

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 437 096**

51 Int. Cl.:

**C08J 9/28** (2006.01)

**C08G 18/32** (2006.01)

**C08G 18/10** (2006.01)

**C08G 18/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.08.2010 E 10737913 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2013 EP 2464676**

54 Título: **Geles porosos a base de aminas aromáticas y cicloalifáticas**

30 Prioridad:

**13.08.2009 EP 09167834**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**08.01.2014**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**FRICKE, MARC y  
ELBING, MARK**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 437 096 T3

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).

## DESCRIPCIÓN

Geles porosos a base de aminas aromáticas y cicloalifáticas

La invención se refiere a un gel poroso que contiene los siguientes componentes en forma transformada:

- 5 (a1) al menos un isocianato multifuncional,  
 (a2) al menos una amina aromática multifuncional y  
 (a3) al menos una amina cicloalifática multifuncional

en el que el gel poroso presenta una porosidad de al menos el 70 % en volumen.

Además, la invención se refiere a un procedimiento para la preparación de geles porosos, a los geles porosos que pueden obtenerse así y al uso de los geles porosos como aislante y en paneles de aislamiento bajo vacío.

- 10 Los geles porosos con poros en el intervalo de tamaño de algunos micrómetros o claramente por debajo de esto y una porosidad alta de al menos el 70 % son aislantes térmicos especialmente buenos debido a consideraciones teóricas.

- 15 Aquellos materiales porosos con diámetro de poro promedio pequeño pueden encontrarse por ejemplo como xerogeles orgánicos. En la bibliografía no se usa el término xerogel en su totalidad de manera uniforme. En general se entiende por un xerogel un material poroso que se ha preparado mediante un procedimiento sol-gel, separándose del gel la fase líquida mediante secado por debajo de la temperatura crítica y por debajo de la presión crítica de la fase líquida ("condiciones subcríticas"). A diferencia de esto se habla en general de aerogeles cuando la separación de la fase líquida del gel se realizó en condiciones supercríticas.

- 20 En el procedimiento sol-gel se prepara en primer lugar un sol a base de un precursor de gel orgánico reactivo y después se gelifica el sol mediante una reacción reticulante para dar un gel. Para obtener a partir del gel un material poroso, por ejemplo un xerogel, debe separarse el líquido. Esta etapa se designa a continuación de manera simplificada como secado.

- 25 El documento WO-95/02009 da a conocer xerogeles a base de isocianato, que son adecuados en particular para aplicaciones en el campo del aislamiento bajo vacío. La publicación da a conocer además un procedimiento basado en sol-gel para la preparación de xerogeles, pudiéndose usar poliisocianatos orgánicos entre otros conocidos así como un disolvente no reactivo. Como compuestos adicionales con átomos de H activos se usan poliaminas o polioles alifáticos o aromáticos. Los ejemplos dados a conocer en la publicación comprenden aquéllos en los que se hace reaccionar un poliisocianato con diaminodietiltolueno. Los xerogeles dados a conocer presentan generalmente tamaños de poro promedios en el intervalo de 50  $\mu\text{m}$ . En un ejemplo se menciona un diámetro de poro promedio de  
 30 10  $\mu\text{m}$ .

Por el documento WO2008/138978 se conocen xerogeles que contienen del 30 % al 90 % en peso al menos de un isocianato multifuncional y del 10 % al 70 % en peso al menos de una amina aromática multifuncional, cuyo diámetro de poro promedio ponderado en volumen asciende como máximo a 5 micrómetros.

- 35 Por el documento WO2009/027310 se conocen xerogeles partiendo de isocianatos multifuncionales y aminas alifáticas protegidas.

Por el documento EP 0 288 067 A1 se conoce el uso de aminas cicloalifáticas así como aromáticas multifuncionales para la preparación de elastómeros de poliuretano.

- 40 Sin embargo, las propiedades de material, en particular la estabilidad mecánica de los geles porosos conocidos a base de poliurea no son suficientes para todas las aplicaciones. Además, las formulaciones subyacentes muestran durante el secado en condiciones subcríticas un encogimiento con reducción de la porosidad y aumento de la densidad.

- 45 Por tanto el objetivo consistía en facilitar un gel poroso que no presentara los inconvenientes mencionados anteriormente o que los presentara en medida más baja. En particular, los geles porosos deberían presentar una porosidad elevada en comparación con el estado de la técnica y una densidad reducida. Además, los geles porosos deberían presentar también con presiones por encima del intervalo de vacío, en particular en un intervalo de presión de aproximadamente 0,1 kPa a aproximadamente 10 kPa una baja conductividad térmica. Esto es deseable, dado que en paneles a vacío con el paso del tiempo resulta un aumento de presión. En particular, el gel poroso debería presentar una alta porosidad, baja densidad y una estabilidad mecánica suficientemente alta. Además, los geles porosos deberían presentar una baja inflamabilidad y una alta estabilidad frente a la temperatura.

- 50 Otro objetivo consistía en facilitar un procedimiento que pusiera al alcance un gel poroso con tamaño de poro pequeño, alta porosidad, baja densidad y al mismo tiempo alta estabilidad mecánica. Además, el procedimiento debería facilitar geles porosos con una baja conductividad térmica y debería conducir con la separación del disolvente en condiciones subcríticas a un encogimiento bajo.

De acuerdo con esto se encontraron los geles porosos de acuerdo con la invención y el procedimiento de acuerdo con la invención para la preparación de geles porosos.

Ciertas formas de realización preferentes pueden deducirse de las reivindicaciones y de la descripción. Las combinaciones de formas de realización preferentes no abandonan el contexto de esta invención.

5 Geles porosos

De acuerdo con la invención, el gel poroso contiene los siguientes componentes en forma transformada:

- (a1) al menos un isocianato multifuncional,
- (a2) al menos una amina aromática multifuncional y
- (a3) al menos una amina cicloalifática multifuncional,

10 en el que el gel poroso presenta una porosidad de al menos el 70 % en volumen.

Un gel poroso es en el contexto de la presente invención un material que es poroso y se obtiene por medio de un procedimiento sol-gel. El gel poroso de acuerdo con la invención se encuentra en el contexto de la presente invención como xerogel o como aerogel. Preferentemente se encuentra el gel poroso de acuerdo con la invención en el contexto de la presente invención como xerogel.

15 Por un xerogel se entiende en el contexto de la presente invención un gel poroso con una porosidad de al menos el 70 % en volumen y un diámetro de poro promedio ponderado en volumen de como máximo 50 micrómetros, que se preparó mediante un procedimiento sol-gel, separándose del gel la fase líquida mediante secado por debajo de la temperatura crítica y por debajo de la presión crítica de la fase líquida ("condiciones subcríticas").

20 A diferencia de esto se entiende por aerogel un correspondiente gel poroso cuando al separación de la fase líquida del gel se realiza en condiciones supercríticas.

25 Durante la separación de la fase líquida del gel actúan fuerzas capilares que influyen en la estructura de poro del gel poroso resultante. Durante la separación de la fase líquida del gel en condiciones supercríticas son muy bajas estas fuerzas capilares. Durante la separación de la fase líquida del gel en condiciones subcríticas, las fuerzas capilares dependiendo de la estabilidad y el tipo del gel y la polaridad del disolvente que va eliminarse producen un encogimiento del gel con modificación de la estructura de poro.

Uno o varios componentes monoméricos (a1) del tipo definido anteriormente forman por consiguiente el componente (a1). Lo correspondiente se aplica para el componente monomérico (a2) y (a3). Los componentes o componentes monoméricos (a1), (a2) y (a3) se encuentran en el gel poroso en forma transformada. Por forma transformada se entiende un polímero o forma unida a polímero.

30 En una forma de realización preferente, el gel poroso de acuerdo con la invención contiene del 20 % al 90 % en peso del componente (a1) de al menos un isocianato multifuncional y del 9,99 % al 45 % en peso del componente (a2) de al menos una amina aromática multifuncional así como (a3) del 0,01 % al 35 % en peso al menos de una amina cicloalifática multifuncional, respectivamente con respecto al peso total de los componentes (a1), (a2) y (a3).

35 La suma de los % en peso de los componentes (a1), (a2) y (a3) resulta con respecto al peso total de los componentes (a1), (a2) y (a3) el 100 % en peso.

40 Preferentemente, el gel poroso contiene del 40 % al 80 % en peso del componente (a1) y del 19 % al 40 % en peso del componente (a2) así como del 1 % al 20 % en peso del componente (a3), de manera muy especialmente preferente del 45 % al 79 % en peso del componente (a1) y del 19 % al 40 % en peso del componente (a2) así como del 2 % al 15 % en peso del componente (a3), respectivamente con respecto al peso total de los componentes (a1), (a2) y (a3). Los % en peso reflejan siempre la cantidad usada de los componentes, que se encuentran en el gel poroso en forma transformada.

45 Por funcionalidad de un compuesto debe entenderse en el contexto de la presente invención el número de los grupos reactivos por molécula. En el caso de los componentes monoméricos (a1), la funcionalidad es el número de grupos isocianato por molécula. En el caso de los grupos amino de los componentes monoméricos (a2) o (a3), la funcionalidad designa el número de los grupos amino reactivos por molécula. Un compuesto multifuncional presenta a este respecto una funcionalidad de al menos 2.

50 En caso de que se usen como componente (a1), (a2) o (a3) mezclas de compuestos con distinta funcionalidad, se obtiene la funcionalidad de los componentes respectivamente del promedio ponderado en número de la funcionalidad de los compuestos individuales. Un compuesto multifuncional contiene al menos dos de los grupos funcionales mencionados anteriormente por molécula.

