

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 631 705**

51 Int. Cl.:

**D01F 1/10** (2006.01)

**D01F 8/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.03.2014 PCT/EP2014/054257**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.09.2014 WO14135585**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.03.2014 E 14709602 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.05.2017 EP 2964816**

54 Título: **Fibras poliméricas que comprenden aerogel y método de producción**

30 Prioridad:

**08.03.2013 EP 13158320**

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

**04.09.2017**

73 Titular/es:

**GABRIEL A/S (100.0%)  
Hjulgagervej 55  
9000 Aalborg, DK**

72 Inventor/es:

**FRICKE, ANNA y  
FOJAN, PETER**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 631 705 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**

Fibras poliméricas que comprenden aerogel y método de producción

## 5 Campo técnico de la invención

La presente invención se refiere a fibras poliméricas. Más específicamente, la invención se refiere a fibras poliméricas que comprenden partículas de aerogel.

## 10 Antecedentes de la invención

Los aerogeles son un tipo de material sólido especial con poros a escala nanométrica. La porosidad suele ser un exceso del 90 %, en algunos casos alcanza el 99,9 %, y las densidades pueden ser tan bajas como  $3 \text{ kg/m}^3$ . Las propiedades inusuales de los aerogeles permiten su idoneidad para muchas aplicaciones en los campos comerciales y de alta tecnología, tales como la gestión de residuos (absorción de gas, confinamiento de residuos radiactivos), aislamiento térmico (criogénico a altas temperaturas), revestimientos aislantes, experimentos con láser, sensores (ultrasónicos y de gas), detección de partículas nucleares (Cherenkov), guías ópticas y de luz, dispositivos electrónicos, condensadores, investigación de fuertes explosivos y catalizadores.

15 Como ejemplo, su conductividad térmica ( $0.014 \text{ W/m K}$  a temperatura ambiente) es la más baja de cualquier sólido, y también tienen una buena transparencia. Además, las propiedades acústicas de los aerogeles los hacen aisladores eficaces contra el ruido, y los aerogeles tienen el índice de refracción y la constante dieléctrica de todos los materiales sólidos más bajos.

20 No obstante, el aerogel es vulnerable a la humedad y a la resistencia a la tracción, y podría estropearse rápidamente, si el agua o vapor de agua entra en contacto con el material.

Un grupo de investigación de la Universidad de Akron ha reforzado un aerogel mediante la incorporación de una fibra en el bloque del aerogel, y mejoran de este modo las propiedades elásticas. La empresa estadounidense Aspen comercializa diversos productos con aerogel en una matriz polimérica con el nombre de Space Loft, pero estos sufren la debilidad de que la unión del aerogel es débil, y así el material pierde sus propiedades con el tiempo cuando el aerogel se libera a través del impacto físico.

El documento KR20120082857 desvela un método de fabricación de una lámina que contiene polímeros hidrófobos y un gel seco de un vidrio soluble modificado con una superficie de organosilano. El proceso está limitado a un gel seco de vidrio soluble y polímeros hidrófobos.

35 El vidrio soluble se reticula con un alcohol, y, posteriormente, se modifica hidrófobamente con un organosilano, tal como trimetilclorosilano. El gel de sílice hidrofóticamente modificado producido se disuelve en un disolvente orgánico aprótico y se mezcla con un polímero hidrófobo para formar una solución de electrohilado. La solución de electrohilado se electrohila para formar una fibra. La fibra formada comprende un componente polimérico hidrófobo y un componente poroso del gel de sílice hidrofóticamente modificado. El componente poroso del gel de sílice hidrófobamente modificado se forma por separación de fases causada por la rápida evaporación del disolvente en el gel de sílice hidrofóticamente modificado. Dicha estructura se conoce como xerogel. Este proceso da como resultado una retracción considerable de la textura porosa cuyo gel de sílice hidrofóticamente modificado tenía en la etapa húmeda.

## 45 Sumario de la invención

Por lo tanto, un objeto de la presente invención es estabilizar un aerogel para que sea adecuado para muchas aplicaciones en los campos comerciales y de alta tecnología.

50 Un objeto específico de la presente invención es producir un material que comprende aerogel, que puede resistir la tensión mecánica, y al mismo tiempo proteger al aerogel de las condiciones climáticas.

Los objetos anteriores se resuelven mediante el uso de una fibra compuesta, en la que la partícula de aerogel está encapsulada por una matriz polimérica. Ya que la partícula de aerogel retiene su estructura en la fibra compuesta, las buenas propiedades de aislamiento se transfieren a la fibra compuesta. El componente/matriz de polímero contribuye con las propiedades mecánicas. El material está diseñado de manera tal que la partícula de aerogel está completamente encapsulada por la matriz polimérica. Esta encapsulación contribuye a la protección contra las condiciones climáticas. Este efecto no se logra en el documento KR20120082857, en el que el proceso resulta en una fibra compuesta con una textura porosa degradada del gel de sílice hidrofóticamente modificado en comparación con la textura que tenía en la etapa húmeda. Además, el proceso no asegura que el gel de sílice hidrofóticamente modificado esté completamente cubierto por la matriz polimérica cuando se procesa en una fibra compuesta. Este problema se resuelve por la presente invención mediante la formación de una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel.

