

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 538 800**

51 Int. Cl.:

**C08J 3/03** (2006.01)

**C08K 3/34** (2006.01)

**C08J 9/35** (2006.01)

**C08G 18/36** (2006.01)

**C08G 18/48** (2006.01)

**C08G 18/76** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.12.2011 E 11791558 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.03.2015 EP 2649115**

54 Título: **Material compuesto de poliuretano**

30 Prioridad:

**07.12.2010 EP 10194004**

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

**24.06.2015**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**ELING, BEREND;  
AUFFARTH, STEFAN y  
MC DONNELL, SHANE, OLIVER**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 538 800 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

Material compuesto de poliuretano

La invención se refiere a un material compuesto que contiene un aglutinante y un aerogel o un aerosil, a un procedimiento y a una composición para la preparación del material compuesto, así como al uso del material compuesto.

Los aerogeles son sólidos altamente porosos, en los que la parte predominante del volumen está compuesta de poros. Los aerogeles pueden basarse por ejemplo en silicatos, óxidos metálicos, sin embargo también en plástico, carbono o híbridos inorgánico-orgánicos. Los poros de los aerogeles presentan un diámetro que se encuentra en el intervalo de nanómetros. Como consecuencia del gran volumen de poros y las estructuras de canal estrechas son adecuados los aerogeles en particular como materiales aislantes con propiedades de aislamiento térmico excelentes con densidad baja. Los aerogeles se encuentran en primer lugar como partículas, polvos, granulados o monolitos y pueden someterse a una conformación usando aglutinantes y por ejemplo pueden prensarse para obtener placas.

El proceso de conformación del aerogel se termina durante la transición sol-gel. Tras la formación de la estructura de gel sólida puede modificarse la forma externa tan sólo mediante trituración, por ejemplo molienda. Por el término aerogel se entiende en el contexto de la presente invención también xerogeles y criogeles.

Por el documento EP-A-0 340 707 se conocen materiales aislantes de densidad de 0,1 g/cm<sup>3</sup> a 0,4 g/cm<sup>3</sup> con buena capacidad de aislamiento térmico y resistencia a la presión suficientemente alta, que se obtienen mediante adhesión de partículas de aerogel de sílice con un aglutinante inorgánico u orgánico. Como aglutinantes inorgánicos adecuados se mencionan a modo de ejemplo cemento, yeso, cal y/o vidrio soluble.

Por el documento EP 489 319 A2 se conocen espumas de material compuesto a base de partículas de aerogel de sílice y de una espuma de polímero de estireno. Por el documento US-A-6121336 se conoce mejorar las propiedades de espumas de poliuretano mediante incorporación de aerogeles de sílice. Por el documento DE 44 41 567 A1 se conoce seleccionar en materiales compuestos de aerogeles y aglutinantes inorgánicos el diámetro de partícula de las partículas de aerogel inferior a 0,5 mm. Por el documento EP 672 635 A1 se conoce usar en cuerpos moldeados de aerogeles de sílice y aglutinantes adicionalmente silicatos estratificados o minerales de arcilla. Por el documento US-A-6143400 se conoce además usar partículas de aerogel con diámetros inferiores a 0,5 mm en materiales compuestos de partículas de aerogel y un adhesivo. Por el documento DE 105 335 64 se conocen materiales compuestos que contienen partículas de aerogel, aglutinante y un agente de fibras. Por el documento WO 2007/011988 A2 se conocen composiciones con las denominadas partículas de aerogel híbridas y un aglutinante, en las que las partículas de aerogel pueden estar unidas de manera covalente con el aglutinante.

Por el documento EP 667370 A2 se conoce una espuma de material compuesto que contiene del 10 % al 90 % en volumen de partículas de aerogel de SiO<sub>2</sub> y del 90 % al 10 % en volumen de una espuma preferentemente de poliuretano y/o de poliolefina. Ésta se prepara debido a que se espuma una carga de las partículas de aerogel con la espuma de plástico.

Por el documento US 2009/0029147 A1 se conoce un aerogel de material compuesto de poliuretano que se prepara debido a que en primer lugar se prepara una espuma de poliuretano de célula abierta y se añade a la espuma de poliuretano un precursor de aerogel a base de tetraetoxisilicato hidrolizado, agua y etanol.

Para la fabricación de cuerpos moldeados de este tipo es necesario, sin embargo, con frecuencia el uso de altos contenidos en aglutinante. Además necesitan mejorar aún muchas propiedades de aplicación técnica tales como por ejemplo la conductividad térmica o la resistencia a la rotura. Con frecuencia resultan también problemas en la fabricación de los cuerpos moldeados. Numerosos aglutinantes orgánicos no pueden usarse debido a su alta viscosidad. El uso de dispersiones de baja viscosidad requiere según esto con frecuencia una dilución demasiado grande con disolventes acuosos, lo que tiene el inconveniente de que el aglutinante existente en las dispersiones no contrae ninguna unión con las partículas de aerogel de sílice por regla general hidrófobas, como consecuencia de la falta de humectación de la superficie de aerogel.

Por tanto era objetivo de la invención proporcionar materiales compuestos que con proporción de aglutinante relativamente baja pudieran presentar una conductividad térmica reducida, mejorada y una densidad baja. Los materiales compuestos deben poder prepararse de manera sencilla además, por ejemplo mediante aplicabilidad mejorada de aglutinantes orgánicos.

En particular era objetivo de la invención proporcionar cuerpos moldeados que con proporción de aglutinante baja presentaran una conductividad térmica reducida, mejorada, estabilidad mecánica y una densidad baja.

La invención se refiere a un material compuesto que contiene un aglutinante y un aerogel o aerosil, caracterizado porque el aglutinante es el producto de reacción de un prepolímero a base de poliuretano que puede emulsionarse en agua con un sistema acuoso, en particular agua. El sistema acuoso está compuesto en una forma de realización preferente de agua. Sin embargo pueden estar contenidas otras partes constituyentes, en particular

- aditivos que no reaccionan con isocianatos,
- aditivos que reaccionan con isocianatos, en particular polioles y poliaminas.

5 La invención se refiere además a un procedimiento para la preparación del material compuesto, caracterizado porque se mezcla un prepolímero a base de un isocianato y de un compuesto reactivo con isocianato P que presenta grupos isocianato, con adición de agua, con un aerogel o aerosil en condiciones que garanticen una reacción del prepolímero con el agua añadida.

En una forma de realización preferente se encuentran las partículas distribuidas de manera homogénea en el material compuesto.

10 La invención se refiere además a una composición para la preparación de un material compuesto de acuerdo con la invención que contiene un aerogel o aerosil, un prepolímero que contiene grupos isocianato y agua, pudiéndose encontrar estas partes constituyentes también separadas espacialmente en un kit.

En tanto que no se mencione lo contrario, en el contexto de la presente invención se definen los términos usados tal como sigue y se determinan las magnitudes de medición mencionadas tal como sigue:

15 **Partícula:** como partícula se designan materiales particulados que o bien son monolíticos, es decir están constituidos por una sola pieza, o sin embargo que contienen esencialmente partículas con un diámetro más pequeño que el del material particulado, que están unidos dado el caso mediante un aglutinante adecuado, o están ensamblados mediante prensado para dar materiales particulados más grandes.

20 **Porosidad:** proporción de volumen de cavidades con respecto a volumen total, medida de acuerdo con adsorción y desorción de nitrógeno (< 100 nm) y porosimetría de mercurio (> 100 nm)

**Hidrófobo:** por sustancias hidrófobas se entiende en el contexto de las sustancias en cuestión las sustancias de este tipo que presentan a temperatura ambiente un ángulo de contacto superior a 90 ° con respecto a agua.