El diámetro de poro promedio se determina por medio de medición de intrusión de mercurio según la norma DIN 66133 y es en el contexto de la presente invención básicamente un valor promedio ponderado en volumen. La medición de intrusión de mercurio según la norma DIN 66133 es un procedimiento porosimétrico y se realiza en una

porosimetría. A este respecto se presiona mercurio en una muestra del material poroso. Los poros pequeños requieren una presión más alta para que se rellenen con el mercurio que los poros grandes, y a partir del correspondiente diagrama presión/volumen puede determinarse una distribución de tamaño de poro y el diámetro de poro promedio ponderado en volumen.

- 5 Preferentemente, el diámetro de poro promedio ponderado en volumen del gel poroso asciende como máximo a 5 micrómetros. De manera especialmente preferente, el diámetro de poro promedio ponderado en volumen del gel poroso asciende como máximo a 3,5 micrómetros, de manera muy especialmente preferente como máximo a 3 micrómetros y en particular como máximo a 2,5 micrómetros.

- 10 Si bien es deseable un tamaño de poro lo más bajo posible con alta porosidad desde el punto de vista de una conductividad térmica baja, sin embargo de manera condicionada por la preparación y para obtener un gel poroso suficientemente estable mecánicamente resulta un límite inferior práctico del diámetro de poro promedio ponderado en volumen. En general asciende el diámetro de poro promedio ponderado en volumen al menos a 10 nm, preferentemente al menos a 50 nm. En muchos casos asciende el diámetro de poro promedio ponderado en volumen al menos a 100 nm, en particular al menos a 200 nanómetros.

- 15 El gel poroso de acuerdo con la invención presenta una porosidad de al menos el 70 % en volumen, en particular del 70 % al 99 % en volumen, de manera especialmente preferente al menos el 80 % en volumen, de manera muy especialmente preferente al menos el 85 % en volumen, en particular del 85 % al 95 % en volumen. La porosidad en % en volumen significa que la proporción mencionada del volumen total del gel poroso está compuesta de poros. Si bien desde el punto de vista de una conductividad térmica mínima en la mayoría de los casos es deseable una porosidad lo más alta posible, sin embargo la porosidad está limitada hacia arriba mediante las propiedades mecánicas y la disponibilidad del gel poroso.

- 20 De acuerdo con la invención, los componentes (a1) a (a3) en el gel poroso se encuentran en forma (polimérica) transformada. Debido a la composición de acuerdo con la invención se encuentran los componentes monoméricos (a1) a (a3) unidos en el gel poroso predominantemente a través de enlaces de urea. Otro posible enlace en el gel poroso son los enlaces de isocianurato, que se producen por trimerización de grupos isocianato de los componentes monoméricos (a1). Siempre que el xerogel contenga otros componentes, otros posibles enlaces son por ejemplo grupos uretano que se producen mediante reacción de grupos isocianato con alcoholes o fenoles.

- 25 Preferentemente, los componentes (a1) a (a3) se encuentran enlazados en el gel poroso en al menos el 50 % en mol mediante grupos urea -NH-CO-NH-. Preferentemente, los componentes (a1) a (a3) se encuentran enlazados en el gel poroso del 50 % al 100 % en mol mediante grupos urea, en particular del 60 % al 100 % en mol, de manera muy especialmente preferente del 70 % al 100 % en mol, en particular del 80 % al 100 % en mol, por ejemplo del 90 % al 100 % en mol.

- 30 Los % en mol que faltan hasta el 100 % en mol se encuentran como otros enlaces, en particular como enlaces de isocianurato. Los otros enlaces pueden encontrarse sin embargo también en forma de otros enlaces conocidos por el experto de polímeros de isocianato. A modo de ejemplo se mencionan grupos éster, urea, biuret, alofanato, carbodiimida, isocianurato, uretdiona y/o uretano.

- 35 La determinación de los % en mol de los enlaces de los componentes monoméricos en el gel poroso se realiza por medio de espectroscopia de RMN (resonancia de spin nuclear) en el cuerpo sólido o en estado hinchado. El experto conoce procedimientos de determinación adecuados.

- 40 La proporción de uso (proporción de equivalencia) de grupos NCO del componente (a1) con respecto a grupos amino de los componentes (a2) y (a3) asciende preferentemente a de 1,01 con respecto a 1 a 1,5 con respecto a 1. De manera especialmente preferente asciende la proporción de equivalencia de grupos NCO del componente (a1) con respecto a grupos amino de los componentes (a2) y (a3) de 1,1 con respecto a 1 a 1,4 con respecto a 1, en particular de 1,1 con respecto a 1 a 1,3 con respecto a 1. Un exceso de grupos NCO conduce a un encogimiento más bajo del gel poroso en la separación del disolvente.

Componente (a1)

- 45 De acuerdo con la invención, el gel poroso contiene al menos un isocianato multifuncional en forma transformada. Preferentemente, el gel poroso contiene del 20 % al 90 % en peso, de manera especialmente preferente del 40 % al 80 % en peso, en particular del 45 % al 79 % en peso al menos de un isocianato multifuncional en forma transformada, con respecto al peso total de los componentes (a1), (a2) y (a3).

- 50 Como isocianatos multifuncionales se tienen en consideración isocianatos aromáticos, alifáticos, cicloalifáticos y/o aralifáticos. Los isocianatos multifuncionales de este tipo se conocen en sí o pueden prepararse según procedimientos en sí conocidos. Los isocianatos multifuncionales pueden usarse en particular también como mezclas, de modo que el componente (a1) en este caso contiene distintos isocianatos multifuncionales. Los isocianatos multifuncionales que se tienen en consideración como componentes monoméricos (a1) presentan dos (a
- 55 continuación denominados diisocianatos) o más de dos grupos isocianato por molécula del componente.

En particular son adecuados diisocianato de 2,2'-, 2,4'- y/o 4,4'-difenilmetano (MDI), diisocianato de 1,5-naftileno (NDI), diisocianato de 2,4- y/o 2,6-toluileno (TDI), diisocianato de 3,3'-dimetildifenilo, diisocianato de 1,2-difeniletano y/o diisocianato de p-fenileno (PPDI), diisocianato de tri-, tetra-, penta-, hexa-, hepta- y/o octametileno, 2-metilpentametileno-1,5-diisocianato, 2-etilbutileno-1,4-diisocianato, pentametileno-1,5-diisocianato, butileno-1,4-diisocianato, 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-isocianatometil-ciclohexano (diisocianato de isoforona, IPDI), 1,4- y/o 1,3-bis(isocianatometil)ciclohexano (HXDI), diisocianato de 1,4-ciclohexano, diisocianato de 1-metil-2,4- y/o -2,6-ciclohexano y/o diisocianato de 4,4'-, 2,4'- y 2,2'-dicrolohexilmetano.

Como componentes monoméricos multifuncionales (a1) se prefieren isocianatos aromáticos. Se prefieren especialmente como isocianatos multifuncionales del componente (a1) las siguientes formas de realización:

- 10 i) isocianatos multifuncionales a base de diisocianato de toluleno (TDI), en particular 2,4-TDI o 2,6-TDI o mezclas de 2,4- y 2,6-TDI;
- ii) isocianatos multifuncionales a base de diisocianato de difenilmetano (MDI), en particular 2,2'-MDI o 2,4'-MDI o 4,4'-MDI o MDI oligomérico, que se designa también como isocianato de polifenilpolimetileno, o mezclas de dos o tres de los diisocianatos de difenilmetano mencionados anteriormente, o Roh-MDI, que se produce en la
- 15 preparación de MDI, o mezclas de al menos un oligómero del MDI y al menos uno de los derivados de MDI de bajo peso molecular mencionados anteriormente;
- iii) mezclas de al menos un isocianato aromático de acuerdo con la forma de realización i) y al menos un isocianato aromático de acuerdo con la forma de realización ii).

20 Como isocianato multifuncional se prefiere especialmente diisocianato de difenilmetano oligomérico. En caso de diisocianato de difenilmetano oligomérico (a continuación denominado MDI oligomérico) se trata de un o una mezcla de varios productos de condensación oligoméricos y por consiguiente derivados de diisocianato de difenilmetano (MDI). Los isocianatos multifuncionales pueden estar constituidos preferentemente también por mezclas de diisocianatos aromáticos monoméricos y MDI oligoméricos.

25 El MDI oligomérico contiene uno o varios productos de condensación de múltiples núcleos del MDI con una funcionalidad superior a 2, en particular 3 ó 4 ó 5. El MDI oligomérico se conoce y se designa con frecuencia como isocianato de polifenilpolimetileno o también como MDI polimérico. El MDI oligomérico está constituido habitualmente por una mezcla de isocianatos basados en MDI con distinta funcionalidad. Habitualmente se usa MDI oligomérico en mezcla con MDI monomérico.

30 La funcionalidad (promedio) de un isocianato que contiene MDI oligomérico puede variar en el intervalo de aproximadamente 2,2 a aproximadamente 5, en particular de 2,4 a 3,5, en particular de 2,5 a 3. Una mezcla de este tipo de isocianatos multifuncionales basados en MDI con distintas funcionalidades es en particular el MDI bruto, que se produce en la preparación de MDI.

Se conocen isocianatos multifuncionales o mezclas de varios isocianatos multifuncionales a base de MDI y se comercializan por ejemplo por BASF Polyurethanes GmbH con el nombre Lupranat®.

35 Preferentemente, la funcionalidad del componente (a1) asciende al menos a dos, en particular al menos a 2,2 y de manera especialmente preferente al menos a 2,5. La funcionalidad del componente (a1) asciende a preferentemente de 2,2 a 4 y de manera especialmente preferente de 2,5 a 3.

40 Preferentemente, el contenido en grupos isocianato del componente (a1) asciende a de 5 a 10 mmol/g, en particular de 6 a 9 mmol/g, de manera especialmente preferente de 7 a 8,5 mmol/g. El experto sabe que el contenido en grupos isocianato en mmol/g y el denominado peso equivalente en g/equivalente se encuentra en una proporción recíproca. El contenido en grupos isocianato en mmol/g resulta del contenido en % en peso según la norma ASTM D-5155-96 A.