65

Un aspecto de la invención se refiere a una fibra compuesta que comprende uno o más polímeros y partículas de aerogel, en el que las partículas de aerogel se encapsulan por uno o más polímeros, y en el que las partículas de aerogel se posicionan a lo largo de al menos una parte de dicha fibra compuesta; en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

Un segundo aspecto de la invención se refiere a un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura polimérica y un núcleo de partículas de aerogel; en el que el tamaño de partículas del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

Un tercer aspecto de la invención se refiere a un método de producción de un dopante de electrohilado que comprende las etapas de:

- mezcla de partículas de aerogel y uno o más polímeros;
- adición de uno o más disolventes a dicha mezcla para formar una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel en dicho(s) disolvente(s); en el que el tamaño de partículas del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

Un cuarto aspecto de la invención se refiere a un método de producción de una fibra compuesta, que comprende las etapas de:

- proporcionar un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel,
- someter dicho dopante de electrohilado a una etapa de hilado para obtener una fibra; en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

Un quinto aspecto de la invención se refiere a una fibra compuesta preparada por un proceso que comprende las etapas de:

- mezcla de partículas de aerogel y uno o más polímeros;
- adición de uno o más disolventes a dicha mezcla para formar un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel; y
- someter dicho dopante de electrohilado a una etapa de hilado para obtener una fibra; en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

Una fibra compuesta según la presente invención puede procesarse en un material, p. ej., como un material no tejido.

#### Breve descripción de las figuras

La Figura 1 muestra una muestra n.º 1 (Tabla 2) bajo microscopía a una ampliación de 10. Se puede apreciar que las micelas se forman con partícula(s) de aerogel como núcleo y polímero como envoltura,

La Figura 2 muestra una muestra n.º 3 (Tabla 2) bajo microscopía a una ampliación de 10. Se puede apreciar que las micelas se forman con partícula(s) de aerogel como núcleo y polímero como envoltura,

La Figura 3 muestra una muestra n.º 4 (Tabla 2) bajo microscopía a una ampliación de 10. Se muestran varias fibras compuestas, en las que la(s) partícula(s) de aerogel está(n) encapsuladas por el polímero,

La Figura 4 muestra una muestra n.º 10 (Tabla 2) bajo microscopía a una ampliación de 10. Se muestran varias fibras compuestas, en las que la(s) partícula(s) de aerogel está(n) encapsuladas por el polímero,

La Figura 5 muestra una muestra n.º 11 (Tabla 2) bajo microscopía a una ampliación de 10. Se muestran varias fibras compuestas, en las que la(s) partícula(s) de aerogel está(n) encapsuladas por el polímero, y en las que la fibra se estrecha entre los segmentos en los(el) que se encapsula(n) la(s) partícula(s) de aerogel,

La Figura 6 muestra una muestra n.º 12 (Tabla 2) bajo microscopía a una ampliación de 10. Se muestran varias fibras compuestas, en las que la(s) partícula(s) de aerogel está(n) encapsuladas por el polímero, y en las que la fibra se estrecha entre los segmentos en los(el) que se encapsula(n) la(s) partícula(s) de aerogel,

La Figura 7 muestra una muestra n.º 13 (Tabla 2), electrohilada a 0,25 ml/h, visualizada con MEE,

La Figura 8 muestra una muestra n.º 13 (Tabla 2), electrohilada a 0,50 ml/h, visualizada con MEE,

La Figura 9 muestra una muestra n.º 13 (Tabla 2), electrohilada a 1,25 ml/h, visualizada con MEE, y

5 La Figura 10 muestra una muestra n.º 13 (Tabla 2), electrohilada a 1,50 ml/h, visualizada con MEE. La morfología de la fibra es uniforme y forma una red. Las fibras compuestas están por debajo de 100 µm de diámetro.

Descripción detallada de la invención

10 Un objeto de la presente invención es estabilizar un aerogel para que sea adecuado para muchas aplicaciones en los campos comerciales y de alta tecnología.

15 Un objeto específico de la presente invención es producir un material de aislamiento que comprenda partículas de aerogel, que puedan soportar la tensión mecánica, y al mismo tiempo proteger las partículas de aerogel de las condiciones climáticas.

20 Los objetos anteriores se resuelven mediante el uso de una fibra compuesta, en la que la(s) partícula(s) de aerogel está(n) encapsuladas por una matriz polimérica, como un material de producción de productos adecuados para campos comerciales y de alta tecnología. Dicho producto podría ser, p. ej., un material de aislamiento.

25 En el presente contexto, una encapsulación de la partícula de aerogel se ha de entender como la capa de matriz polimérica que se dispone alrededor de la partícula de aerogel, evitando de este modo que la partícula de aerogel esté en contacto con el entorno.