25 **Nanoporoso:** por nanoporoso se entiende que los poros de las partículas presentan un tamaño de 0,1 nm a 500 nm, en particular < 200 nm, de manera especialmente preferente < 100 nm (d50) y la porosidad asciende en particular a de 50 a 99, en particular de 70 a 99, de manera especialmente preferente de 80 a 99.

30 **Granular:** granular significa que los materiales particulados se encuentran en un tamaño de 0,1 μm a 100 μm, preferentemente de 1 μm a 30 μm (d50) y la proporción del eje espacial más largo con respecto al eje espacial más corto de las partículas asciende preferentemente a de 4:1 a 1:1.

35 **Ácido silícico pirogénico:** ácido silícico pirogénico está constituido preferentemente por gotas microscópicas de dióxido de silicio amorfo (sílice) que están fundidas para dar partículas secundarias ramificadas, de cadena similar tridimensionales que se aglomeran para dar partículas terciarias. El polvo resultante presenta una densidad aparente extremadamente baja y una alta superficie. Las partículas primarias presentan un tamaño de 5 - 50 nm (d50). Éstas no son porosas y tienen una superficie de 50 - 600 m<sup>2</sup>/g y una densidad de 2,2 g/cm<sup>3</sup>. El ácido silícico pirogénico se prepara mediante pirolisis de llama de tetracloruro de silicio o de arena de cuarzo evaporada en un arco eléctrico a 3.000 °C.

40 **Peso molecular:** las indicaciones de peso molecular se refieren al promedio en número Mn, en g/mol, en caso de que no se indique lo contrario.

45 **Prepolímero** un polímero que contiene grupos isocianato, que puede obtenerse mediante reacción de un isocianato con un compuesto reactivo con isocianato P, en particular un compuesto con un átomo de H ácido, de manera especialmente preferente un poliol, usándose el isocianato en exceso, de modo que el prepolímero presenta grupos isocianato libres.

**Valor d<sub>50</sub>:** tamaño de grano, en el que el 50 % de las partículas es mayor y el 50 % menor que el valor indicado.

50 **Silicato alcalino acuoso** el silicato acuoso de la presente invención es preferentemente un silicato alcalino o de amonio, preferentemente vidrio soluble de amonio, de litio, de sodio o de potasio, o combinaciones de los mismos con un módulo (sílice) que se define por la proporción molar de SiO<sub>2</sub> con respecto a M<sub>2</sub>O de 4,0 - 0,2, preferentemente de 4,0 - 1,0, representando M un catión monovalente. El silicato acuoso tiene un contenido en sólidos del 10 - 70 % en peso, preferentemente del 30 - 55 % en peso y/o una proporción de silicato, calculada como SiO<sub>2</sub>, del 12 - 32 % en peso, preferentemente del 18 - 32 % en

peso. Se prefieren especialmente vidrio soluble de sodio y de potasio. La viscosidad del vidrio soluble debería encontrarse en el intervalo de 0,2 - 1,0 Pa\*s. Las viscosidades más altas deberían reducirse mediante la adición de una solución alcalina acuosa adecuada.

5 A continuación se indican componentes preferentes que van a usarse de acuerdo con la invención, su combinación, también cuando ésta no está indicada de manera especial, que ha de considerarse como que pertenece a la invención.

#### Isocianatos

10 Como isocianatos orgánicos pueden usarse generalmente isocianatos aromáticos, alifáticos, cicloalifáticos y/o aralifáticos conocidos, preferentemente diisocianatos, por ejemplo 2,2'-difenilmetanodiisocianato, 2,4'-difenilmetanodiisocianato y/o 4,4'-difenilmetanodiisocianato (MDI), MDI polimérico, 1,5-naftilendiisocianato (NDI), 2,4-toluilendiisocianato y/o 2,6-toluilendiisocianato (TDI), 3,3'-dimetil-difenil-diisocianato, 1,2-difeniletanodiisocianato y/o fenilendiisocianato, trimetilendiisocianato, tetrametilendiisocianato, pentametilendiisocianato, hexametilendiisocianato, heptametilendiisocianato y/u octametilendiisocianato, 2-metil-pentametilendiisocianato-1,5, 2-etil-butilendiisocianato-1,4, pentametilendiisocianato-1,5, butilendiisocianato-1,4, 1-isocianato-3,3,5-trimetil-5-  
15 isocianatometil-ciclohexano (isoforon-diisocianato, IPDI), 1,4-bis(isocianatometil)ciclohexano y/o 1,3-bis(isocianatometil)ciclohexano (HXDI), 1,4-ciclohexano-diisocianato, 1-metil-2,4-ciclohexano-diisocianato y/o 1-metil-2,6-ciclohexano-diisocianato y/o 4,4'-dicrohexilmetano-diisocianato, 2,4'-dicrohexilmetano-diisocianato y 2,2'-dicrohexilmetano-diisocianato (H12MDI), preferentemente 2,2'-difenilmetanodiisocianato, 2,4'-difenilmetanodiisocianato y/o 4,4'-difenilmetanodiisocianato (MDI), MDI polimérico, 1,5-naftilendiisocianato (NDI), 2,4-toluilendiisocianato y/o 2,6-toluilendiisocianato (TDI), hexametilendiisocianato (HDI), 4,4'-dicrohexilmetano-diisocianato, 2,4'-dicrohexilmetano-diisocianato y 2,2'-dicrohexilmetano-diisocianato (H12MDI) y/o IPDI, en particular 4,4'-MDI y/o hexametilendiisocianato.

25 Los isocianatos especialmente preferentes son difenilmetanodiisocianatos (MDI) en particular MDI poliméricos, en particular con una viscosidad de 10 - 10.000 mPas, en particular de 20 - 5.000 mPas medida a 25 °C de acuerdo con la norma DIN 53018. Los tipos muy especialmente preferentes tienen una viscosidad entre 50 y 1.000 mPas.

Los isocianatos especialmente preferentes son HDI y IPDI, sobre todo derivados poco volátiles de estos isocianatos tales como trímero, dímero, biuret y alofanato.

#### Compuestos reactivos con isocianato

30 Como compuestos reactivos frente a isocianatos (P) pueden usarse generalmente compuestos reactivos frente a isocianatos conocidos, por ejemplo poliésteroles, poliéteroles, poliéteraminas y/o policarbonatodíoles, que se engloban habitualmente también por el término "polioles", con un peso molecular promediado en número (Mn) de 106 g/mol a 12.000 g/mol, preferentemente de 100 g/mol a 10.000 g/mol, en particular de 200 g/mol a 8.000 g/mol y un valor de hidroxilo de 14 mg de KOH/g a 1.839 mg de KOH/g, en particular de 28 mg de KOH/g a 600 mg de KOH/g y una funcionalidad de 2 a 8, preferentemente de 2 a 3, en particular 2.

35 En una forma de realización especialmente preferente se usan como compuestos reactivos con isocianato (P) polialquilenglicoles, en particular politetrahidrofurano (PTHF), polibutilenglicoles, polipropilenglicoles, polietilenglicoles y copolímeros, preparados mediante adición de óxido de etileno, óxido de butileno y óxido de propileno. Los copolímeros pueden presentar una estructura de bloque o mixta. Los polipropilenglicoles y polibutilenglicoles especialmente preferentes tienen un peso molecular de 400 g/mol a 10.000 g/mol en particular de 600 g/mol a 8.000 g/mol y preferentemente una funcionalidad de 2 a 8, de manera especialmente preferente de 2 a 3  
40

Los polietilenglicoles especialmente preferentes tienen un peso molecular de 61 g/mol a 8.000 g/mol, en particular de 200 g/mol a 6.000 g/mol y preferentemente una funcionalidad de 2 a 8, de manera especialmente preferente de 2 a 3.