45 En una forma de realización preferente, el componente (a1) está compuesto de al menos un isocianato multifuncional seleccionado de difenilmetano-4,4'-diisocianato, difenilmetano-2,4'-diisocianato, difenilmetano-2,2'-diisocianato y diisocianato de difenilmetano oligomérico.

En el contexto de esta forma de realización preferente, el componente (a1) contiene de manera especialmente preferente diisocianato de difenilmetano oligomérico y presenta una funcionalidad de al menos 2,5.

Componente (a2)

50 De acuerdo con la invención, el gel poroso contiene al menos una amina aromática multifuncional. Preferentemente, el gel poroso contiene del 9,99 % al 45 % en peso, de manera especialmente preferente del 19 % al 40 % en peso al menos de una amina aromática multifuncional, con respecto al peso total de los componentes (a1), (a2) y (a3).

Las aminas aromáticas (a2) adecuadas son en particular isómeros y derivados de diaminodifenilmetano. Los isómeros y derivados de diaminodifenilmetano preferentes en el contexto del componente (a2) son en particular 4,4'-diaminodifenilmetano, 2,4'-diaminodifenilmetano, 2,2'-diaminodifenilmetano y diaminodifenilmetano oligomérico.

Las aminas aromáticas (a2) adecuadas son además en particular isómeros y derivados de toluenammina. Los isómeros y derivados de toluenammina preferentes en el contexto del componente (a2) son en particular toluendiamina, en particular toluen-2,4-diamina y/o toluen-2,6-diamina y dietiltoluendiamina, en particular 3,5-dietiltoluen-2,4-diamina y/o 3,5-dietiltoluen-2,6-diamina.

- 5 Preferentemente, el componente (a2) contiene al menos una amina aromática multifuncional, de la que al menos una se selecciona de isómeros y derivados de diaminodifenilmetano, en particular los mencionados anteriormente.

De manera especialmente preferente, el componente (a2) está compuesto de al menos una amina aromática multifuncional seleccionada de 4,4'-diaminodifenilmetano, 2,4'-diaminodifenilmetano, 2,2'-diaminodifenilmetano y diaminodifenilmetano oligomérico.

- 10 El diaminodifenilmetano oligomérico contiene uno o varios productos de condensación de múltiples núcleos puenteados con metileno de anilina y formaldehído. El MDA oligomérico contiene al menos uno, en general sin embargo varios oligómeros del MDA con una funcionalidad superior a 2, en particular 3 ó 4 ó 5. El MDA oligomérico se conoce o puede prepararse según procedimientos en sí conocidos. Habitualmente se usa MDA oligomérico en forma de mezclas con MDA monomérico.

- 15 La funcionalidad (promedio) de una amina multifuncional que contiene MDA oligomérico puede variar en el intervalo de aproximadamente 2,3 a aproximadamente 5, en particular de 2,3 a 3,5 y en particular de 2,3 a 3. Una mezcla de este tipo de aminas multifuncionales basadas en MDA con distintas funcionalidades es en particular el MDA bruto que se produce en particular en la condensación de anilina con formaldehído, habitualmente catalizada por ácido clorhídrico, como producto intermedio de la preparación de MDI bruto. Preferentemente, el componente (a2)
- 20 contiene diaminodifenilmetano oligomérico y presenta una funcionalidad de al menos 2,3.

Componente (a3)

- De acuerdo con la invención, el gel poroso contiene como componente (a3) al menos una amina cicloalifática multifuncional en forma transformada. Preferentemente, los geles porosos de acuerdo con la invención contiene del
- 25 0,01 % al 35 % en peso del componente (a3), de manera especialmente preferente del 1 % al 20 % en peso, en particular del 2 % al 15 % en peso, respectivamente con respecto al peso total de los componentes (a1), (a2) y (a3).

La forma transformada se materializa debido a que en los correspondientes componentes monoméricos se usan aquellos grupos amino que son reactivos frente al componente (a1). Los grupos amino de los componentes monoméricos (a3) deben ser por consiguiente reactivos frente a los componentes monoméricos (a1), de modo que se consideran grupos amino primarios o secundarios.

- 30 Por una amina cicloalifática se entiende un compuesto con al menos dos grupos amino cicloalifáticos. Por grupos amino cicloalifáticos se entiende grupos amino que están unidos a un anillo cicloalifático. Preferentemente, los grupos amino son grupos amino primarios. Preferentemente se trata en el caso del anillo cicloalifático de un anillo de ciclohexilo eventualmente sustituido.

- 35 Una proporción más alta del componente (a3) repercute ventajosamente con respecto a la estructura de poro y en particular con respecto a las propiedades mecánicas y a la capacidad de aislamiento térmico.

Sin embargo, un aumento fuerte de la proporción del componente (a3) debido a su alta reactividad conduce a un empeoramiento potencial de la homogeneidad de la estructura y propiedades de material. Antes de que sea posible un mezclado homogéneo, pueden formarse en el material zonas endurecidas, lo que conduce a un empeoramiento de las propiedades.

- 40 Ante este hecho ha resultado ventajoso usar componente (a3) en una cantidad de al menos el 0,1 % en peso, preferentemente al menos el 1 % en peso, en particular al menos el 2 % en peso, respectivamente con respecto al peso total de los componentes (a1) a (a3). Ha resultado además ventajoso usar componente (a3) en una cantidad de como máximo el 35 % en peso, en particular como máximo el 20 % en peso, de manera especialmente preferente como máximo el 15 % en peso, respectivamente con respecto al peso total de los componentes (a1) a
- 45 (a3).

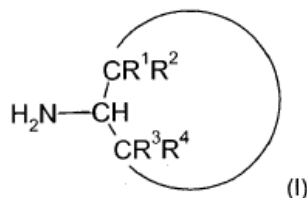
Es posible que el mismo anillo cicloalifático de una amina cicloalifática contenga únicamente un grupo amino. En un caso de este tipo, los compuestos (a3) contienen al menos 2 anillos cicloalifáticos.

- Sin embargo es también posible que el mismo anillo cicloalifático esté enlazado con al menos dos, en particular de manera precisa dos grupos amino. Los grupos amino primarios están enlazados con el anillo cicloalifático mediante un enlace químico. Los grupos amino secundarios están enlazados con el anillo cicloalifático como grupo amino secundario mediante un enlace químico o como grupo -NH- mediante la incorporación en el anillo. Ciertos ejemplos preferentes de ello son isoforondiamina, piperazina y toluendiamina completamente hidrogenada, en particular toluen-2,4-diamina completamente hidrogenada.
- 50

Se prefiere cuando los al menos 2 grupos amino mencionados anteriormente están unidos respectivamente a un

anillo cicloalifático distinto.

Preferentemente, el componente (a3) comprende un compuesto en forma transformada, que presenta al menos dos grupos amino de acuerdo con el siguiente elemento estructural (I):



5 en el que  $R^1$  a  $R^4$  pueden ser iguales o distintos y respectivamente independientemente entre sí se seleccionan de hidrógeno o un grupo alquilo lineal o ramificado con de 1 a 12 átomos de carbono y en el que el anillo caracteriza un anillo cicloalifático que puede llevar otros sustituyentes y puede estar enlazado con al menos otro anillo cicloalifático directa o indirectamente.

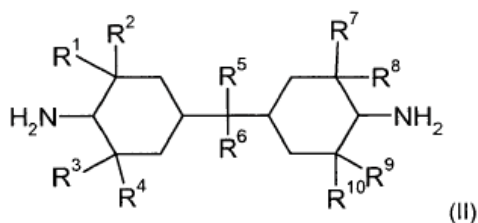
10 Un enlace indirecto de varios anillos cicloalifáticos se realiza preferentemente por medio de un grupo alqueno, en particular por medio de un grupo metileno.

Preferentemente, el componente (a3) comprende al menos un compuesto en forma transformada, que presenta al menos dos grupos amino, que están enlazados respectivamente con un anillo de ciclohexilo, pudiendo llevar el anillo de ciclohexilo otros sustituyentes y/o pudiendo estar enlazado con al menos otro anillo de ciclohexilo eventualmente sustituido directa o indirectamente.

15 En una forma de realización especialmente preferente en el contexto del elemento estructural (I) es  $R^1$  y  $R^3 = H$  y  $R^2$  y  $R^4$  se seleccionan independientemente entre sí de grupos alquilo lineales o ramificados con de 1 a 12 átomos de carbono. En particular se seleccionan  $R^2$  y  $R^4$  a este respecto de metilo, etilo, iso-propilo, n-propilo, n-butilo, i-butilo o t-butilo.

20 Mediante la forma de realización especialmente preferente mencionada anteriormente se protegen estéricamente los grupos amino. Esto repercute positivamente en la reducción que va a conseguirse del encogimiento durante la separación del disolvente del gel y en la porosidad del gel poroso.

En una forma de realización especialmente preferente, los componentes monoméricos (a3) que forman el componente(a3) comprenden al menos un compuesto de acuerdo con la siguiente estructura (II):

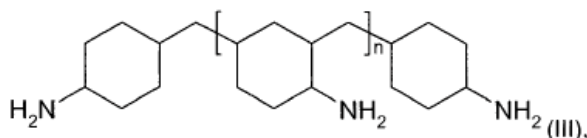


25 en la que  $R^1$  a  $R^{10}$  pueden ser iguales o distintos y respectivamente independientemente entre sí se seleccionan de hidrógeno o un grupo alquilo lineal o ramificado con de 1 a 12 átomos de carbono.