30 En la presente invención, el término "fibra" se refiere a una unidad de materia que se caracteriza por una elevada relación de longitud a anchura. Preferentemente, la fibra se puede hilar en el hilo o fabricarse por medios de entrelazado (trenzado), puntada ciega (fabricación de géneros de punto), o de entretejido (unión). En la presente invención, el término "aerogel" se refiere a una espuma sólida de celdas abiertas mesoporosa que se compone de una red de nanoestructuras interconectadas y que presentan una porosidad (volumen no sólido) no inferior a 50 %. El término "mesoporoso" se refiere a un material que contiene poros que oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

35 El término aerogel no se refiere a una sustancia particular, sino más bien a una geometría cuya sustancia puede asumir. Los aerogeles pueden estar fabricados de una amplia variedad de sustancias, incluyendo: sílice, óxidos metálicos de transición (por ejemplo, óxido de hierro), óxidos metálicos de elementos lantánidos y actínidos (por ejemplo, óxido de praseodimio), óxidos metálicos de los principales grupos (por ejemplo, óxido de estaño), polímeros orgánicos (tales como resorcinol-formaldehído, fenol-formaldehído, poliacrilatos, poliestirenos, poliuretanos y resinas epoxídicas), polímeros biológicos (tales como gelatina, pectina, y agar-agar), nanoestructuras semiconductoras (tales como puntos cuánticos de seleniuro de cadmio), carbono, nanotubos de carbono, y metales (tales como cobre y oro). Normalmente, un aerogel se fabrica utilizando la química de sol-gel para formar un gel de elevada porosidad llenado con disolvente. El gel se seca a continuación por eliminación del disolvente sin colapsar la fase sólida tenue a través de un proceso llamado secado supercrítico. Otros procesos de producción de aerogeles se han desarrollado para reducir los costos de producción. El aerogel se proporciona como partículas de tamaño variable, y los inventores han utilizado un aerogel (basado en sílice y en forma de polvo) suministrado por Svenska Aerogel. El polvo tiene una distribución de partículas monodispersa con un tamaño máximo de 80 µm, y un tamaño máximo de partículas de 100 µm. En el presente contexto, el término "polvo" ha de entenderse como un sólido a granel seco compuesto de un gran número de partículas muy finas que pueden fluir libremente cuando se agitan o inclinan.

40 En el presente contexto el término "partícula" se ha de entender como un objeto pequeño localizado al que se le puede atribuir varias propiedades físicas o químicas, tales como volumen o masa. La presente invención no está limitada a cualquier tamaño de partículas específico, que puede variar de 0,1 micrómetros (µm) a varios mm. En una realización, el tamaño de partículas del aerogel está dentro del intervalo de 0,1-5.000 µm, tal como dentro del intervalo de 0,5-4.000 µm, p. ej., dentro del intervalo de 1-3.000 µm, tal como dentro del intervalo de 2-2.000 µm, p. ej., dentro del intervalo de 5-1.000 µm, tal como dentro del intervalo de 10-950 µm, p. ej., dentro del intervalo de 20-900 µm, tal como dentro del intervalo de 30-800 µm, p. ej., dentro del intervalo de 40-750 µm, tal como dentro del intervalo de 50-700 µm, p. ej., dentro del intervalo de 60-650 µm, tal como dentro del intervalo de 70-600 µm, p. ej., dentro del intervalo de 80-550 µm, tal como dentro del intervalo de 90-500 µm, p. ej., dentro del intervalo de 100-450 µm.

45 En otra realización, el tamaño de partículas del aerogel es inferior a 200 µm. Esto puede ser una ventaja cuando la fibra compuesta se utiliza como un material de aislamiento con el fin de evitar que el aire fluya a través de la fibra.

50 Por tanto, un aspecto de la invención se refiere a una fibra compuesta que comprende uno o más polímeros y un aerogel, en el que el aerogel está encapsulado por uno o más polímeros, y en el que el aerogel está posicionado a lo largo de al menos una parte de dicha fibra compuesta; en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en

el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

5 Otro aspecto de la invención se refiere a una fibra compuesta que comprende uno o más polímeros y partículas de aerogel, en el que las partículas de aerogel están encapsuladas por uno o más polímeros, y en el que las partículas de aerogel se posicionan a lo largo de al menos una parte de dicha fibra compuesta; en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

10 Para evitar que el aerogel se colapse durante el procesamiento de una fibra de este tipo, los inventores prepararon un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de aerogel. Preferentemente, el aerogel se encuentra en forma de una partícula.

15 En la presente invención, la expresión "micela polimérica" se refiere a un agregado esférico bien definido, que tiene un núcleo y una envoltura.

Los inventores de la presente invención han preparado un nuevo tipo de micela polimérica, en la que la envoltura es de polímero, y el núcleo es de aerogel.

20 Un segundo aspecto de la invención se refiere a un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de aerogel; en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

25 Otro aspecto de la invención se refiere a un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel; en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

30 Una micela se consiguió utilizando el disolvente correcto para forzar el(los) polímero(s) al autoensamblado alrededor de la partícula de aerogel. Dependiendo del tipo de aerogel y polímero(s), la elección del disolvente puede variar. Al utilizar el tipo de disolvente como la fuerza motriz, no es necesario conectar el polímero con el aerogel mediante unión covalente.

35 En una realización de la invención, el(los) polímero(s) y aerogel no se conecta(n) mediante unión covalente.

En algunas realizaciones, los disolventes se seleccionan en base a su tendencia a inducir la formación de una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de aerogel.

40 Además, se argumenta que la atracción electrostática entre el(los) polímero(s) y la partícula de aerogel es sólo una fuerza motriz menor. Esto significa que la elección del disolvente puede forzar p. ej., a que un polímero hidrófobo forme una micela alrededor de una partícula de aerogel hidrófilo, tal como una partícula de aerogel de sílice.

45 En una realización de la presente invención, el aerogel es un aerogel de sílice, tal como una partícula de aerogel de sílice.

En otra realización de la presente invención, el(los) polímero(s) son homopolímero(s).

