriormente, y vermiculitas que no hayan experimentado dicha etapa.

20 Tras la etapa opcional de post-calentamiento y antes de la etapa formación, la vermiculita en forma de partículas puede someterse a una etapa de rehumidificación, por ejemplo, poniendo en contacto dicha vermiculita con agua, preferentemente destilada, con un contenido que puede variar de 0,2 ml a 0,5 ml para 100 mg de polvo, por ejemplo, un contenido de 0,25 ml por 100 mg de polvo, en la que el agua sirve para facilitar la unión entre las partículas de vermiculita.

25 Una vez formadas las partículas de vermiculita, a continuación se secan a una temperatura de 40  $^{\circ}\text{C}$  a 80  $^{\circ}\text{C}$  durante un tiempo que puede variar de 12 a 24 horas, por ejemplo a 40  $^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas, para dar como resultado un material formado, comprimido y seco. El material, al término del secado, presenta propiedades mecánicas claramente superiores a las obtenidas por compresión de las partículas secas de las vermiculitas, es decir de las partículas que no han experimentado la etapa de rehumidificación.

30 Sin quedar ligado a ninguna teoría, el agua añadida durante la etapa de rehumidificación, permitiría mediante la formación de enlaces de hidrógeno con los grupos  $-\text{OH}$  en el borde de las láminas de arcilla, mejorar el apilamiento de las partículas de vermiculita durante la compresión. Durante la etapa de secado posterior a la etapa de rehumidificación, los enlaces de hidrógeno creados entre los grupos  $-\text{OH}$  del borde de las láminas de las partículas de vermiculita, que de esta manera, se han acercado, permitirían al material conservar sus propiedades mecánicas.

35 Además, en lugar de la etapa de rehumidificación, puede contemplarse poner en contacto la vermiculita en forma de partículas con una solución denominada "formadora de puentes", que comprende elementos seleccionados entre el aluminio y el silicio.

40 Cuando la solución denominada, formadora de puentes, es a base de aluminio, puede prepararse por disolución de cloruro de aluminio ( $\text{AlCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$ ) en agua destilada en una concentración tal como  $[\text{Al}^{3+}] = 0,2 \text{ mol. L}^{-1}$ . La solución obtenida se hidroliza añadiendo hidrógeno de sodio con agitación, siendo la concentración de iones  $\text{OH}^-$  igual a 0,2 mol. $\text{L}^{-1}$  manteniéndose la adición hasta obtener una proporción molar  $\text{OH}^-/\text{Al}^{3+}$  igual a 2. A continuación, se deja reposar la solución resultante durante 48 horas en un recipiente cerrado a temperatura ambiente, hasta obtener un sol que contenga el macrocatión « $\text{Al}_{13}^{7+}$ », resultante de la policondensación de las especies en la solución, pudiendo determinarse el tiempo necesario para obtener la policondensación por resonancia magnética nuclear del  $^{27}\text{Al}$ . A continuación, se añade el sol gota a gota a la vermiculita, opcionalmente puesta en suspensión acuosa (a razón, por ejemplo, de 2,5% en peso) a razón, por ejemplo, de  $4,10^{-3}$  moles de aluminio por gramo de arcilla. El conjunto resultante se deja en agitación durante 30 minutos a temperatura ambiente, para permitir el injerto del macrocatión « $\text{Al}_{13}^{7+}$ » en los bordes de las láminas, por fijación sobre los grupos  $-\text{OH}$  de superficie. Tras la filtración, eliminación de los cloruros por lavado y secado (por ejemplo a 40  $^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas), el material puede formarse fácilmente por compresión. Una calcinación posterior (por ejemplo a 700  $^{\circ}\text{C}$  durante 2 horas) permite convertir el macrocatión en alúmina, garantizando la cohesión entre las láminas, lo que permite una buena estabilidad del material formado.

55 De una manera general, el material, una vez formado, puede experimentar una etapa de calentamiento a una temperatura que varía de 500  $^{\circ}\text{C}$  a 800  $^{\circ}\text{C}$ , por ejemplo 700  $^{\circ}\text{C}$ , con el fin de mejorar la cohesión.

60 A continuación, se describe la invención con respecto al siguiente ejemplo proporcionado de modo ilustrativo y no limitativo.