Preferentemente son  $R^5 = R^6 = H$  y  $R^1 = R^3 = R^7 = R^9 = H$  y  $R^2, R^4, R^8$  y  $R^{10}$  se seleccionan independientemente entre sí de grupos alquilo lineales o ramificados con de 1 a 12 átomos de carbono, en particular metilo, etilo, i-propilo, n-propilo, n-butilo, i-butilo o t-butilo.

30 Otra forma de realización preferente es MDA oligomérico hidrogenado (diisocianato de difenilmetano oligomérico). El MDA oligomérico se describió ya anteriormente.

El MDA oligomérico hidrogenado presenta la siguiente estructura (III) o una forma estructuralmente isomérica de ésta:



considerándose isómeros de la estructura (III) al igual que mezclas de isómeros.

El MDA oligomérico hidrogenado es a este respecto una mezcla de oligómeros de distinta longitud de cadena con n de 0 a aproximadamente 4. Preferentemente asciende la funcionalidad amino de 2 a 3,5 en particular de 2,2 a 3.

5 Preferentemente, el componente (a3) es 3,3',5,5'-tetraalquil-4,4'-diaminodieciclohexilmetano, en el que los grupos alquilo en la posición 3, 3', 5 y 5' pueden ser iguales o distintos y se seleccionan independientemente entre sí de grupos alquilo lineales o ramificados con de 1 a 12 átomos de carbono.

En una forma de realización especialmente preferente, el componente (a3) es 3,3',5,5'-tetraalquil-4,4'-diaminodieciclohexilmetano, en el que los grupos alquilo en la posición 3, 3', 5 y 5' preferentemente se seleccionan de metilo, etilo, i-propilo, n-propilo, n-butilo, i-butilo o t-butilo.

10 Como componente monomérico (a3) se prefieren muy especialmente 3,3',5,5'-tetrametil-4,4'-diaminodieciclohexilmetano y 3,3',5,5'-tetraetil-4,4'-diaminodieciclohexilmetano.

15 Las aminas cicloalifáticas multifuncionales se preparan preferentemente mediante hidrogenación de núcleo de las correspondientes aminas aromáticas multifuncionales. El experto conoce con todo detalle procedimientos correspondientes para la hidrogenación de aminas aromáticas. El experto conoce igualmente las correspondientes aminas aromáticas multifuncionales y pueden obtenerse o bien comercialmente o pueden prepararse según procedimientos de síntesis conocidos por el experto. La preparación de las aminas cicloalifáticas multifuncionales se describe por ejemplo en el documento EP 0134499 B1 en la página 2, línea 54 a página 7, línea 58.

Procedimiento para la preparación de geles porosos

El procedimiento de acuerdo con la invención comprende las siguientes etapas:

20 (a) proporcionar el componente (a1) y de manera separada del mismo los componentes (a2) y (a3) respectivamente en un disolvente (C);  
 (b) hacer reaccionar los componentes (a1) a (a3) en presencia del disolvente (C) para dar un gel;  
 (c) secar el gel obtenido en la etapa previa, preferentemente mediante transformación del líquido contenido en el gel en el estado gaseoso a una temperatura y una presión por debajo de la temperatura crítica y la presión crítica  
 25 del líquido contenido en el gel.

De acuerdo con una forma de realización preferente se proporcionan el componente (a1) en un primer recipiente y los componentes (a2) y (a3) en un segundo recipiente respectivamente en un disolvente (C) y finalmente se combinan para el inicio de la etapa (b). El procedimiento de acuerdo con la invención comprende por lo tanto preferentemente las siguientes etapas:

30 (a-1) proporcionar el componente (a1) y de manera separada del mismo los componentes (a2) y (a3) respectivamente en un disolvente (C), mezclándose previamente los componentes (a2) y (a3) preferentemente;  
 (a-2) proporcionar un precursor de gel (A) que contiene los componentes (a1) a (a3) en un disolvente (C) combinando los componentes proporcionados en la etapa (a-1);  
 (b) hacer reaccionar el precursor de gel (A) en presencia del disolvente (C) para dar un gel;  
 35 (c) secar el gel obtenido en la etapa previa, preferentemente transformando el líquido contenido en el gel en el estado gaseoso a una temperatura y una presión por debajo de la temperatura crítica y la presión crítica del líquido contenido en el gel.

Ciertas formas de realización preferentes de la etapa (a) a (c) se describen en más detalle a continuación.

Etapas (a)

40 De acuerdo con la invención se realiza en la etapa (a) la facilitación del componente (a1) de manera separada de los componentes (a2) y (a3) respectivamente en un disolvente (C). el precursor de gel (A) se obtiene mediante el mezclado de los componentes (a1) a (a3). El precursor de gel (A) contiene por consiguiente los componentes monoméricos (a1) a (a3) descritos anteriormente en "geles porosos" en las proporciones de cantidad descritas también anteriormente.

45 Los componentes monoméricos (a1) a (a3) se encuentran en el precursor de gel (A) en forma monomérica o se transformaron previamente mediante reacción parcial o no equimolar de grupos isocianato y grupos amino en un prepolímero, que eventualmente forma con otros componentes monoméricos (a1) a (a3) el precursor de gel (A). Por consiguiente, el precursor de gel (A) puede gelificarse, es decir puede convertirse mediante reticulación en un gel. Las proporciones de cantidad de los componentes (a1) a (a3) en el gel poroso, en el que se encuentran en forma polimérica, corresponden a las proporciones de cantidad de los componentes (a1) a (a3) en el precursor (A), en el que se encuentran en forma que aún no ha reaccionado.  
 50

La viscosidad del componente (a1) usado puede variar en un amplio intervalo. Preferentemente el componente (a1) usado en la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención presenta una viscosidad de 100 mPa.s a 3000 mPa.s, de manera especialmente preferente de 200 mPa.s a 2500 mPa.s.



El término precursor de gel (A) caracteriza la mezcla que puede gelificarse de los componentes (a1) a (a3). El precursor de gel (A) se hace reaccionar a continuación en la etapa (b) en presencia del disolvente (C) para dar un gel, un polímero reticulado.

5 En la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención se proporciona por consiguiente una mezcla que contiene el precursor de gel (A) en un diluyente líquido. El término disolvente (C) comprende en el contexto de la presente invención diluyentes líquidos, es decir tanto disolventes en el sentido más estricto como agentes de dispersión. La mezcla puede ser en particular una auténtica disolución, una disolución coloidal o una dispersión, por ejemplo una emulsión o suspensión. Preferentemente, la mezcla es una auténtica disolución. El disolvente (C) es un compuesto líquido en las condiciones de la etapa (a), preferentemente un disolvente orgánico.

10 El experto sabe que se producen aminas aromáticas, en particular diaminas, cuando se hacen reaccionar isocianatos aromáticos, en particular diisocianatos, con agua. Por lo tanto es posible usar en lugar de aminas aromáticas multifuncionales correspondientes isocianatos multifuncionales aromáticos y una cantidad equivalente de agua como componente (a2), de modo que se produzca la cantidad deseada de amina aromática multifuncional in situ o en una reacción previa. Con un exceso del componente (a1) y la adición simultánea de agua puede hacerse reaccionar el componente (a1) *in situ* proporcionalmente para dar el componente (a2), que reacciona entonces directamente con el componente (a1) que queda con la formación de enlaces de urea.

Preferentemente se genera la amina multifuncional sin embargo no en el disolvente (C) en presencia del componente (a1) a partir del componente (a2), sino que se añade por separado como componente (a2). Por lo tanto, la mezcla proporcionada en la etapa (a) no contiene preferentemente agua.

20 Como disolvente (C) se tienen en consideración en principio uno o una mezcla de varios compuestos, siendo líquido el disolvente (C) en las condiciones de temperatura y presión, en las que se proporciona la mezcla en la etapa (a) (abreviado: condiciones de disolución). La composición del disolvente (C) se selecciona de modo que pueda disolverse o dispersarse el precursor de gel orgánico, preferentemente disolverse. Los disolventes preferentes (C) son aquéllos que sean un disolvente para el precursor del gel orgánico (A), es decir aquéllos que disuelven completamente el precursor de gel orgánico (A) en condiciones de reacción.

25 El producto de reacción de la etapa (b) es un gel, es decir una red química viscoelástica que está hinchada mediante el disolvente (C). Un disolvente (C), que representa un buen agente de hinchamiento para la red formada en la etapa (b), conduce por regla general a una red con finos poros y diámetro de poro promedio pequeño, mientras que un disolvente (C) que representa un mal agente de hinchamiento para el gel que resulta de la etapa (b) conduce por regla general a una red de poro grueso con diámetro de poro promedio grande.

La elección del disolvente (C) influye por consiguiente en la distribución de tamaño de poro pretendida y la porosidad pretendida. La elección del disolvente (C) se realiza en general además de modo que no se produzca en gran parte una precipitación o floculación mediante la formación de un producto de reacción precipitado durante o tras la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención.

35 En la elección de un disolvente (C) adecuado es la proporción de producto de reacción precipitado habitualmente más pequeña que el 1 % en peso, con respecto al peso total de la mezcla. La cantidad de producto precipitado formado es un determinado disolvente (C) puede determinarse gravimétricamente, filtrándose la mezcla de reacción antes del punto de gelificación a través de un filtro adecuado.

40 Como disolvente (C) se tienen en cuenta los disolventes conocidos por el estado de la técnica para polímeros a base de isocianato. A este respecto, disolventes preferentes son aquéllos que son un disolvente para todos los componentes (a1) a (a3), es decir aquéllos que disuelven en gran parte completamente los componentes (a1) a (a3) en condiciones de reacción, de modo que el contenido del precursor de gel orgánico (A) en toda la mezcla proporcionada en la etapa (a) incluyendo el disolvente (C) ascienda preferentemente al menos al 5 % en peso. Preferentemente, el disolvente (C) es inerte frente al componente (a1), es decir no reactivo.