50 En la presente invención, el término "homopolímero" se refiere a un polímero que se forma a partir de un sólo tipo de monómero. Esto contrasta con un copolímero/heteropolímero, en el que el polímero contiene al menos dos monómeros diferentes.

En otra realización de la presente invención, el(los) polímero(s) son copolímeros de bloque.

55 Un tercer aspecto de la invención se refiere a un método para la producción de un dopante de electrohilado que comprende las etapas de:

- mezcla de aerogel y uno o más polímeros;
  - adición de uno o más disolventes a dicha mezcla para formar una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de aerogel en dicho(s) disolvente(s); en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.
- 60

Otro aspecto de la invención se refiere a un método para la producción de un dopante de electrohilado que comprende las etapas de:

- mezcla de partículas de aerogel y uno o más polímeros;
- 5 - adición de uno o más disolventes a dicha mezcla para formar una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel en dicho(s) disolvente(s); en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

10 El dopante de electrohilado se procesa entonces adicionalmente por una técnica de hilado de fibras, tal como hilado en húmedo, hilado en gel, o electrohilado.

15 Cuando el aerogel es un aerogel de sílice, se puede mejorar la combinación o la mezcla con el(los) polímero(s), cuando el(los) polímero(s) comprende(n) átomos aceptores de enlace de hidrógeno puede(n) formar interacciones de enlaces de hidrógeno con los grupos hidroxilo del aerogel de sílice.

En otra realización de la presente invención, el aerogel es un aerogel de sílice, y el polímero comprende átomos aceptores de enlace de hidrógeno.

20 Cuando se realiza una etapa de electrohilado, los disolventes del dopante de electrohilado deben ser volátiles. La temperatura de la etapa de electrohilado se realiza usualmente dentro del intervalo de temperatura ambiente a temperatura de fusión del polímero. También se pueden utilizar temperaturas más bajas que la temperatura ambiente. La presión utilizada es normalmente de aproximadamente 1 bar en estas condiciones, pero se puede reducir en el caso de un disolvente menos volátil para ayudar al proceso de evaporación.

25 Como se ha descrito previamente, los disolventes se seleccionan en base a su tendencia a inducir la formación de una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de aerogel. No obstante, la selección de los disolventes puede en algunas realizaciones limitarse a los disolventes que tienen una presión de vapor relativamente elevada, a fin de promover la estabilización de un chorro de electrohilado para crear una fibra a medida que el solvente se evapora. En las realizaciones que implican disolventes de punto de ebullición más alto, a menudo es deseable facilitar la evaporación del disolvente calentando el dopante de electrohilado, y opcionalmente el chorro de electrohilado en sí mismo, o por electrohilado de la presión atmosférica reducida. También se cree que la creación de un chorro estable que resulta en una fibra se ve facilitado por una baja tensión superficial de la mezcla de polímero/disolvente. La elección del disolvente puede ser guiada por esta consideración.

35 En una realización de la invención, el(los) disolvente(s) tiene(n) un punto de ebullición por debajo de 120 grados Celsius, tal como dentro del intervalo de 50-110 grados Celsius, p. ej., dentro del intervalo de 55-105 grados Celsius, tal como dentro del intervalo de 60-100 grados Celsius, p. ej., dentro del intervalo de 65-95 grados Celsius, tal como dentro del intervalo de 70-90 grados Celsius.

40 En otra realización, el(los) disolvente(s) se selecciona(n) entre el grupo que consiste en un alcohol que tiene un punto de ebullición por debajo de 120 grados Celsius, tal como dentro del intervalo de 50-110 grados Celsius, p. ej., dentro del intervalo de 55-105 grados Celsius, tal como dentro del intervalo de 60-100 grados Celsius, p. ej., dentro del intervalo de 65-95 grados Celsius, tal como dentro del intervalo de 70-90 grados Celsius.

45 En una realización específica, el alcohol se mezcla con agua.

Un cuarto aspecto de la invención se refiere a un método para la producción de una fibra compuesta, que comprende las etapas de:

- proporcionar un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de aerogel,
- someter dicho dopante de electrohilado a una etapa de hilado para obtener la fibra compuesta; en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

Otro aspecto de la invención se refiere a un método para la producción de una fibra de compuesta, que comprende las etapas de:

- 60 - proporcionar un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel,
- someter dicho dopante de electrohilado a una etapa de hilado para obtener la fibra compuesta; en el que el tamaño de partícula del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

65

Un quinto aspecto de la invención se refiere a una fibra compuesta preparada por un proceso que comprende las etapas de:

- 5 - mezcla de aerogel y uno o más polímeros;
- adición de uno o más disolventes a dicha mezcla para formar un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de aerogel; y
- someter dicho dopante de electrohilado a una etapa de hilado para obtener la fibra compuesta. Otro aspecto de la invención se refiere a una fibra compuesta preparada por un proceso que comprende las etapas de:
- 10 - mezcla de partículas de aerogel y uno o más polímeros;
- adición de uno o más disolventes a dicha mezcla para formar un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel; y
- someter dicho dopante de electrohilado a una etapa de hilado para obtener la fibra compuesta; en el que el tamaño de partículas de aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

15 Puesto que el aerogel retiene su estructura dentro de la fibra compuesta, las buenas propiedades de aislamiento se transfieren a la fibra compuesta. El componente/matriz de polímero contribuye con las propiedades mecánicas. El material está diseñado de manera tal que el aerogel está completamente encapsulado por la matriz polimérica. Esta encapsulación contribuye a la protección contra las condiciones climáticas. Una fibra compuesta según la presente invención se puede procesar entonces en un material de aislamiento, p. ej., como un material no tejido.