45 En otra forma de realización de la invención se usan prepolímeros que pueden emulsionarse en agua que están mezclados con polímeros que contienen poli(óxido de etileno). Para ello pueden usarse los polietilenglicoles mencionados anteriormente. Adicionalmente pueden usarse también polímeros de poli(óxido de etileno) con la siguiente estructura:



50 R un radical alquilo con en particular de 1 a 4 átomos de C  
n un número de 3 a 50.

Los ejemplos típicos de tales componentes son metoxipolietilenglicoles con un peso molecular de 200 g/mol a 2.000 g/mol, preferentemente de 300 g/mol a 1.000 g/mol. Los prepolímeros con alquilpolietilenglicol se conocen por el documento GB 1528612.

5 En otra forma de realización de la invención se mejora la capacidad de emulsión de los prepolímeros basados en isocianato mediante modificación de los prepolímeros con grupos que pueden ionizarse tales como aminosilanos, véase el documento WO 2010/112155 A2 y/o grupos iónicos tales como carboxilatos, fosfatos y sulfatos, véase el documento DE-A-2 359 606. Este planteamiento es especialmente adecuado cuando se usan silicatos alcalinos acuosos y/o soles de sílice coloidales.

Los isocianatos que han reaccionado con los compuestos reactivos con isocianato P que van a usarse de acuerdo con la invención pueden dispersarse en agua, en particular usando polietilenglicoles con un peso molecular de 106 g/mol a 4.000 g/mol y/o alquilpolietilenglicoles con un peso molecular de 200 g/mol a 2.000 g/mol.

10 En otra forma de realización de la invención se consigue la capacidad de emulsión de los prepolímeros basados en isocianato mediante el uso de tensioactivos y/u otras sustancias de superficie activa. Tales sustancias de superficie activa incluyen una amplia gama de agentes humectantes y tensioactivos y actúan de modo que mejoran la capacidad de dispersión del prepolímero de poliuretano en agua, tal como se describe en Handbook of Industrial Surfactants, 4ª edición, páginas 6279-6331. Los coadyuvantes de emulsificación incluyen lo siguiente, sin embargo no está limitados a éstos: polialcoxilatos, polialquenglicoles, poliureas, poliglicósidos y ésteres de alcohol graso.

15 Para la preparación de dispersiones del prepolímero se usa en una forma de realización preferente agua, ya que ésta reduce drásticamente la viscosidad de los prepolímeros, no penetra en los poros del aerogel y reacciona con isocianato con formación de urea. Dado el caso puede usarse en lugar de agua también vidrio soluble o soles de sílice (acuosos). Mediante uso de estos medios de dispersión puede elevarse la proporción de compuestos inorgánicos en el material compuesto. También pueden añadirse al agua componentes que mejoren la humectación de los aerogeles. La introducción de agua en los poros del gel no es por regla general ningún problema, ya que los aerogeles tienen propiedades muy repelentes al agua. Pueden añadirse al agua componentes que mejoran la humectación de los aerogeles.

En caso de los aerogeles o aerosiles se trata preferentemente de ácido silícico pirogénico. Éstos pueden ser inorgánicos, inorgánico-orgánicos u orgánicos.

25 Aerogel

Los aerogeles adecuados para los materiales compuestos de acuerdo con la invención son en particular aquéllos a base de óxidos, en particular dióxido de silicio y óxidos metálicos, tales como en particular óxido de aluminio, titanio y zirconio, o aquéllos a base de sustancias orgánicas, tales como por ejemplo condensados de melamina y formaldehído (documento US-A-5.086.085), condensados de resorcina y formaldehído (documento US-A-4.873.218) así como aerogeles que pueden prepararse mediante polimerización de furfural con resinas fenólicas de novolaca. Son especialmente adecuados compuestos que sean adecuados para la técnica sol-gel, véase por ejemplo el documento WO 97/10188 A1, página 7, primer párrafo, tales como por ejemplo compuestos de Si o Al. Éstos pueden basarse sin embargo también en mezclas de los materiales mencionados anteriormente. Preferentemente se usan aerogeles que contienen compuestos de Si. Se prefieren especialmente aerogeles que contienen SiO<sub>2</sub>, en particular aerogeles de SiO<sub>2</sub>, que dado el caso están modificados de manera orgánica.

Los aerogeles preferentes presentan los siguientes parámetros:

Porosidad:	del 50 % al 99 %, en particular del 70 % al 99 %, de manera especialmente preferente del 80 % al 99 %
Densidad:	de 30 g/l a 300 g/l, preferentemente ≤ 150 g/l
40 Diámetro de partícula:	de 0,001 mm a 100 mm, preferentemente de 0,01 mm a 10 mm (d <sub>50</sub> )
Diámetro de poro:	de 0,1 a 500 nm, en particular < 200 nm, de manera especialmente preferente < 100 nm, en particular de 1 a 100, preferentemente de 10 a 50 nm

Además se aplica que la conductividad térmica de los aerogeles disminuye con porosidad creciente y densidad decreciente y se mezclaron concretamente hasta una densidad en el intervalo de 0,1 g/cm<sup>3</sup>. La conductividad térmica del granulado de aerogel debía ascender preferentemente a menos de 40 mW/m\*K, de manera especialmente preferente menos de 25 mW/m\*K.

Los aerogeles especialmente preferentes son aerogeles de sílice que están compuestos esencialmente de dióxido de silicio amorfo, sin embargo dependiendo del modo de su preparación pueden contener aún compuestos orgánicos.

50 Las partículas de aerogel de sílice pueden prepararse de manera conocida a partir de solución de vidrio soluble a través de las etapas hidrogel de sílice, intercambio de disolvente y secado supercrítico posterior. La forma de perla existente por regla general resulta según esto mediante la pulverización de un sol de ácido silícico que gelifica rápidamente por una boquilla construida especialmente y gelificación de las gotas al vuelo. Ciertas particularidades más detalladas para ello se han descrito en el documento DE-A-21 03 243. El intercambio de agua de hidrogel por otros líquidos químicamente inertes frente a dióxido de silicio se ha descrito por ejemplo en los documentos US-A-2.093.454, US-A-3.977.993 así como el documento JP-A-53/025 295.

Las partículas de aerogel pueden usarse en distribución monomodal, bimodal o multimodal.

5 En una forma de realización preferente, las partículas de aerogel presentan grupos de superficie hidrófobos. Los grupos adecuados para la hidrofobización permanente son por ejemplo grupos sililo trisustituídos de fórmula general  $-\text{Si}(\text{R})_3$ , preferentemente grupos trialquilo y/o triarilsililo, siendo cada R independientemente un resto orgánico no reactivo tal como alquilo  $\text{C}_1\text{-C}_{18}$  o arilo  $\text{C}_6\text{-C}_{14}$ , preferentemente alquilo  $\text{C}_1\text{-C}_6$  o fenilo, en particular metilo, etilo, ciclohexilo o fenilo, que puede estar sustituido adicionalmente aún con grupos funcionales. Es especialmente ventajoso para la hidrofobización permanente del aerogel el uso de grupos trimetilsililo. La introducción de estos grupos puede realizarse mediante reacción en fase gaseosa entre el aerogel y por ejemplo un derivado de trialquilsilano activado, tal como por ejemplo un clorotrialquilsilano o un hexaalquildisilazano.