45 Como disolvente (C) se tienen en consideración por ejemplo cetonas, aldehídos, alcanosatos de alquilo, amidas tales como formamida y N-metilpirolidona, sulfóxidos tales como dimetilsulfóxido, hidrocarburos halogenados alifáticos y cicloalifáticos, compuestos aromáticos halogenados y éteres que contienen flúor. Igualmente se tienen en cuenta mezclas de dos o más de los compuestos mencionados anteriormente.

Adicionalmente se tienen en cuenta acetales, en particular dietoximetano, dimetoximetano y 1,3-dioxolano, como disolvente (C).

5 Igualmente son adecuados dialquiléteres y éteres cíclicos como disolventes (C). Los dialquiléteres preferentes son en particular aquéllos con 2 a 6 átomos de carbono, en particular metil-etiléter, dietiléter, metil-propiléter, metil-isopropiléter, propil-etiléter, etil-isopropiléter, dipropiléter, propil-isopropiléter, diisopropiléter, metil-butiléter, metil-isobutiléter, metil-t-butiléter, etil-n-butiléter, etil-isobutiléter y etil-t-butiléter. Los éteres cíclicos preferentes son en particular tetrahidrofurano, dioxano y tetrahidropirano.

Se prefieren como disolventes (C) cetonas y aldehídos con grupos alquilo con hasta 3 átomos de carbono por sustituyente.

10 En muchos casos resultan disolventes (C) especialmente adecuados, usándose dos o más compuestos miscibles completamente entre sí, seleccionados de los disolventes mencionados anteriormente, en forma de una mezcla.

De acuerdo con la invención se realiza en la etapa (a) la facilitación de los componentes (a1) de manera separada de los componentes (a2) y (a3).

15 Preferentemente, los grupos amino primarios de los componentes monoméricos (a3) se encuentran protegidos al inicio de la etapa (b). De manera especialmente preferente, los grupos amino primarios del componente (a3) se encuentran protegidos antes de la realización de la etapa (b). De manera muy especialmente preferente se proporciona en la etapa (a) el componente (a3), encontrándose los grupos amino primarios en forma protegida, en particular mediante disolución en un agente para la protección de grupos amino primarios que es al mismo tiempo el disolvente (C).

20 Por grupos amino primarios que se encuentran protegidos ha de entenderse que los grupos amino primarios no se encuentran esencialmente en forma libre como  $-NH_2$ . Los grupos amino primarios que se encuentran protegidos de los componentes monoméricos (a3) presentan una reactividad reducida frente a isocianatos. Preferentemente, los grupos amino primarios se encuentran protegidos mediante unión reversible a al menos otro grupo funcional o a al menos otra molécula (los denominados grupos protectores).

25 Por unión reversible ha de entenderse a este respecto que los correspondientes grupos funcionales o moléculas (grupos protectores) si bien reducen la reactividad de los grupos amino primarios frente a isocianatos, sin embargo no suprimen completamente la reacción, separándose éstos o bien antes de la reacción de grupos amino primarios con grupos isocianato de manera dirigida o (esto se prefiere) formándose a continuación de la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención grupos amino primarios reactivos, lo que conduce a una velocidad de  
30 reacción reducida entre grupos amino primarios con grupos isocianato. Una formación posterior de este tipo puede realizarse por ejemplo en el contexto de un equilibrio entre la forma protegida y la forma libre reactiva.

De manera especialmente preferente se encuentran los grupos amino primarios de los componentes monoméricos (a3) en la etapa (b) en forma de una cetimina y/o una aldimina. De manera muy especialmente preferente se realiza la facilitación del componente (a3) de acuerdo con la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención en  
35 forma de una cetimina y/o aldimina.

Por esto ha de entenderse que los grupos amino primarios de los componentes monoméricos (a3) se encuentran al menos parcialmente, preferentemente completamente, en forma de un grupo cetimino y/o aldimino. La cetimina y/o aldimina puede obtenerse en particular usando una cetona y/o aldehído como disolvente (C).

40 Las aldiminas o cetiminas adecuadas se derivan de diaminas o aminas multifuncionales con grupos amino primarios y aldehídos o cetonas y pueden obtenerse a partir de estas sustancias de manera en sí conocida, por ejemplo mediante calentamiento en un disolvente orgánico inerte, eventualmente separando el agua que se forma, eventualmente de manera catalizada por ejemplo mediante un ácido, preferentemente sin embargo mediante reacción en un exceso de cetona y/o aldehído como disolvente. Las aldiminas o cetiminas pueden contener además también aún otros grupos funcionales que son reactivos frente a isocianato, por ejemplo grupos hidroxilo o imino.

45 Además se tienen en consideración cetiminas o aldiminas que contienen aparte de grupos amino primarios protegidos aún grupos amino secundarios libres.

Siempre que se separen los grupos protectores mediante adición de un medio de separación antes o durante la realización de la etapa (b), puede separarse en el caso de las aldiminas y cetiminas el grupo protector en particular mediante la adición de agua como agente de separación.

50 Preferentemente se hacen reaccionar las aldiminas y/o cetiminas sin embargo sin adición previa de un agente de separación en una reacción ralentizada con isocianatos en la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención. Según esto se aprovecha preferentemente un equilibrio entre grupos amino primarios libres y protegidos en el disolvente (C).

Los productos de reacción entre aldiminas y/o cetiminas multifuncionales y poliisocianatos son en sí químicamente idénticos o en gran parte idénticos a aquéllos de una reacción directa de grupos amino y grupos isocianato. Sin embargo, mediante la reducción de la velocidad de reacción de grupos amino alifáticos primarios y grupos isocianato se ve influida en particular la estructura de poro del gel que resulta de la etapa (b).

- 5 Preferentemente se usan los grupos protectores en forma de un disolvente (C) reactivo frente a grupos amino primarios. De manera muy especialmente preferente se proporciona en la etapa (a) el componente (a3) disuelto en una cetona y/o aldehído como disolvente (C) junto con el componente (a2) y se combina al inicio de la etapa (b) con el componente (a1).

- 10 Los aldehídos o cetonas que pueden usarse para la preparación de las aldiminas o cetiminas son en particular aquéllos que corresponden a la fórmula general  $R^2-(CO)-R^1$ , en la que  $R^1$  y  $R^2$  son hidrógeno o grupos alquilo con 1, 2, 3 ó 4 átomos de carbono. Aldehídos o cetonas adecuados son en particular acetaldehído, propionaldehído, n-butiraldehído, isobutiraldehído, 2-etilbutiraldehído, valeraldehído, isopentaldehído, 2-metilpentaldehído, 2-etilhexaldehído, acroleína, metacroleína, crotonaldehído, furfural, dímero de acroleína, dímero de metacroleína, 1,2,3,6-tetrahidrobenzaldehído, 6-metil-3-ciclohexenaldehído, cianacetaldéhído, éster etílico del ácido glioxílico, benzaldehído, acetona, dietilcetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona, metil-n-butilcetona, etilisopropilcetona, 2-acetilfurano, 2-metoxi-4-metilpentan-2-ona, ciclohexanona y acetofenona. Los aldehídos y cetonas mencionados anteriormente pueden usarse también en forma de mezclas.

- 20 Básicamente es posible una preparación de una aldimina o cetimina previamente en forma pura así como la facilitación siguiente como disolución en un disolvente (C). Preferentemente se usan en el procedimiento de acuerdo con la invención los aldehídos y/o cetonas mencionados anteriormente sin embargo como disolvente (C), realizándose la formación de la aldimina o cetimina durante la disolución del componente (a2).

Es deseable que el aldehído o la cetona tenga un punto de ebullición por debajo de aproximadamente 180 °C, de modo que pueda escaparse fácilmente del polímero en el curso de la etapa (c).

- 25 Preferentemente se disuelven los componentes (a1) por un lado y componentes (a2) y (a3) por otro lado de manera separada entre sí en un disolvente (C), en particular un aldehído y/o una cetona.

- 30 Los disolventes (C) adecuados son en particular aquellos aldehídos y/o cetonas, en los que los componentes (a1) a (a3) presentan una solubilidad suficiente y en los que se forma una aldimina y/o cetimina mediante la reacción con los grupos amino primarios de los componentes monoméricos (a2), preferentemente a temperatura ambiente. En principio pueden disolverse los componentes (a1), (a2) y (a3) en distintos disolventes (c1) y (c2), siempre que los disolventes sean miscibles entre sí completamente y los componentes (a1) a (a3) presenten en la mezcla de disolventes respectivamente una solubilidad suficiente.

- 35 Para obtener en la etapa (b) un gel suficientemente estable, que no encoja mucho durante el secado en la etapa (c), la proporción del precursor de gel (A) en toda la mezcla proporcionada en la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención debe ascender en general a no menos del 5 % en peso. Preferentemente, la proporción del precursor de gel (A) en toda la mezcla proporcionada en la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención incluyendo el disolvente (C) asciende al menos al 6 % en peso, de manera especialmente preferente al menos al 8 % en peso, en particular al menos al 10% en peso.

- 40 Por otro lado, la concentración del precursor de gel (A) en la mezcla proporcionada no debe seleccionarse demasiado alta, dado que en caso contrario no se obtiene un gel poroso con propiedades favorables. En general asciende la proporción del precursor de gel (A) en toda la mezcla proporcionada en la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención a como máximo el 40 % en peso. Preferentemente asciende la proporción del precursor de gel (A) en toda la mezcla proporcionada en la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención incluyendo el disolvente (C) como máximo al 35 % en peso, de manera especialmente preferente como máximo al 25 % en peso, en particular como máximo al 20 % en peso.

- 45 Opcionalmente, la mezcla proporcionada en la etapa (a) contiene como otro componente (B) aún al menos un catalizador (b1). Preferentemente se realiza la reacción del precursor de gel (A) sin embargo sin presencia de un catalizador.