20 En la presente invención, la expresión "no tejido" se refiere a una lámina, banda o soporte de cocción manufacturado de fibras orientadas direccionalmente o al azar, unidas por fricción y/o cohesión y/o adhesión, excluyendo el papel y los productos que se tejen, hacen punto, borlan, se unen por puntos que incorporan hilos o filamentos de unión o se afieltran por molienda en húmedo, ya sea o no adicionalmente con agujas. Las fibras pueden ser de origen natural o fabricadas por el hombre. Pueden ser filamentos discontinuos o continuos o formarse *in situ*. En el presente contexto, al menos una parte de las fibras, son fibras de la presente invención.

30 Cabe señalar que las realizaciones y características descritas en el contexto de uno de los aspectos de la presente invención también se aplican a los otros aspectos de la invención.

La invención se describirá ahora con más detalles en los siguientes ejemplos no limitativos.

### 35 Ejemplos

#### Prueba de concepto

40 El objeto principal de este estudio era proporcionar una fibra compuesta con partículas de aerogel encapsuladas por polímero(s). Se logró la prueba de concepto, utilizando un aerogel (basado en sílice, y en forma de polvo) suministrado por Svenska Aerogel, y un poli(etilenglicol) con una longitud de cadena de 900 kDa obtenido de Sigma Aldrich. El polvo de aerogel tiene una distribución de partículas monodispersa con un tamaño máximo de 80  $\mu\text{m}$ , y un tamaño máximo de partículas de 100  $\mu\text{m}$ .

#### 45 Compatibilidad del polímero-aerogel

Se realizaron estudios preliminares de la compatibilidad entre el polímero y el aerogel. Un dopante de electrohilado se preparó añadiendo polvos de polímero y aerogel en un vaso de precipitados. Una cucharilla de polipropileno se utilizó para la mezcla, y después se mezclaron los dos polvos, se añadió etanol o terc-butanol con agitación o mezcla. Se observó por microscopía (Figuras 1 y 2) cuyas estructuras de polímero ordenadas se formaron alrededor de las partículas de aerogel, apreciadas como pequeñas líneas en las áreas poliméricas transparentes que se dirigen hacia el núcleo de las partículas de aerogel. Estas estructuras ordenadas son estructuras de equilibrio de energía, en las que el polímero se dispone de manera óptima alrededor de la partícula de aerogel para formar una micela polimérica.

55 Después de la formación del dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de aerogel, se añade agua gota a gota al mismo. Es importante que el agua se añada gradualmente para evitar que la mezcla no se separe en una fase acuosa y una fase de polímero.

60 El método descrito anteriormente se utiliza para mezclar 0,2 g, 1,5 g, 3 g, 4,5 g, 6 g y 12 g de muestras de aerogel con 1,5 g de polímero en una solución de 50 ml. 20 ml de etanol o terc-butanol se añadieron a cada muestra, y se añadió agua hasta que el volumen total de cada solución de la muestra sea de 50 ml. Las soluciones de muestra se envolvieron con parafilm y se almacenan para experimentos adicionales. Las soluciones de muestra con 0,2 g y 3 g de aerogel se ensayaron con terc-butanol y agua como disolventes; y las soluciones de muestra con 1,5 g, 3,0 g, 4,5 g, 6,0, y 12 g de aerogel se ensayaron con etanol y agua como disolventes (Tabla 1). Una imagen representativa de ambos tipos se puede apreciar en las Figuras 1 y 2 para los tipos de terc-butanol y etanol, respectivamente. En 65 ambas figuras se puede apreciar que se forman micelas.

Tabla 1

Número de mezcla	Fecha de preparación	Disolvente(s)	Polímero (g)	Aerogel (g)	Baño ultrasónico (min)
1	15-11-2012	t-butanol+H2O	1,5	0,2	0
2	15-11-2012	t-butanol+H2O	1,5	3,0	0
3	20-11-2012	etanol+H2O	1,5	1,5	0
4	03-12-2012	etanol+H2O	1,5	3,0	0
5	06-12-2012	etanol+H2O	1,5	4,5	60
6	06-12-2012	etanol+H2O	1,5	6,0	60
7	12-12-2012	etanol+H2O	1,5	12,0	60

Hilado de fibras compuestas

5 El electrohilado se realiza con una jeringa de bomba, un suministro de alta tensión y un colector puesto a tierra. Una jeringa de polipropileno se colocó en la bomba, y se conectó con un tubo de teflón a una aguja de acero de calibre 0,80. Se midió la distancia entre la punta de la aguja y la placa del colector puesto a tierra. El suministro de alta tensión se conecta a la aguja. Los detalles se muestran en la Tabla 2, y los ejemplos de fibras formadas por diferentes parámetros de procesamiento se muestran en las Figuras 3-10.

Tabla 2: Parámetros detallados del procesamiento de las muestras individuales. El número de mezcla se refiere a la Tabla 1. Las muestras en las que "tensión" y "distancia" se marcan como "NA" se incorporan en un portaobjetos de microscopía, con el fin de examinar la interacción del aerogel y el polímero, y por tanto no se electrohilan.