### Ejemplo

65 En una primera etapa, se colocan 2 g de vermiculita de «grado grueso» en un vaso de precipitados de 250 ml y se lavan con 100 ml de agua osmotizada durante 30 minutos. Luego el sólido húmedo experimenta una deshidratación colocándose bruscamente a 400  $^{\circ}\text{C}$ , en un horno, durante 7 horas, con aire en un crisol de alúmina. Por último, la

## ES 2 372 330 T3

vermiculita deshidratada se enfría hasta alcanzar la temperatura ambiente en un desecador que contiene gel de sílice y después se exfolia químicamente por inmersión en 100 ml de agua oxigenada al 35% en masa durante una hora. Después, el producto obtenido se seca en un horno a 40 °C durante 14 horas y se tritura manualmente con un mortero.

5 En una segunda etapa, se prepara una solución formadora de puentes a base de aluminio. Para hacerlo, se prepara una solución de cloruro de aluminio de 0,2 mol. L<sup>-1</sup> de cationes y una solución de sosa 0,2 mol. L<sup>-1</sup> disolviendo las cantidades adecuadas de AlCl<sub>3</sub>, 6H<sub>2</sub>O y NaOH en agua destilada. La solución de sosa se añade gota a gota con agitación a la solución de AlCl<sub>3</sub> hasta obtener una proporción OH/Al igual a 2. Después, la solución obtenida se  
10 envejece a temperatura ambiente, durante 48 horas protegida de cualquier contaminación y sin agitación mecánica, para obtener el macrocatión Al<sub>13</sub><sup>7+</sup>.

A continuación, en una tercera etapa, la vermiculita exfoliada químicamente se suspende en agua destilada. La  
15 solución formadora de puentes preparada anteriormente se añade, gota a gota, con agitación, para obtener 4 milimoles de aluminio por gramo de vermiculita. A continuación, se agita la solución obtenida durante 30 minutos a temperatura ambiente para homogeneizar la suspensión y después se filtra. La vermiculita resultante de la filtración se lava, para eliminar los iones cloruro. Después, la vermiculita obtenida se calcina, durante 2 horas a 700 °C, para oxidar los cationes aluminio. A continuación se realiza un triturado manual, para redispersar los aglomerados formados durante la calcinación. Por último, los polvos obtenidos se conforman en pastillas a una presión de 18 MPa  
20 con adición de agua.

**REIVINDICACIONES**

1. Proceso de preparación de una vermiculita exfoliada que comprende las siguientes etapas sucesivas:
  - 5 - una etapa de calentamiento de una vermiculita hidratada, no exfoliada, a una temperatura que varía de 400 a 600 °C durante un tiempo que varía de 3 a 7 horas, generando, de esta manera, una vermiculita deshidratada;
  - una etapa de puesta en contacto de la vermiculita deshidratada con una solución que comprende un agente de intercalación que puede degradarse generando al menos un gas.
- 10 2. Proceso de preparación de una vermiculita exfoliada, de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el agente de intercalación es el agua oxigenada.
3. Proceso de preparación de una vermiculita, de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el agua oxigenada está presente en una solución a una concentración que varía del 35% al 50% en peso.
- 15 4. Proceso de preparación de una vermiculita exfoliada, de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa de puesta en contacto se realiza a una temperatura que varía de 20 °C a 100 °C.
- 20 5. Proceso de fabricación de un material comprimido que comprende:
  - una etapa de aplicación del proceso de preparación de una vermiculita exfoliada, tal y como se define de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4; y
  - una etapa de formación por compresión de la vermiculita obtenida en la etapa anterior.
- 25 6. Proceso de fabricación de un material comprimido de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la etapa de formación no precisa la utilización de aglutinante orgánico.
7. Proceso de fabricación de acuerdo con la reivindicación 5 o 6, que antes de la etapa de formación comprende una etapa de triturado de dicha vermiculita.
- 30 8. Proceso de fabricación de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, que tras la etapa opcional de triturado y antes de la etapa de formación, comprende una etapa de calentamiento a una temperatura que varía de 700 a 800 °C durante un tiempo que puede variar de 1 a 14 horas.
- 35 9. Proceso de fabricación de acuerdo con la reivindicación 7 u 8, que después de la etapa de calentamiento opcional y antes de la etapa de formación, comprende una etapa de rehumidificación con agua destilada o de puesta en contacto con una solución denominada "formadora de puentes" que comprende elementos seleccionados entre el aluminio y el silicio.
- 40 10. Proceso de fabricación de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que después de la etapa de formación, comprende una etapa de calentamiento a una temperatura que varía de 500 °C a 800 °C.