- 50 Siempre que se use un catalizador (b1) se usan habitualmente catalizadores de trimerización que catalizan la formación de isocianuratos. Como tales catalizadores de trimerización pueden usarse por ejemplo los conocidos con todo detalle por el experto, por ejemplo los mencionados a continuación.

- 55 Siempre que se usen catalizadores de trimerización como componente (b1), son adecuados catalizadores conocidos como hidróxidos de amonio cuaternario, hidróxidos, alcóxidos y carboxilatos de metal alcalino y de metal alcalinotérreo, por ejemplo acetato de potasio y 2-etil-hexanoato de potasio, ciertas aminas terciarias y carboxilatos metálicos no básicos, por ejemplo octoato de plomo y derivados de triazina, en particular derivados de triazina simétricos. Los derivados de triazina son especialmente adecuados como catalizadores de trimerización.

Los componentes (a1) a (a3) se usan preferentemente de modo que el precursor de gel (A) contiene del 20 % al 90

5 % en peso del componente (a1), del 9,99 % al 45 % en peso del componente (a2) y del 0,01 % al 35 % en peso del componente (a3). Preferentemente, el precursor de gel (A) contiene del 40 % al 80 % en peso del componente (a1), del 19 % al 40 % en peso del componente (a2) y del 1 % al 20 % en peso del componente (a3). De manera especialmente preferente, el precursor de gel (A) contiene del 45 % al 76 % en peso del componente (a1), del 19 % al 40 % en peso del componente (a2) y del 5 % al 15 % en peso del componente (a3).

10 La mezcla proporcionada en la etapa (a) puede contener además coadyuvantes habituales, conocidos por el experto como otros componentes (B). Se mencionan por ejemplo sustancias tensioactivas, agentes ignífugos, agentes formadores de germen, estabilizadores de la oxidación, coadyuvantes de deslizamiento y desmoldeo, colorantes y pigmentos, estabilizadores, por ejemplo frente a la hidrólisis, luz, calor o descoloramiento, cargas inorgánicas y/u orgánicas, agentes de refuerzo y biocidas.

Ciertos datos más detallados sobre los coadyuvantes y aditivos mencionados anteriormente pueden deducirse de la bibliografía técnica, por ejemplo de *Plastics Additive Handbook*, 5ª edición, H. Zweifel, ed. Hanser Publishers, Múnich, 2001.

15 La facilitación de la mezcla de acuerdo con la etapa (a) del procedimiento de acuerdo con la invención puede realizarse de manera habitual. Preferentemente se usa para ello un agitador u otro dispositivo de mezclado para obtener un buen mezclado. Las demás condiciones de mezclado son por regla general no críticas, por ejemplo puede mezclarse a de 0 °C a 100 °C y de 10 kPa a 1000 kPa (absolutos), en particular por ejemplo a temperatura ambiente y presión atmosférica.

20 La mezcla proporcionada en la etapa (a) puede designarse también como sol. A este respecto debe entenderse por un sol tanto una disolución coloidal, en la que el precursor de gel orgánico (A) está disperso de manera finamente distribuida en un disolvente como medio de dispersión, o una disolución auténtica del precursor de gel orgánico (A) en un disolvente.

#### Etapa (b)

25 De acuerdo con la invención se realiza en la etapa (b) la reacción de los componentes (a1) a (a3) en presencia del disolvente (C) para dar un gel. En la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención se hace reaccionar por consiguiente el precursor de gel orgánico (A) en una reacción de gelificación para dar un gel. En caso de la reacción de gelificación se trata de una reacción de poliadición, en particular de una poliadición de grupos isocianato y grupos amino.

30 Por un gel debe entenderse un sistema reticulado a base de un polímero, que se encuentra en contacto con un líquido (denominado solvogel o liogel, o con agua como líquido: acuagel o hidrogel). A este respecto forma la fase polimérica una red espacial continua.

35 En el contexto de la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención, el gel se produce habitualmente dejando en reposo, por ejemplo dejando sencillamente el recipiente, recipiente de reacción o reactor, en el que se encuentra la mezcla (denominado a continuación dispositivo de gelificación). Preferentemente, durante la gelificación (formación de gel) no se agita o se mezcla la mezcla, ya que esto podría impedir la formación del gel. Ha resultado ventajoso cubrir la mezcla durante la gelificación o cerrar el dispositivo de gelificación.

40 La duración de la gelificación varía dependiendo del tipo y la cantidad de los componentes usados y de la temperatura y puede ascender a varios días. Habitualmente asciende ésta a de 1 minuto a 10 días, preferentemente a menos de 1 día, en particular de 5 minutos a 12 horas, de manera especialmente preferente como máximo a 1 hora, en particular de 5 minutos a 1 hora.

45 La gelificación puede realizarse a este respecto sin alimentación de calor a una temperatura en el intervalo de la temperatura ambiente, en particular de 15 °C a 25 °C, o a una temperatura elevada con respecto a la temperatura ambiente que asciende a 20 °C o más, en particular de 25 °C a 80 °C. Habitualmente, una temperatura de gelificación más alta acorta la duración de la gelificación. Sin embargo, una temperatura de gelificación más alta no es ventajosa en todos los casos, dado que una temperatura de gelificación elevada puede conducir a geles con propiedades mecánicas insuficientes. Preferentemente se realiza la gelificación a una temperatura en el intervalo de la temperatura ambiente, en particular de 15 °C a 25 °C.

50 La presión durante la gelificación puede variar en un amplio intervalo y en general no es crítica. Puede ascender por ejemplo a de 10 kPa a 1000 kPa, preferentemente de 50 kPa a 800 kPa y en particular de 90 kPa a 500 kPa (respectivamente absolutos). En particular pueden dejarse gelificar mezclas acuosas a temperatura ambiente y presión atmosférica.

55 Durante la gelificación solidifica la mezcla para dar un gel más o menos resistente a la deformación. Por tanto puede distinguirse la formación de gel de manera sencilla en que ya no se mueve el contenido del dispositivo de gelificación, cuando el dispositivo de gelificación o un recipiente, con el que se tomó una muestra, se inclina lentamente. Además se modifican durante la gelificación las propiedades acústicas de la mezcla: la mezcla gelificada da como resultado al golpear sobre la pared externa del dispositivo de gelificación un sonido zumbante

distinto de la mezcla aún no gelificada (denominado gel resonante).

5 En una forma de realización preferente se somete el gel obtenido en la gelificación en la etapa (b) antes de la realización de la etapa (c) aún a un denominado envejecimiento, en el que se completa la formación del gel. El envejecimiento se realiza en particular debido a que se expone el gel durante algún tiempo a una temperatura más alta que la gelificación precedente. Para ello puede usarse por ejemplo un baño templado o un estufa o puede calentarse el dispositivo o entorno, en el que se encuentra el gel de manera adecuada.

10 La temperatura en el envejecimiento puede variar en un amplio intervalo. En general se envejece a temperaturas de 30 °C a 150 °C, preferentemente de 40 °C a 100 °C. La temperatura de envejecimiento debería encontrarse en el intervalo de 10 °C a 100 °C, en particular de 20 °C a 80 °C por encima de la temperatura de gelificación. Si se gelificó a temperatura ambiente, entonces puede envejecerse en particular a temperaturas de 40 °C a 80 °C, preferentemente a aproximadamente 60 °C. La presión en el envejecimiento no es crítica y asciende habitualmente a de 90 kPa a 500 kPa (absolutos).

15 La duración del envejecimiento depende del tipo de gel y puede durar algunos minutos, sin embargo también puede recurrirse a largo tiempo. La duración del envejecimiento puede ascender por ejemplo hasta 30 días. Habitualmente asciende la duración del envejecimiento de 10 minutos a 12 horas, preferentemente de 20 minutos a 6 horas y de manera especialmente preferente de 30 minutos a 5 horas.

Dependiendo del tipo y de la composición puede encogerse el gel de manera insignificante durante el envejecimiento y se desprende a este respecto de la pared del dispositivo de gelificación. Ventajosamente se cubre el gel durante el envejecimiento o se cierra el dispositivo de gelificación, en el que se encuentra el gel.

20 Etapa (c)

De acuerdo con la invención se seca en la etapa (c) el gel obtenido en la etapa previa, preferentemente mediante transformación del líquido contenido en el gel en el estado gaseoso a una temperatura y una presión por debajo de la temperatura crítica y de la presión crítica del líquido contenido en el gel con la obtención de un xerogel. Por secado ha de entenderse la separación de la fase fluida del gel.

25 Como alternativa es igualmente posible secar el gel en condiciones supercríticas con la obtención de un aerogel, en particular mediante el intercambio del disolvente por una fase fluida adecuada, en particular dióxido de carbono que se separa a continuación en condiciones supercríticas.

30 Preferentemente se realiza el secado del gel obtenido mediante transformación del disolvente (C) en el estado gaseoso a una temperatura y una presión por debajo de la temperatura crítica y de la presión crítica del disolvente (C). Por lo tanto se realiza preferentemente el secado mediante separación del disolvente (C) que estaba presente en la reacción sin intercambio previo por otro disolvente.

35 Por consiguiente, tras la etapa (b) no lleva a contacto el gel preferentemente con un líquido orgánico, para intercambiar el disolvente (C) contenido en el gel, en particular en los poros del gel, por este líquido orgánico. Esto se aplica independientemente de si el gel se envejece o no. Al no realizarse un intercambio de disolvente puede realizarse el procedimiento de manera especialmente sencilla y económica. Siempre que se realice sin embargo un intercambio de disolvente, puede intercambiarse preferentemente el disolvente (C) por un disolvente no polar, en particular por hidrocarburos tales como pentano.