Fecha de preparación	N.º de mezcla	Distancia (cm)	Tensión (kV)	Caudales (ml/h)
16-11-2012	1	NA	NA	NA
16-11-2012	2	NA	NA	NA
21-11-2012	3	NA	NA	NA
29-11-2012	3	20	24	2
29-11-2012	3	15	9	0,5
29-11-2012	3	15	12	0,5
04-12-2012	4	15	20	2
07-12-2012	5	NA	NA	NA
07-12-2012	6	NA	NA	NA
10-12-2012	6	15	9	0,2+2
12-12-2012	6	15	9	0,5
13-12-2012	7	15	9	0,5
19-12-2012	7	15	9	0,25+0,5+1+1,5+2

15



**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Uso de una fibra compuesta para la producción de un material aislante, comprendiendo la fibra compuesta uno o más polímeros y partículas de aerogel, en el que las partículas de aerogel están encapsuladas por uno o más polímeros, y en el que las partículas de aerogel se posicionan a lo largo de al menos una parte de dicha fibra compuesta;  
 en el que el tamaño de partículas del aerogel está dentro del intervalo de 0,1-500 µm;  
 en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad de 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.
- 10 2. Uso según la reivindicación 1, en el que el tamaño de partículas del aerogel es inferior a 200 µm.
- 15 3. Uso de una fibra compuesta para la producción de un material textil no tejido, comprendiendo la fibra compuesta uno o más polímeros y partículas de aerogel, en el que las partículas de aerogel están encapsuladas por uno o más polímeros, y en el que las partículas de aerogel se posicionan a lo largo de al menos una parte de dicha fibra compuesta;  
 en el que el tamaño de partículas de aerogel está dentro del intervalo de 0,1-500 µm;  
 en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad de 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.
- 20 4. Uso según la reivindicación 3, en el que el tamaño de partículas de aerogel es inferior a 200 µm.
- 25 5. Una fibra compuesta que comprende uno o más polímeros y partículas de aerogel, en el que las partículas de aerogel están encapsuladas por uno o más polímeros, y en el que las partículas de aerogel se posicionan a lo largo de al menos una parte de dicha fibra compuesta;  
 en el que el tamaño de partículas de aerogel está dentro del intervalo de 0,1-500 µm;  
 en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad de 50 % o más y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.
- 30 6. Una fibra compuesta según la reivindicación 5, en la que la partícula de aerogel es una partícula de aerogel de sílice.
- 35 7. Una fibra compuesta según una cualquiera de las reivindicaciones 5-6, en la que el tamaño de partículas del aerogel es inferior a 200 µm.
- 40 8. Un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envuelta de polímero y un núcleo de partículas de aerogel, en el que el tamaño de partículas de aerogel está dentro del intervalo de 0,1-500 µm; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad de 50 % o más y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.
- 45 9. Un método de producción de un dopante de electrohilado que comprende las etapas de:  
 - mezcla de partículas de aerogel y uno o más polímeros;  
 - adición de uno o más disolventes a dicha mezcla para formar una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel en dicho(s) disolvente(s);  
 en el que el tamaño de partículas de aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500 µm;  
 en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.
- 50 10. Un método de producción de una fibra compuesta, que comprende las etapas de:  
 - proporcionar un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel,  
 - someter dicho dopante de electrohilado a una etapa de hilado para obtener fibra compuesta;  
 en el que el tamaño de partículas del aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500 µm;  
 en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.
- 55 11. Un método según la reivindicación 10, en el que el tamaño de partículas de aerogel es inferior a 200 µm.
- 60 12. Un no tejido que comprende una fibra compuesta que comprende uno o más polímeros y partículas de aerogel, en el que las partículas de aerogel están encapsuladas por uno o más polímeros, y en el que las partículas de aerogel están posicionadas a lo largo de al menos una parte de dicha fibra compuesta;  
 en el que el tamaño de partículas de aerogel está dentro del intervalo de 0,1-500 µm;
- 65

en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad de 50 % o más y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

5 13. Un material aislante que comprende una fibra compuesta, comprendiendo la fibra compuesta uno o más polímeros y partículas de aerogel, en el que las partículas de aerogel están encapsuladas por uno o más polímeros, y en el que las partículas de aerogel están posicionadas a lo largo de al menos una parte de dicha fibra compuesta; en el que el tamaño de partículas de aerogel está dentro del intervalo de 0,1-500 m; en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad de 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