10 Funcionalización de los aerogeles

Los aerogeles pueden fijarse en la espuma. La fijación de los aerogeles en la espuma de resina de melamina puede fomentarse mediante introducción de grupos reactivos en la nanoestructura o mediante introducción de cantidades más bajas de aglutinantes.

15 Para la funcionalización química de la nanoestructura son adecuados por ejemplo compuestos químicos funcionalizados tales como alcoxisilanos, tales como por ejemplo 3-aminopropiltrietoxisilano o 3-aminopropilmetoxisilano. Estos grupos reactivos se unen en la primera etapa a través de la unidad de silano al aerogel y en la 2ª etapa permite el grupo amino una unión química a los grupos reactivos que permanecen sobre la superficie de la espuma de resina de melamina.

20 Los sistemas adecuados para la funcionalización se han descrito muy detalladamente en el documento WO 2005103107 A1, página 9, línea 18 a página 15, línea 4, y están contenidos de manera expresa en esta solicitud.

25 Como aglutinante son adecuadas sustancias poliméricas, por ejemplo resinas de melamina-formaldehído. El experto conoce resinas de poliuretano, resinas de poliéster o resinas epoxídicas adecuadas. Tales resinas pueden encontrarse por ejemplo en Encyclopedia of Polymer Science und Technology (Wiley) en los siguientes capítulos: a) Polyesters, unsaturated: 3ª edición, vol. 11, 2004, pág. 41-64; b) Polyurethanes: 3ª edición, vol. 4, 2003, pág. 26-72 y c) Epoxy resins: 3ª edición, vol. 9, 2004, pág. 678-804. Además se encuentran en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry (Wiley) los siguientes capítulos: a) Polyester resins, unsaturated: 6ª edición, vol. 28, 2003, pág. 65-74; b) Polyurethanes: 6ª edición, vol. 28, 2003, pág. 667-722 y c) Epoxy resins: 6ª edición, vol. 12, 2003, pág. 285-303. Además pueden usarse polímeros con funcionalidad amino o hidroxilo, en particular una polivinilamina o un poli(alcohol vinílico). Ciertos ejemplos a base de resina de melamina y fenólica así como acrilamida se han descrito en los documentos EP 0451535B1 y DE 19649796A1.

30 Los aerogeles o aerosiles pueden impregnarse con los coadyuvantes de adhesión antes de la etapa de impregnación o directamente en la estructura de espuma.

35 Las partículas de aerogel pueden usarse en distribución monomodal, bimodal o multimodal. En la preparación del material se producen partículas con distintos tamaños. El diámetro de partícula puede variar de 0,1  $\mu\text{m}$  hasta 100 mm. Las partículas pueden dividirse según el tamaño mediante tamices con distintos tamaños de poro. Así pueden separarse las partículas en las denominadas fracciones de tamiz. Se prefieren especialmente partículas con un diámetro de hasta 10 mm.

Un aerogel especialmente preferente es el Aerogel® TLD 302 comercializado por la empresa Cabot Cooperation (Boston, EE.UU.) a base de  $\text{SiO}_2$  con las siguientes propiedades conforme a las indicaciones del productor:

40	Conductividad térmica:	de 9 a 20 mW/m*K
	Porosidad:	> 90 %
	Densidad aparente	65 - 85 kg/m <sup>3</sup>
	Densidad de partículas	120 - 180 kg/m <sup>3</sup>
	Diámetro de poros:	de 10 a 40 nm
45	Superficie: aproximadamente	600 - 800 m <sup>2</sup> /g
	Diámetro de partículas:	de 7 $\mu\text{m}$ a 4 mm ( $d_{50}$ )
	Propiedad de superficie:	hidrófoba
	Opacidad:	translúcido

50 Un material compuesto especialmente preferente está caracterizado porque el prepolímero puede obtenerse mediante reacción a) de un isocianato, preferentemente diisocianato, con b) al menos un polioliol, dado el caso c) en presencia de un coadyuvante de emulsión o tensioactivo.

En una forma de realización especialmente preferente, el prepolímero puede obtenerse mediante reacción de respectivamente al menos

a) un isocianato, en particular diisocianato, en particular con

b1) un poliol B1, mediante el cual el prepolímero puede emulsionarse en agua sin tensioactivo o coadyuvante de emulsificación, o

5 b2) con un poliol B2, mediante el cual el prepolímero no puede emulsionarse en agua sin tensioactivo o coadyuvante de emulsificación, emulsionándose el prepolímero con un tensioactivo o coadyuvante de emulsificación, o

b3) con una mezcla de un poliol B1 y B2, preferentemente en una proporción en peso de 5 con respecto a 95 a 95 con respecto a 5, en particular con una cantidad B1, mediante la cual puede emulsionarse el prepolímero en agua.

10 En una forma de realización preferente, el poliol B1 es un polietilenglicol, en particular con un peso molecular de 200 g/mol a 6.000 g/mol, y/o un alquilpolietilenglicol con un peso molecular de 200 g/mol a 2000 g/mol.

En otra forma de realización especialmente preferente es el poliol B2 un polipropilenglicol, un producto de adición de un óxido de alquileo, en particular óxido de propileno a un alcohol polihidroxilado, en particular 1,2-propanodiol y glicerina, un producto de adición de un óxido de alquileo, en particular óxido de propileno, a al menos un iniciador con una funcionalidad Fn de 2 a 8 o un glicérido de un ácido graso que contiene grupos hidroxilo o una composición que contiene esencialmente un glicérido de este tipo, tal como en particular aceite de ricino.

15

En una forma de realización preferente se usan como coadyuvantes de emulsión, o tensioactivos, las siguientes sustancias: poliglicósidos, ésteres de alcohol graso, polisiloxanos, en particular polisiloxanos modificados con grupos poliéter, así como tensioactivos y/o aditivos sin silicona que contienen grupos iónicos tales como carboxilatos, fosfatos y sulfatos. Por ejemplo se mencionan en este caso los tensioactivos comercializados por BASF S.E. (Ludwigshafen, Alemania), que se comercializan con los nombres comerciales: Lutensol<sup>®</sup>, Plurafac<sup>®</sup>, Pluronic<sup>®</sup>, Emulan<sup>®</sup>, Emulphor<sup>®</sup> y Lutensit<sup>®</sup>.

20

#### Componentes reactivos adicionales

En una forma de realización de la invención pueden usarse en la reacción de los grupos isocianato con los grupos reactivos con isocianato agentes de alargamiento de cadena y/o agentes reticuladores en sí conocidos. Como agentes de alargamiento de cadena pueden usarse por ejemplo dioles, preferentemente con un peso molecular de 60 g/mol a 490 g/mol, en particular butanodiol. En una forma de realización preferente se realiza la reacción del isocianato con el compuesto reactivo con isocianato en presencia de un ácido o de un compuesto que disocia ácido, en particular biscloroformiato de diglicol (DIBIS). Además puede catalizarse la reacción mediante catalizadores en sí conocidos que sin embargo no son necesarios por regla general en caso de isocianatos aromáticos. En una realización se usa vidrio soluble y/o un sol de sílice. Debido a sus propiedades básicas, el vidrio soluble tiene un acción catalítica.

25  
30

#### Aditivos

El material compuesto puede contener en cantidades eficaces otros aditivos tales como por ejemplo colorantes, pigmentos, cargas, agentes ignífugos, sinergistas para agentes ignífugos, agentes antiestáticos, estabilizadores, ablandadores, agentes expansores, tensioactivos (por ejemplo siliconas) y agentes opacificantes IR.