40 Para el secado mediante transformación del líquido contenido en el gel, preferentemente el disolvente (C), en el estado gaseoso se tienen en consideración básicamente tanto la evaporación como la vaporización, sin embargo no la sublimación. El secado mediante evaporación o vaporización incluye en particular el secado bajo presión atmosférica, el secado a vacío, el secado a temperatura ambiente y el secado a temperatura elevada, sin embargo no la liofilización. De acuerdo con la invención se seca a una presión y una temperatura que se encuentran por debajo de la presión crítica y por debajo de la temperatura crítica del líquido contenido en el gel. En la etapa (c) del procedimiento de acuerdo con la invención se seca por consiguiente el gel que contiene disolvente, produciéndose como producto de procedimiento el xerogel orgánico.

45 Para el secado del gel se abre habitualmente el dispositivo de gelificación y se mantiene el gel en las condiciones de presión y temperatura mencionadas anteriormente hasta que la fase líquida se haya separado mediante transformación en el estado gaseoso, es decir se evapora o se vaporiza la fase líquida. Para acelerar la evaporación es ventajoso con frecuencia separar el gel del recipiente. De esta manera aumenta la superficie límite de fases de gel/aire ambiente, por medio de lo cual tiene lugar la evaporación y/o vaporización. Por ejemplo puede proporcionarse el gel para el secado sobre una base plana o un tamiz. Como procedimiento de secado se tienen en consideración además los procedimientos de secado habituales para el experto tales como secado por convección, secado por microondas, estufa a vacío o combinaciones de estos procedimientos.

55 Puede secarse el gel en el aire, o en caso de que sea sensible al oxígeno, también en otros gases tales como nitrógeno o gases nobles, y para ello puede usarse eventualmente una estufa u otros dispositivos adecuados, en los que puede controlarse la presión, la temperatura así como el contenido en disolvente del entorno.

Las condiciones de temperatura y presión que van a elegirse en el secado dependen entre otras cosas de la naturaleza del líquido presente en el gel. Preferentemente se seca a una presión que se encuentra por debajo de la presión crítica  $p_{crit}$  del líquido presente en el gel, que es preferentemente el disolvente (C), y se seca a una temperatura que se encuentra por debajo de la temperatura crítica  $T_{crit}$ . Según esto se seca en condiciones subcríticas. A este respecto significa crítica: con la presión crítica y la temperatura crítica es la densidad de la fase líquida igual a la densidad de la fase gaseosa (la denominada densidad crítica), y con temperaturas por encima de la  $T_{crit}$  ya no puede fluidificarse la fase fluida tampoco con el uso de presiones más altas.

Si se usa como disolvente acetona, entonces se seca a temperaturas de 0 °C a 150 °C, preferentemente de 10 °C a 100 °C y de manera especialmente preferente de 15 °C a 80 °C, y a presiones de alto vacío, por ejemplo de  $10^{-4}$  kPa a 500 kPa, preferentemente de 0,1 kPa a 300 kPa y en particular de 1 kPa a aproximadamente 100 kPa (absolutos). Por ejemplo puede secarse a presión atmosférica y de 0 °C a 80 °C, en particular a temperatura ambiente. De manera especialmente preferente se seca en la etapa (c) el gel a una presión de 50 kPa a 200 kPa (absolutos) y a una temperatura de 0 °C a 100 °C.

Otros líquidos presentes en el gel, en particular otros disolventes (C) distintos de acetona requieren adaptaciones de las condiciones de secado (presión, temperatura, tiempo), que el experto puede determinar mediante ensayos sencillos.

El secado puede acelerarse o completarse mediante el uso de vacío. Para mejorar más la acción de secado puede realizarse este secado a vacío a una temperatura superior que el secado a presión habitual. Por ejemplo puede separarse una gran parte del disolvente (C) en primer lugar a temperatura ambiente y presión atmosférica en el intervalo de 30 min a 3 horas, y después se seca el gel a de 40 °C a 80 °C bajo vacío de 0,1 kPa a 10 kPa, en particular de 0,5 kPa a 3 kPa, en el intervalo de 10 min a 6 horas. Lógicamente son posibles también tiempos de secado más largos, por ejemplo de 1 a 5 días. Se prefieren sin embargo con frecuencia tiempos de secado inferiores a 12 horas.

En lugar de un secado escalonado de este tipo puede reducirse la presión durante el secado también continuamente, por ejemplo lineal o exponencialmente, o puede elevarse la temperatura de tal manera, es decir puede secarse de acuerdo con un programa de presión o temperatura. De acuerdo con la naturaleza se seca el gel tanto más rápido, cuanto más bajo sea el contenido de humedad del aire. Lo mismo se aplica respectivamente para otras fases líquidas distintas de agua y otros gases distintos de aire.

Las condiciones de secado preferentes dependen no sólo del disolvente, sino también de la naturaleza del gel, en particular la estabilidad de la red en la proporción con respecto a las fuerzas capilares que actúan en el secado.

En el secado en la etapa (c) se separa la fase líquida por regla general completamente o hasta obtener un contenido residual del 0,001 % al 1 % en peso, con respecto al xerogel obtenido.

#### Propiedades de los geles porosos y su uso

Los geles porosos que pueden obtenerse con el procedimiento de acuerdo con la invención presentan preferentemente un diámetro de poro promedio ponderado en volumen de como máximo 5 micrómetros. Preferentemente asciende el diámetro de poro promedio ponderado en volumen de los geles porosos que pueden obtenerse con el procedimiento de acuerdo con la invención a de 10 nm a 5 micrómetros.

El diámetro de poro promedio ponderado en volumen especialmente preferente de los geles porosos que pueden obtenerse con el procedimiento de acuerdo con la invención asciende a como máximo 5 micrómetros, en particular como máximo a 3,5 micrómetros, de manera muy especialmente preferente como máximo a 2,5 micrómetros.

En general asciende el diámetro de poro promedio ponderado en volumen a al menos 20 nm, preferentemente al menos 50 nm. En muchos casos asciende el diámetro de poro promedio ponderado en volumen a al menos 100 nm, en particular al menos 200 nm. Los geles porosos que pueden obtenerse con el procedimiento de acuerdo con la invención presentan una porosidad de al menos el 70 % en volumen, en particular del 70 % al 99 % en volumen, de manera especialmente preferente de al menos el 80 % en volumen, de manera muy especialmente preferente de al menos el 85 % en volumen, en particular del 85 % al 95 % en volumen.

La densidad de los geles porosos orgánicos que pueden obtenerse de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con la invención asciende habitualmente a de 20 g/l a 600 g/l, preferentemente de 50 g/l a 500 g/l y de manera especialmente preferente de 100 g/l a 300 g/l.

El procedimiento de acuerdo con la invención da como resultado un material poroso continuo y no sólo un polvo polimérico o partícula polimérica. A este respecto se determina la forma espacial del gel poroso resultante mediante la forma del gel, que a su vez se determina mediante la forma del dispositivo de gelificación. Así, por ejemplo un recipiente de gelificación cilíndrico da como resultado habitualmente un gel aproximadamente en forma de cilindro, que puede secarse entonces para dar un xerogel en forma de cilindro.

Los geles porosos de acuerdo con la invención y los geles porosos que pueden obtenerse mediante el procedimiento de acuerdo con la invención presentan una baja conductividad térmica, una alta porosidad y una baja densidad con simultáneamente alta estabilidad mecánica. Los geles porosos presentan además un tamaño de poro promedio bajo. La combinación de las propiedades mencionadas anteriormente permite el uso como aislante en el campo del aislamiento térmico, en particular para usos en el campo de vacío, donde se prefiere una densidad lo más baja posible de las placas de vacío, por ejemplo aparatos de refrigeración o en edificios. Así se prefiere el uso en paneles de aislamiento bajo vacío, en particular como material de núcleo para paneles de aislamiento bajo vacío. Se prefiere además el uso de los geles porosos de acuerdo con la invención como aislante.

Además serán posibles mediante la baja conductividad térmica de los geles porosos de acuerdo con la invención usos a presiones de 0,1 kPa a 10 kPa y en particular de 1 kPa a 10 kPa. El perfil de propiedades de los geles porosos de acuerdo con la invención abre en particular usos en los que se desea una vida útil larga de los paneles de vacío y que presentan también con un aumento de presión de aproximadamente 0,2 kPa por año aún tras muchos años, por ejemplo a una presión de 10 kPa, una baja conductividad térmica. Los geles porosos de acuerdo con la invención y los geles porosos que pueden obtenerse mediante el procedimiento de acuerdo con la invención presentan propiedades térmicas favorables por un lado y propiedades de material favorables tal como procesabilidad sencilla y alta estabilidad mecánica, por ejemplo baja fragilidad, por otro lado.

### Ejemplos

La densidad  $\rho$  del gel poroso en la unidad g/ml se calculó de acuerdo con la fórmula  $\rho = m / (\pi \cdot r^2) \cdot h$ , en la que m es la masa del gel poroso, r el radio (la mitad del diámetro) del gel poroso y h la altura del gel poroso.

La porosidad en la unidad % en volumen se calculó de acuerdo con la fórmula  $P = (V_i / (V_i + V_s)) \cdot 100$ , siendo P la porosidad,  $V_i$  el volumen específico del gel poroso en ml/g y se calcula de acuerdo  $V_i = 1 / \rho$ .  $V_s$  es el volumen específico en ml/g de la probeta. Como volumen específico se usó el valor  $1 / V_s = 1,38$  g/ml. Este valor puede determinarse mediante picnometría de He.

El encogimiento durante la etapa (c) del procedimiento de acuerdo con la invención se determinó comparándose la altura de un gel cilíndrico y el diámetro cm antes y después de la separación del disolvente. Los valores indicados se refieren al volumen relativo del cilindro encogido en comparación con el cuerpo de gel antes de la separación del disolvente, es decir el encogimiento se indica como pérdida de volumen en %. El cilindro presentaba antes del encogimiento una altura de 4,7 cm y un diámetro de 2,6 cm.