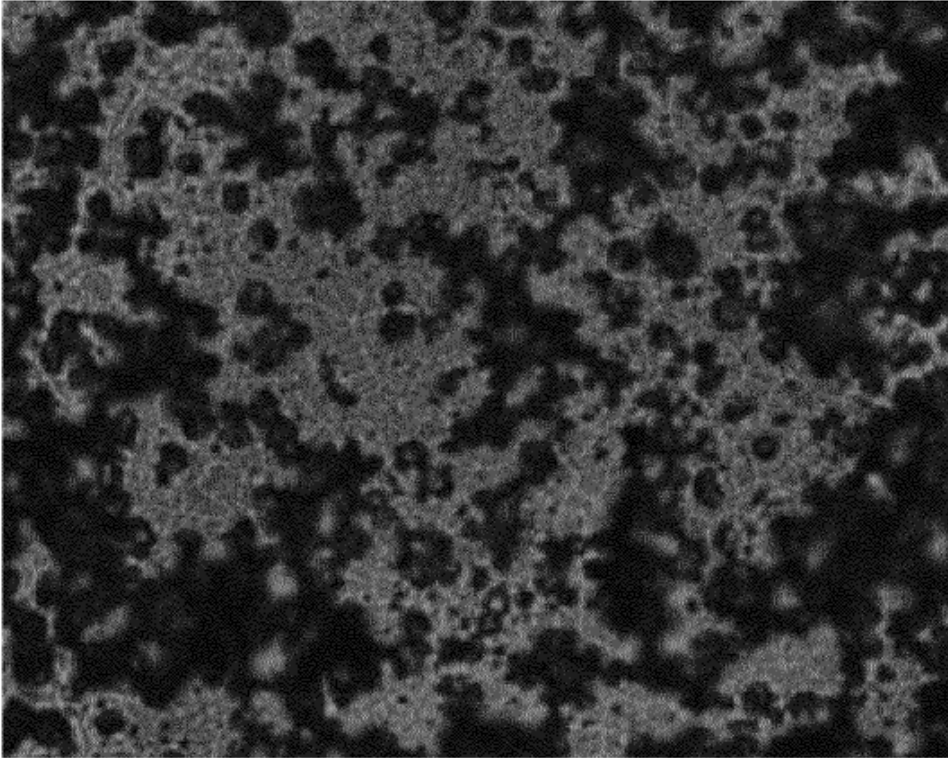
10 14. Una fibra compuesta preparada mediante un proceso que comprende las etapas de:

- mezcla de partículas de aerogel y uno o más polímeros;
- adición de uno o más disolventes a dicha mezcla para formar un dopante de electrohilado que comprende una micela polimérica con una envoltura de polímero y un núcleo de partículas de aerogel; y
- 15 - someter dicho dopante de electrohilado a una etapa de hilado para obtener la fibra compuesta;

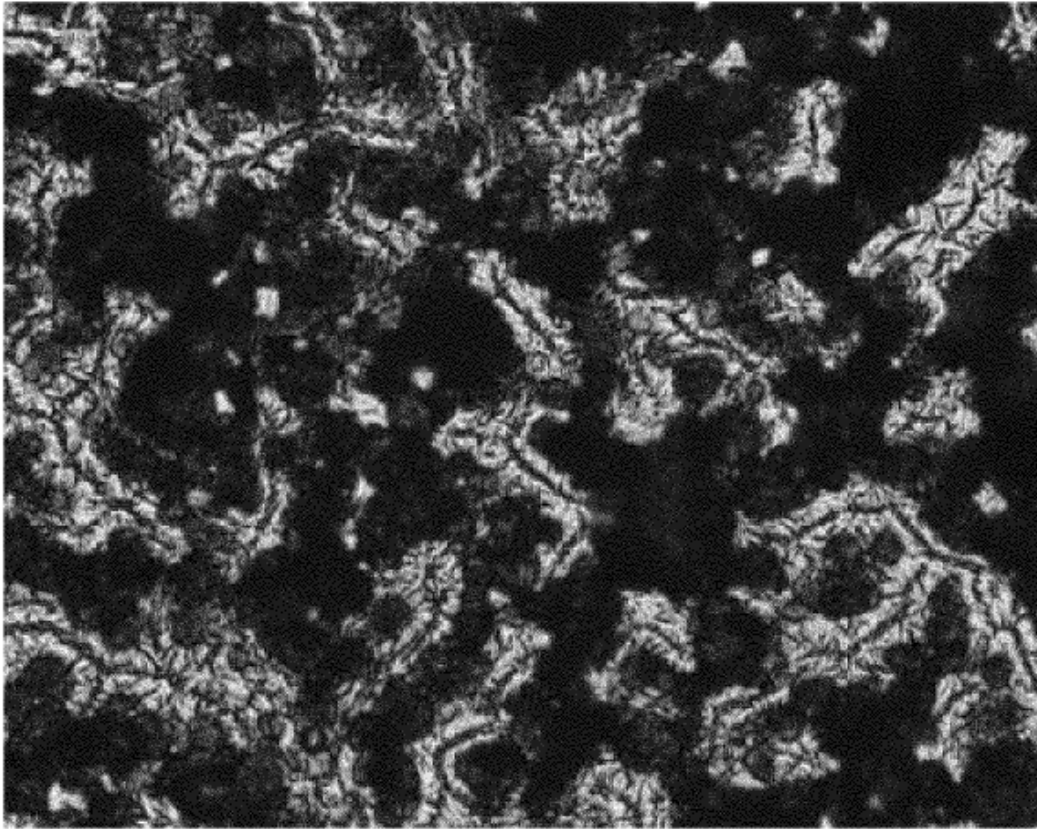
en el que el tamaño de partículas de aerogel se encuentra en el intervalo de 0,1-500  $\mu\text{m}$ ;

en el que las partículas de aerogel presentan una porosidad del 50 % o más, y los poros oscilan de 2 a 50 nm de diámetro.