35

Para la reducción del aporte de radiación a la conductividad térmica puede contener el material compuesto agentes opacificantes IR tales como por ejemplo hollín, grafito expansivo, dióxido de titanio, óxidos de hierro u óxido de zirconio así como mezclas de los mismos, lo que es especialmente ventajoso para aplicaciones a altas temperaturas.

40

Con respecto a la formación de grietas y resistencia a la rotura puede ser además ventajoso cuando están contenidas fibras en el material compuesto. Como material de fibra pueden usarse fibras orgánicas tales como por ejemplo celulosa, ésteres de celulosa, poliacrilonitrilos y copolímeros de los mismos, así como poliacrilonitrilo, fibras de polipropileno, de poliéster, de nailon o de melamina-formaldehído y/o fibras inorgánicas, tales como por ejemplo fibras de vidrio, minerales así como fibras de SiC y/o fibras de carbono.

45

La categoría de inflamación del material compuesto obtenido tras el secado se determina mediante la categoría de inflamación del aerogel y del aglutinante inorgánico así como dado el caso la del material de fibra. Para obtener una categoría de inflamación a ser posible favorable del material compuesto (de difícil inflamación o incombustible), deberían estar compuestas las fibras de material no combustible, por ejemplo fibras minerales, de vidrio o de SiC.

50

Para evitar un aumento de la conductividad térmica mediante las fibras añadidas,

a) debería ascender la proporción de volumen de las fibras a del 0,1 % al 30 %, preferentemente del 1 % al 10 %, y

b) debería ser la conductividad térmica del material de fibra preferentemente < 1 W/m\*K.

Mediante la elección adecuada del material y/o el diámetro de fibra puede reducirse el aporte de radiación a la conductividad térmica y puede conseguirse una resistencia mecánica mayor. Para ello debería encontrarse el diámetro de fibra preferentemente en el intervalo de 0,1  $\mu\text{m}$  a 30  $\mu\text{m}$ .

5 El aporte de radiación a la conductividad térmica puede reducirse especialmente cuando se usan fibras de carbono o fibras que contienen carbono.

La resistencia mecánica puede verse influida además por la longitud y la distribución de las fibras en el material compuesto. Preferentemente se usan fibras cuya longitud se encuentra entre 0,5 y 10 cm. Para cuerpos moldeados en forma de placa pueden usarse también tejidos de fibras.

10 Además, el material compuesto puede contener aditivos que se usan para su preparación, o se producen durante la preparación, así por ejemplo agentes de deslizamiento para la compresión, tales como estearato de cinc, o los productos de reacción de agentes aceleradores del curado ácidos o de disociación de ácido en el caso del uso de resinas.

15 La categoría de inflamación del material compuesto se determina mediante la categoría de inflamación del aerogel, de las fibras y del aglutinante así como de otras sustancias dado el caso contenidas. Para obtener una categoría de inflamación lo más favorable posible del material compuesto, debían usarse preferentemente tipos de fibra no inflamables, tales como por ejemplo fibras de vidrio o minerales, o tipos de fibra de difícil inflamación tales como por ejemplo TREVIRA C<sup>®</sup> o fibras de resina de melamina, aerogeles de base inorgánica, de manera especialmente preferente a base de SiO<sub>2</sub>, y aglutinantes de difícil inflamación tales como por ejemplo aglutinantes inorgánicos o resinas de urea y de melamina-formaldehído, adhesivos de resina de silicona, resinas de poliimida y polibencimidazol.

20 Además, el material compuesto puede contener agentes ignífugos como aditivo, tales como por ejemplo polifosfato de amonio (APP), trihidróxido de aluminio u otros agentes ignífugos adecuados que son conocidos por el experto.

#### Procesamiento

25 Si se usa el material en forma de estructuras planas, tales como por ejemplo placas o esteras, puede revestirse por laminación en al menos un lado con al menos una capa de cubierta para mejorar las propiedades de la superficie, así por ejemplo para elevar la robustez, para configurar ésta como barrera al vapor o protegerla frente a la ligera capacidad de ensuciamiento. Las capas de cubierta pueden mejorar también la estabilidad mecánica de la pieza moldeada de material compuesto. Mediante un revestimiento con capas de cubierta puede impedirse en particular también que las placas o esteras obtenidas sean polvorientas, lo que podría influir negativamente en la adherencia en por ejemplo elementos de fachada. Si se usan capas de revestimiento en las dos superficies, entonces éstas pueden ser iguales o distintas.

30 Como capas de cubierta son adecuados todos los materiales conocidos por el experto. Éstos pueden ser no porosos y actuar con ello como barrera al vapor, tales como por ejemplo láminas de plástico, preferentemente láminas metálicas o láminas de plástico metalizadas que reflejan la radiación térmica. Sin embargo pueden usarse también capas de cubierta porosas que permiten una introducción de aire en el material y se mezclaron con ello conducen a un mejor aislamiento acústico, tales como por ejemplo láminas porosas, papeles, tejidos o materiales textiles no tejidos.

35 La superficie del material compuesto puede revestirse también con un material para reducir la inflamabilidad, por ejemplo con una capa de intumescencia.

40 Además, una capa aplicada puede mejorar la adherencia a otros sustratos, tales como por ejemplo hormigón. La absorción de humedad puede reducirse mediante la aplicación de una capa adecuada. Una capa de este tipo puede estar constituida también por un sistema reactivo, tales como por ejemplo resinas epoxídicas o poliuretanos que pueden aplicarse dado el caso mediante pulverización, racleado, vertido o extensión entre otros.

45 Las capas de cubierta pueden estar constituidas incluso también por varias capas. Las capas de cubierta pueden estar fijadas con el aglutinante, mediante el cual están unidas las fibras y las partículas de aerogel entre sí y una con otra, sin embargo puede usarse también otro adhesivo.

La superficie del material compuesto puede cerrarse o reforzarse también mediante introducción al menos de un material adecuado en una capa de superficie.

50 Como materiales son adecuados por ejemplo polímeros termoplásticos, tales como por ejemplo polimetileno y polipropileno, o resinas tales como por ejemplo resinas de melamina-formaldehído.

Los materiales compuestos de acuerdo con la invención presentan conductividades térmicas entre 10 mW/m<sup>2</sup>\*K y 100 mW/m<sup>2</sup>\*K, preferentemente en el intervalo de 10 mW/m<sup>2</sup>\*K a 50 mW/m<sup>2</sup>\*K, de manera especialmente preferente en el intervalo de 13 mW/m<sup>2</sup>\*K a 30 mW/m<sup>2</sup>\*K.

Uso

Los materiales compuestos de acuerdo con la invención pueden usarse debido a sus excelentes propiedades mecánicas (por ejemplo elevada resistencia a la rotura) y propiedades de aislamiento térmico (en general pueden conseguirse conductividades térmicas inferiores a 0,025 W/m\*K) en los más diversos campos.

- 5 Ciertos ejemplos de ello son el aislamiento térmico de edificios, calderas de calefacción, aparatos de refrigeración, hornos (véase el documento EP-A-0 475 285), tubos de calefacción, conductos de calefacción a distancia, depósitos para gas licuado, acumuladores de calor nocturno así como aislamientos de vacío de aparatos técnicos de los más distintos tipos.

- 10 En particular, los materiales compuestos de acuerdo con la invención son adecuados para el aislamiento interior para conseguir un patrón de baja energía, para el aislamiento exterior, dado el caso en combinación con adhesivos cementosos e inorgánicos, así como parte de una combinación de enlucido de base, mortero de refuerzo y enlucido acabador, para el aislamiento de techos, así como en aplicaciones técnicas en frigoríficos, cajas de transporte, componentes tipo sándwich, aislamientos de tubo y espumas técnicas.