Se usaron los siguientes compuestos:

a-1: MDI oligomérico (Lupranat® M50) con un contenido en NCO de 31,5 g por 100 g según la norma ASTM D-5155-96 A, una funcionalidad en el intervalo de 2,8 a 2,9 y una viscosidad de 550 mPa.s a 25 °C según la norma DIN 53018.

a-2: diaminodifenilmetano oligomérico con una viscosidad de 2710 mPa.s a 50 °C según la norma DIN 53018, una funcionalidad en el intervalo de 2,4 y un índice de amino determinado potenciométricamente de aproximadamente 560 mg de KOH / g.

a-3: 3,3',5,5'-tetrametil-4,4'-diaminodiclohexilmetano

### Ejemplo 1

Se disolvieron 2,4 g del compuesto a-1 con agitación a 20 °C en 10,5 g de acetona en un vaso de precipitados. Se disolvieron 1,3 g del compuesto a-2 y 0,1 g del compuesto a-3 en 11 g de acetona en un segundo vaso de precipitados. Se mezclaron las dos disoluciones de la etapa (a). Se obtuvo una mezcla transparente de baja viscosidad. La mezcla se dejó reposar a temperatura ambiente durante 24 horas para el curado. A continuación se tomó el gel del vaso de precipitados y se separó el líquido (acetona) mediante secado durante 7 días a 20 °C.

El material obtenido presentaba una porosidad del 88 % en volumen y una densidad de 160 g/l. El encogimiento ascendía al 6%.

### Ejemplo 2V

Se disolvieron 2,4 g del compuesto a-1 con agitación a 20 °C en 10,5 g de acetona en un vaso de precipitados. Se disolvieron 1,3 g del compuesto a-2 en 11 g de acetona en un segundo vaso de precipitados. Se mezclaron las dos disoluciones de la etapa (a). Se obtuvo una mezcla transparente de baja viscosidad. La mezcla se dejó reposar a temperatura ambiente durante 24 horas para el curado. A continuación se tomó el gel del vaso de precipitados y se separó el líquido (acetona) mediante secado durante 7 días a 20 °C.

El material obtenido presentaba en comparación con el ejemplo 1 una forma claramente encogida. El encogimiento ascendía al 48%. La porosidad ascendía al 71 % en volumen con una correspondiente densidad de 390 g/l.

**Ejemplo 3**

5 Se disolvieron 2,4 g del compuesto a-1 con agitación a 20 °C en 10,5 g de acetona en un vaso de precipitados. Se disolvieron 1,1 g del compuesto a-2 y 0,2 g del compuesto a-3 en 11 g de acetona en un segundo vaso de precipitados. Se mezclaron las dos disoluciones de la etapa (a). Tuvo lugar una reacción inmediata. La mezcla se dejó reposar a temperatura ambiente durante 24 horas para el curado. A continuación se tomó el gel del vaso de precipitados y se separó el líquido (acetona) mediante secado durante 7 días a 20 °C.

El material obtenido presentaba una porosidad del 87 % en volumen y una densidad de 175 g/l. El encogimiento ascendía al 5%.

**Ejemplo 4V**

10 Se disolvieron 2,4 g del compuesto a-1 con agitación a 20 °C en 10,5 g de acetona en un vaso de precipitados. Se disolvieron 1,3 g del compuesto a-2 y 0,1 g de trietilendiamina en 11 g de acetona en un segundo vaso de precipitados. Se mezclaron las dos disoluciones de la etapa (a). Tuvo lugar una reacción inmediata. La mezcla se dejó reposar a temperatura ambiente durante 24 horas para el curado. A continuación se tomó el gel del vaso de precipitados y se separó el líquido (acetona) mediante secado durante 7 días a 20 °C.

15 El material obtenido presentaba en comparación con el ejemplo 1 una forma claramente encogida. El encogimiento ascendía al 45%. La porosidad ascendía al 74 % en volumen con una correspondiente densidad de 350 g/l.

**Ejemplo 5**

20 Se disolvieron 2,4 g del compuesto a-1 con agitación a 20 °C en 10,5 g de acetona en un vaso de precipitados. Se disolvieron 0,4 g del compuesto a-2 y 0,9 g del compuesto a-3 en 11 g de acetona en un segundo vaso de precipitados. Se mezclaron las dos disoluciones de la etapa (a). Tuvo lugar una reacción inmediata. La mezcla se dejó reposar a temperatura ambiente durante 24 horas para el curado. A continuación se tomó el gel del vaso de precipitados y se separó el líquido (acetona) mediante secado durante 7 días a 20 °C.

El material obtenido presentaba una porosidad del 86 % en volumen y una densidad de 190 g/l. El encogimiento ascendía al 15%.

25 El uso de las aminas cicloalifáticas multifuncionales de acuerdo con la invención combinación con aminas aromáticas multifuncionales conduce a geles porosos con encogimiento significativamente reducido y elevada porosidad y densidad reducida.



## REIVINDICACIONES

1. Gel poroso que contiene los siguientes componentes en forma transformada:

- 5 (a1) al menos un isocianato multifuncional,  
 (a2) al menos una amina aromática multifuncional y  
 (a3) al menos una amina cicloalifática multifuncional,

en el que el gel poroso presenta una porosidad de al menos el 70 % en volumen.

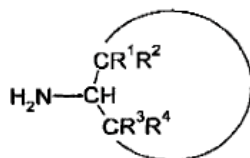
2. Gel poroso según la reivindicación 1, en el que el material poroso es un xerogel.

3. Gel poroso según la reivindicación 1 o 2, que contiene los siguientes componentes en forma transformada:

- 10 (a1) del 20 % al 90 % en peso al menos de un isocianato multifuncional,  
 (a2) del 9,99 % al 45 % en peso al menos de una amina aromática multifuncional y  
 (a3) del 0,01 % al 35 % en peso al menos de una amina cicloalifática multifuncional,

en el que la suma de los % en peso de los componentes (a1), (a2) y (a3) con respecto al peso total de los componentes (a1), (a2) y (a3) da como resultado el 100 % en peso.

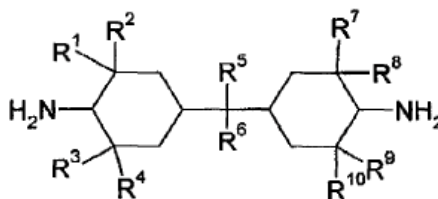
- 15 4. Gel poroso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el componente (a3) comprende un compuesto en forma transformada, que presenta al menos dos grupos amino de acuerdo con el siguiente elemento estructural:



- 20 en el que R<sup>1</sup> a R<sup>4</sup> pueden ser iguales o distintos y respectivamente independientemente entre sí se seleccionan de hidrógeno o de un grupo alquilo lineal o ramificado con de 1 a 12 átomos de carbono y en el que el anillo caracteriza un anillo cicloalifático, que puede llevar otros sustituyentes y/o puede estar enlazado con al menos otro anillo cicloalifático.

- 25 5. Gel poroso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el componente (a3) comprende al menos un compuesto en forma transformada, que presenta al menos dos grupos amino que están enlazados respectivamente con un anillo de ciclohexilo, en el que el anillo de ciclohexilo puede llevar otros sustituyentes y puede estar enlazado directa o indirectamente con al menos otro anillo de ciclohexilo dado el caso sustituido.

6. Gel poroso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el componente (a3) contiene al menos un compuesto de acuerdo con la siguiente estructura:



- 30 en la que R<sup>1</sup> a R<sup>10</sup> pueden ser iguales o distintos y respectivamente independientemente entre sí se seleccionan de hidrógeno o de un grupo alquilo lineal o ramificado con de 1 a 12 átomos de carbono.

7. Gel poroso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el componente (a3) es 3,3',5,5'-tetraalquil-4,4'-diaminodiclohexilmetano, en el que los grupos alquilo en la posición 3, 3', 5 y 5' pueden ser iguales o distintos e independientemente entre sí se seleccionan de grupos alquilo lineales o ramificados con de 1 a 12 átomos de carbono.

- 35 8. Gel poroso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el componente (a3) es 3,3',5,5'-tetrametil-4,4'-diaminodiclohexilmetano.

9. Gel poroso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el componente (a2) está compuesto de al menos una amina aromática multifuncional seleccionada de 4,4'-diaminodifenilmetano, 2,4'-diaminodifenilmetano,

2,2'-diaminodifenilmetano y diaminodifenilmetano oligomérico.

10 Gel poroso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el componente (a1) está compuesto de al menos un isocianato multifuncional seleccionado de difenilmetano-4,4'-diisocianato, difenilmetano-2,4'-diisocianato, difenilmetano-2,2'-diisocianato y diisocianato de difenilmetano oligomérico.

5 11. Gel poroso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el diámetro de poro promedio ponderado en volumen del gel poroso asciende como máximo a 3 micrómetros.

12. Procedimiento para la preparación de geles porosos de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 11, que comprende

10 (a) proporcionar el componente (a1) y de manera separada del mismo los componentes (a2) y (a3) tal como se define en una o varias de las reivindicaciones 1 a 11 respectivamente en un disolvente (C);  
(b) hacer reaccionar los componentes (a1) a (a3) en presencia del disolvente (C) para dar un gel;  
(c) secar el gel obtenido en la etapa previa.

13. Gel poroso que puede obtenerse de acuerdo con la reivindicación 12.

15 14. Uso de geles porosos de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 11 o de geles porosos de acuerdo con la reivindicación 13 como aislante.

15, Uso de geles porosos de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 11 o de geles porosos de acuerdo con la reivindicación 13 para paneles de aislamiento bajo vacío.