Ejemplos

- 15 En los ejemplos y ejemplos comparativos se usaron los siguientes componentes:

Tabla 1

Denominación común	Composición
Isocianato 1	Lupranat <sup>®</sup> M 50 de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania, MDI polimérico de funcionalidad superior y una viscosidad de 500 cP, NCO = 31,5 %
Isocianato 2	Lupranat <sup>®</sup> M 200 R de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania, MDI polimérico de funcionalidad superior y una viscosidad de 2000 cP, NCO = 31,0 %
Isocianato 3	Lupranat <sup>®</sup> M 20 de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania, producto libre de disolventes a base de 4,4'-difenilmetanodiisocianato (MDI) con oligómeros e isómeros de funcionalidad superior, NCO = 31,5 %
Isocianato 4	Basonat <sup>®</sup> LR 9056 de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania, isocianato polifuncional que puede emulsionarse en agua a base de HDI para la reticulación de dispersiones poliméricas, NCO= 18 %
Isocianato 5	Lupranat <sup>®</sup> MI de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania, mezcla de 2,4'-difenilmetano-diisocianato y 4,4'-difenilmetano-diisocianato (MDI), NCO = 33,5 %
Poliol 1	Polipropilenglicol con Mw = 2000 g/mol
Poliol 2	Pluriol <sup>®</sup> A500E de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania, metilpolietilenglicol, Mw = 500 g/mol
Poliol 3	Polietilenglicol con Mw = 600 g/mol
Poliol 4	Poliol preparado mediante adición de óxido de propileno a glicerina con Mw = 420 g/mol
Poliol 5	Poliol preparado mediante adición de óxido de propileno a glicerina con caperuza de óxido de etileno, índice de hidroxilo 35 mg de KOH/g
Poliol 6	Poliol preparado mediante adición de óxido de propileno a una mezcla de sacarosa, pentaeritritol y dietilenglicol, índice de hidroxilo 405 mg de KOH/g, funcionalidad 3,9
Poliol 7	Polipropilenglicol con Mw = 1000 g/mol
Poliol 8	Polioxipropilentriol con Mw = 1000 g/mol
Poliol 9	Aceite de ricino Rectapur de VWR International, índice de hidroxilo 179 mg de KOH/g
Estabilizador 1	Silbyk <sup>®</sup> 9204 de BYK-Chemie GmbH, Wesel, Alemania, polisiloxano modificado con poliéter
Estabilizador 2	1 mol de nonilfenol con 9 mol de óxido de etileno
Estabilizador 3	Dabco <sup>®</sup> DC 193, silicona de polisiloxano de Air Products GmbH, Hattingen, Alemania
Estabilizador 4	Tegostab <sup>®</sup> B 8404, polisiloxano modificado con poliéter de Evonik Goldschmidt GmbH, Essen, Alemania
Estabilizador 5	Dabco <sup>®</sup> LK443E (tensioactivo libre de silicona) de Air Products GmbH, Hattingen, Alemania

(continuación)

Denominación común	Composición
Catalizador 1	Jeffcat <sup>®</sup> ZR 70 de Huntsman Polyurethanes, Everberg, Bélgica, 2-(2-dimetilaminoetoxi)etanol
Catalizador 2	Dabco <sup>®</sup> 33 LV, diazabicyclooctano al 33 % en dipropilenglicol de Air Products GmbH, Hattingen, Alemania
Catalizador 3	Dabco <sup>®</sup> DMEA, dimetiletanolamina de Air Products GmbH, Hattingen, Alemania
Catalizador 4	Dabco <sup>®</sup> BL 11, bis(dimetilamino-etil)éter al 70 % en dipropilenglicol de Air Products GmbH, Hattingen, Alemania
Catalizador 5	N,N-Dimetilciclohexilamina de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania
Catalizador 6	Lupragen <sup>®</sup> N600, N,N',N"-trisdimetilaminopropilhexahidrotiazina de BASF SE, Ludwigshafen, Alemania
Vidrio soluble	Vidrio soluble de Na módulo 2,6-3,2, contenido en sólidos del 43,5 % de van Baerle AG, Münchenstein, Suiza
Aerogel	Cabot Nanogel <sup>®</sup> TLD 302 ácido silícico amorfo con un diámetro de partícula de 1,2 mm a 4 mm, un diámetro de poro de aproximadamente 20 nm y una porosidad > 90

**Ejemplo 1:**

5 En un matraz de vidrio de 1 l equipado con un agitador se calentaron 289,5 g de isocianato 1 con agitación constante hasta 60 °C y se mezclaron con 0,05 g de bis-cloroformiato de diglicol (DIBIS). A continuación se dosificó lentamente una mezcla de 195,5 g de polioliol 1 y 15 g de polioliol 2. La temperatura se mantuvo constante durante 4 h a 80 °C. Se obtuvieron 500 g de un prepolímero transparente con un contenido en NCO del 16 %. Se mezclaron mediante agitación 160 g del prepolímero de isocianato con 160 g de agua para obtener una emulsión homogénea, lechosa, muy fluida. Esta emulsión se mezcló mediante agitación con un agitador de paletas con 80 g de aerogel. La masa así obtenida se añadió a un molde de metal calentado hasta 50 °C que estaba cubierto con una lámina de polietileno delgada. El molde tiene las dimensiones 20 cm x 20 cm x 2 cm y una cubierta móvil con la que puede cerrarse. Con el cierre de la cubierta se sacó mediante presión la emulsión en exceso. Tras una hora se extrajo el material compuesto del molde y se almacenó durante la noche a 60 °C en una estufa. En el transcurso posterior se secó la placa hasta obtener una masa constante a 80 °C. En la placa se realizaron mediciones físicas cuyos resultados están resumidos en la tabla 2.

**Ejemplo 2:**

20 En un matraz de vidrio de 1 l equipado con un agitador se calentaron 289,5 g de isocianato 2 con agitación constante hasta 60 °C y se mezclaron con 0,05 g de bis-cloroformiato de diglicol (DIBIS). A continuación se dosificó lentamente una mezcla de 195,5 g de polioliol 1 y 15 g de polioliol 2. La temperatura se mantuvo constante durante 4 h a 80 °C. Se obtuvieron 500 g de prepolímero ligeramente turbio con un contenido en NCO del 16 %. Se mezclaron mediante agitación 96 g del prepolímero de isocianato con 224 g de agua para obtener una emulsión homogénea, lechosa. Esta emulsión se mezcló mediante agitación con un agitador de paletas con 80 g de aerogel. La masa así obtenida se añadió a un molde de metal calentado hasta 50 °C que estaba cubierto con una lámina de polietileno delgada. El molde tiene las dimensiones 20 cm x 20 cm x 2 cm y una cubierta móvil con la que puede cerrarse. Con el cierre de la cubierta se sacó mediante presión la emulsión en exceso. Tras una hora se extrajo el material compuesto del molde y se almacenó durante la noche a 60 °C en una estufa. En el transcurso posterior se secó la placa hasta obtener una masa constante a 80 °C. En la placa se realizaron mediciones físicas cuyos resultados están resumidos en la tabla 2.

**Ejemplo 3:**

30 En un matraz de vidrio de 1 l equipado con un agitador se calentaron 293,8 g de isocianato 2 con agitación constante hasta 60 °C y se mezclaron con 0,05 g de bis-cloroformiato de diglicol (DIBIS). A continuación se dosificó lentamente una mezcla de 156,2 g de polioliol 1 y 50 g de polioliol 2. La temperatura se mantuvo constante durante 4 h a 80 °C. Se obtuvieron 500 g de un prepolímero transparente con un contenido en NCO del 16 %. Se mezclaron mediante agitación 22 g del prepolímero de isocianato con 22 g de agua para obtener una emulsión homogénea, lechosa. Esta emulsión se mezcló mediante agitación con un agitador de paletas con 88 g de aerogel. La masa así obtenida se añadió a un molde de metal calentado hasta 60 °C que estaba cubierto con una lámina de polietileno delgada. El molde tiene las dimensiones 20 cm x 20 cm x 2 cm y una cubierta desmontable con la que puede cerrarse. Tras una hora se extrajo el material compuesto del molde y se almacenó durante la noche a 60 °C en una estufa. En el transcurso posterior se secó la placa hasta obtener una masa constante a 80 °C. En la placa se

realizaron mediciones físicas cuyos resultados están resumidos en la tabla 2.

#### Ejemplo 4:

5 En un matraz de vidrio de 1 l equipado con un agitador se calentaron 293,8 g de isocianato 2 con agitación constante hasta 60 °C y se mezclaron con 0,05 g de bis-cloroformiato de diglicol (DIBIS). A continuación se dosificó lentamente una mezcla de 156,2 g de polioliol 1 y 50 g de polioliol 2. La temperatura se mantuvo constante durante 4 h a 80 °C. Se obtuvieron 500 g de un prepolímero transparente con un contenido en NCO del 16 %. Se mezclaron mediante agitación 25 g del prepolímero de isocianato con 75 g de agua para obtener una emulsión homogénea, lechosa. Esta emulsión se mezcló mediante agitación con un agitador de paletas con 100 g de aerogel. La masa así obtenida se añadió a un molde de metal calentado hasta 60 °C que estaba cubierto con una lámina de polietileno delgada. El molde tiene las dimensiones 20 cm x 20 cm x 2 cm y una cubierta desmontable con la que puede cerrarse. Tras una hora se extrajo el material compuesto del molde y se almacenó durante la noche a 60 °C en una estufa. En el transcurso posterior se secó la placa hasta obtener una masa constante a 80 °C. En la placa se realizaron mediciones físicas cuyos resultados están resumidos en la tabla 2.

#### Ejemplo 5:

15 En un matraz de vidrio de 3 l equipado con un agitador se calentaron 1520 g de isocianato 2 con agitación constante hasta 60 °C y se mezclaron con 0,1 g de bis-cloroformiato de diglicol (DIBIS). A continuación se dosificó lentamente una mezcla de 433 g de polioliol 3 y 47 g de polioliol 2. El prepolímero presentaba un contenido en NCO del 20,2 % y una viscosidad de 9370 mPas a 23 °C. Se mezclaron mediante agitación 96,3 g del prepolímero así obtenido durante 20 s a 900 rpm con 4,8 g de estabilizador 1. Se añadieron 300 g de agua y se agitó de nuevo durante 20 s a 900 rpm. Se añadieron 150 g de aerogel y se entremezclaron durante 2 min con una espátula. La masa se prensó en un molde, éste se cerró y se almacenó durante 70 min a 50 °C. La placa del material compuesto se sacó del molde y se secó durante 15 h a 50 °C. En la placa se realizaron mediciones físicas cuyos resultados están resumidos en la tabla 2.

#### Ejemplo 6:

25 Un prepolímero con un contenido en NCO del 13,9 % se preparó mediante la reacción de 226 g de isocianato 4 con 24 g de polioliol 3 en presencia de 45 mg de dilaurato de dibutilestaño. Se mezclaron mediante agitación 24,6 g del prepolímero así obtenido durante 20 s a 900 rpm con 1,4 g de estabilizador 1. Se mezclaron 78,5 g de agua con 3,5 g de vidrio soluble y 30 mg de catalizador 1 y se agitaron durante 5 min a 900 rpm. Los dos componentes así obtenidos se mezclaron entre sí durante 30 s a 900 rpm. Se añadieron 82 g de aerogel y se entremezclaron con una espátula. La masa se mezcló durante 30 s con un aparato agitador manual Braun Multimix M 830 Trio a aproximadamente 630 rpm y a continuación se prensó ligeramente en un molde abierto hacia arriba (23 cm x 23 cm) y se secó durante 16 h a 50 °C. En la placa se realizaron mediciones físicas cuyos resultados están resumidos en la tabla 2.

#### Ejemplo 7:

35 En un matraz de vidrio de 1 l equipado con un agitador se calentaron 934,5 g de isocianato 1 con agitación constante hasta 60 °C. A continuación se dosificaron lentamente 65,5 g de polioliol 8. El prepolímero tiene un contenido en NCO del 28 % y una viscosidad de 670 mPas a 25 °C.

40 Se mezclaron mediante agitación 79,84 g del prepolímero así obtenido con 7,97 g de estabilizador 1, 149,56 g de vidrio soluble y 206,52 g de agua durante 20 s con un aparato agitador manual Braun Multimix M 830 Trio a aproximadamente 900 rpm.

Se añadieron 133,79 g de aerogel y se mezclaron mediante agitación durante 1 min con un aparato agitador manual Braun Multimix M 830 Trio a aproximadamente 650 rpm. La masa se prensó en un molde, éste se cerró y se almacenó durante 70 min a 50 °C. La placa del material compuesto se sacó del molde y se secó durante 24 h a 50 °C. En la placa se realizaron mediciones físicas cuyos resultados están resumidos en la tabla 2.

#### Ejemplo 8:

Un prepolímero con un contenido en NCO del 23 % se preparó mediante la reacción de 820 g de isocianato 1 con 180 g de polioliol 9.

50 Se mezclaron mediante agitación 148,5 g del prepolímero así obtenido con 14,86 g de estabilizador 5 y 488,38 g de vidrio soluble 1 durante 20 s con un aparato agitador manual Braun Multimix M 830 Trio a aproximadamente 900 rpm.

Se añadieron 248,82 g de aerogel y se mezclaron mediante agitación durante 1 min con un aparato agitador manual Braun Multimix M 830 Trio a aproximadamente 650 rpm. La masa se prensó en un molde, éste se cerró y se almacenó durante 70 min a 50 °C. La placa del material compuesto se sacó del molde y se secó durante 24 h a 80 °C. En la placa se realizaron mediciones físicas cuyos resultados están resumidos en la tabla 2.

Tabla 2 La proporción en masa de aerogel se calculó como cociente de la masa del aerogel pesado en el molde y de la masa total del material compuesto seco.

	Unidad	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8
<b>Proporción en masa de aerogel</b>	%	54,0	51,0	82,0	82,0	n. m.	72,0	52,0	n. m.
<b>Peso volumétrico del núcleo</b>	kg/m <sup>3</sup>	186,7	208,7	131,6	149,5	132,0	116,0	200,3	180,0
<b>Tensión/resistencia a la presión con el 10 % de compresión</b>	N/mm <sup>2</sup>	0,145	0,278	n. m.					
<b>Módulo E</b>	N/mm <sup>2</sup>	2,41	5,14	n. m.					
<b>Tensión/resistencia a la flexión</b>	N/mm <sup>2</sup>	0,11	0,27	n. m.					
Deformación	mm	1,6	1,9	n. m.					
<b>Conductividad térmica</b>	mW/m*K	28,9	24,3	19,3	20,1	21,6	20,6	27,8	25,3
n. m. significa no medido									

### III. Ejemplos comparativos

#### 5 Ejemplo comparativo 1:

Para obtener el aerogel se añadieron distintos disolventes orgánicos (metanol, etanol, 2-propanol, acetona y hexano). Se observó siempre un llenado de las partículas con el respectivo disolvente. Lo mismo se observó cuando se añadieron polioles a base de óxido de propileno y óxido de etileno en distintas proporciones con distintas moléculas iniciadoras. Únicamente el agua, debido a la fuerte hidrofobicidad de las partículas, no pudo introducirse en éstas.

#### 10 Ejemplo comparativo 2:

Se mezclaron 148,4 g de polioliol 4 con 0,4 g de catalizador 2 y a continuación se mezclaron con agitación con una mezcla de 83,5 g de isocianato 5 y 55,7 g de isocianato 3 durante 1 min a 2000 rpm en una Speedmixer®. Éste sistema reactivo se mezcló con una espátula con 40 g de aerogel y se prensó en un molde calentado hasta 45 °C con las dimensiones 20 cm x 20 cm x 1 cm. Tras 30 min se desmoldó la placa aún blanda y se curó durante la noche a temperatura ambiente. Se obtuvo un material muy duro en el que las partículas de nanogel se llenaron con poliuretano, de modo que se obtuvo un material casi compacto con una densidad de aproximadamente 1000 g/l y una conductividad térmica que era demasiado grande para que se determinara con el procedimiento habitual para materiales espumados, en cualquier caso sin embargo por encima de 80 mW/m\*K.

#### 20 Ejemplo comparativo 3:

Se probó preparar un material compuesto de aerogel y un sistema reactivo de espuma dura de poliuretano típico de acuerdo con las variantes a) - c) indicadas a continuación, presentando el sistema reactivo de poliuretano la siguiente composición (datos en partes en peso):

Componente A:	polioliol 6:	61,4
	polioliol 7:	31,7
	estabilizador 4:	2,01
	agua:	4,77
	catalizador 4:	0,03
	catalizador 5:	0,10
	catalizador 6:	0,05
Componente B:	100 % de isocianato 3	
Proporción de mezcla:	100 partes en peso de A con respecto a 162 partes en peso de B	

Variante	Procedimiento
a)	Se llenó un molde con aerogel y a continuación con el sistema reactivo de poliuretano líquido anterior.
b)	El aerogel se añadió a un molde, en el que el sistema reactivo de poliuretano líquido anterior estaba a punto de formar espuma.
c)	Se mezcló el aerogel con el sistema reactivo de poliuretano líquido anterior y esta mezcla se añadió a continuación a un molde cerrado.

5 Se obtuvieron en todas las variantes a) a c) partículas de nanogel completamente no adheridas, apenas humedecidas con espuma, que estaban comprimidas por el poliuretano formador de espuma, sin embargo no estaban penetradas o en absoluto adheridas. Por consiguiente no se obtuvo en ninguno de estos casos un material compuesto aprovechable.

**Ejemplo comparativo 3 d):**

10 Una mezcla de 10,4 g de polioli 5; 3,2 g de polioli 6; 2,4 g de estabilizador 2; 3,2 g de agua; 0,16 g de estabilizador 3; 0,32 g de catalizador 3 y 0,046 g de catalizador 4 se mezcló con 19,2 g de isocianato 3 y se añadió a un molde con las dimensiones 20 cm x 20 cm x 4 cm, que estaba lleno hasta el borde con 128 g de aerogel. Tras 10 min se obtuvo una capa delgada de espuma de poliuretano de una densidad muy alta, que estaba apoyada de manera suelta sobre el nanogel, dado que ésta no pudo atravesar el nanogel. Sólo muy pocas partículas se adhirieron débilmente al poliuretano.

15 Los ejemplos comparativos muestran que la adherencia de la espuma de poliuretano al aerogel es demasiado baja para obtener un material compuesto. Si por el contrario se ponen en contacto los componentes de reacción orgánicos fluidos con el nanogel, entonces se llenan las partículas con ello, de manera que las propiedades especiales del nanogel con respecto a la densidad y la conductividad térmica se pierden.

Sorprendentemente, mediante el uso de emulsiones de prepolímeros en agua se impide la introducción de los componentes de poliuretano en las partículas de nanogel.

20

**REIVINDICACIONES**

1. Material compuesto que contiene un aglutinante y un aerogel o un aerosil, **caracterizado porque** el aglutinante es el producto de reacción de un prepolímero a base de poliuretano que puede emulsionarse en agua que presenta grupos isocianato libres, con un sistema acuoso, en particular agua.
- 5 2. Material compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el prepolímero puede obtenerse mediante reacción a) de un isocianato, preferentemente diisocianato, con b) al menos un poliol, dado el caso c) en presencia de un coadyuvante de emulsificación o un tensioactivo.
3. Material compuesto según la reivindicación 2, **caracterizado porque** el prepolímero puede obtenerse mediante reacción de respectivamente al menos
- 10 a) un isocianato con
- b1) un poliol B1, mediante el cual puede emulsionarse en agua el prepolímero sin coadyuvante de emulsificación, o
- b2) con un poliol B2, mediante el cual no puede emulsionarse en agua el prepolímero sin tensioactivo o coadyuvante de emulsificación, emulsionándose el prepolímero con un tensioactivo o un coadyuvante de emulsificación, o
- 15 b3) con una mezcla de un poliol B1 y B2, preferentemente en una proporción en peso de 5 a 95 hasta 95 a 5, en particular con una cantidad de B1, mediante la cual puede emulsionarse el prepolímero en agua.
4. Material compuesto según al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el poliol es un polietilenglicol con un peso molecular (Mn) de 200 g/mol a 6.000 g/mol y/o un alquilpolietilenglicol con un peso molecular de 200 a 2000.
- 20 5. Material compuesto según al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el poliol es un polipropilenglicol o un polibutilenglicol, un producto de adición de un óxido de alquileo, en particular óxido de propileno u óxido de butileno, a un alcohol polihidroxilado, un producto de adición de un óxido de alquileo, en particular óxido de propileno, a un iniciador con Fn de 2-8, o un glicérido de un ácido graso que contiene grupos hidroxilo.
- 25 6. Material compuesto según la reivindicación 2, **caracterizado porque** como tensioactivo o coadyuvante de emulsificación se usan: un siloxano modificado con poliéter, o un tensioactivo libre de silicona.
7. Material compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el isocianato es un isocianato aromático, en particular MDI o un MDI polimérico.
- 30 8. Material compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el isocianato es un isocianato alifático, en particular HDI o un HDI polimérico.
9. Material compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** como compuesto reactivo con isocianato se usa una mezcla de al menos un polialquilenglicol y un polialquilenglicol alcoxilado.
- 35 10. Material compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** las partículas son aerogeles de SiO<sub>2</sub> dado el caso modificados con manera orgánica.
11. Material compuesto de acuerdo con la reivindicación 10, **caracterizado porque** el aerogel está modificado de manera hidrófoba.
- 40 12. Material compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el material compuesto se encuentra en forma de una placa revestida o de un material textil no tejido revestido, y/o **porque** el material compuesto presenta una conductividad térmica de 13 mW/mK a 30 mW/mK, y/o **porque** la superficie del material compuesto esta revestida con un revestimiento y/o **porque** la superficie del material compuesto está revestida por laminación.
- 45 13. Composición para la preparación de un material compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, que contiene un aerogel o un aerosil, un prepolímero que contiene grupos isocianato y vidrio soluble.
14. Procedimiento para la preparación de un material compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** se mezcla un prepolímero que presenta grupos isocianato, con adición de agua, con un aerogel o un aerosil con reacción del prepolímero con el agua añadida.
- 50 15. Uso de un material compuesto de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones anteriores para el aislamiento térmico o acústico.