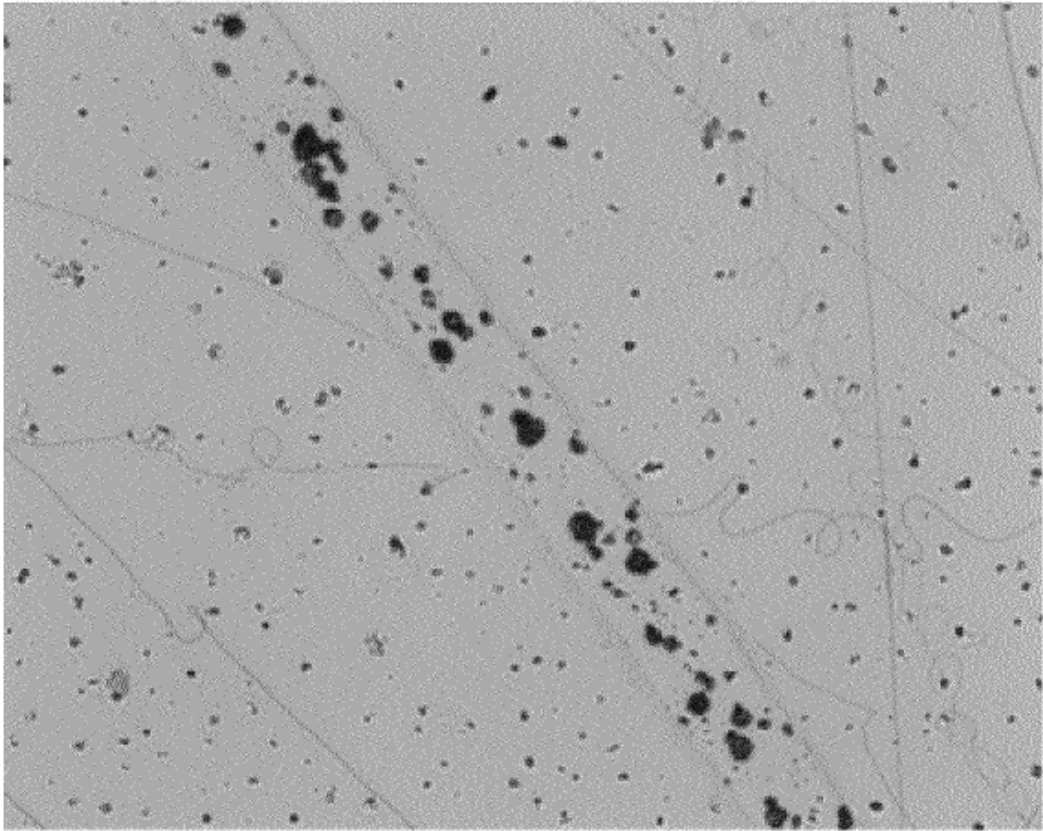
20 15. Una fibra compuesta según la reivindicación 14, en la que el tamaño de partícula del aerogel es inferior a 200  $\mu\text{m}$ .



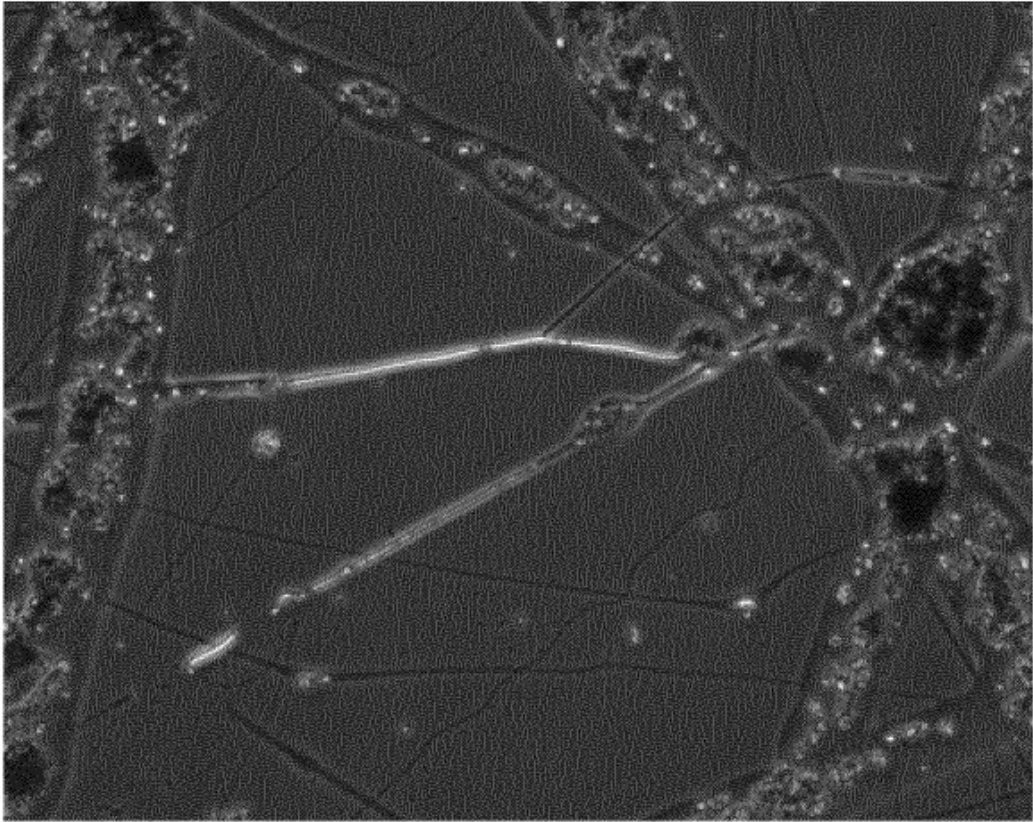
**Fig. 1**



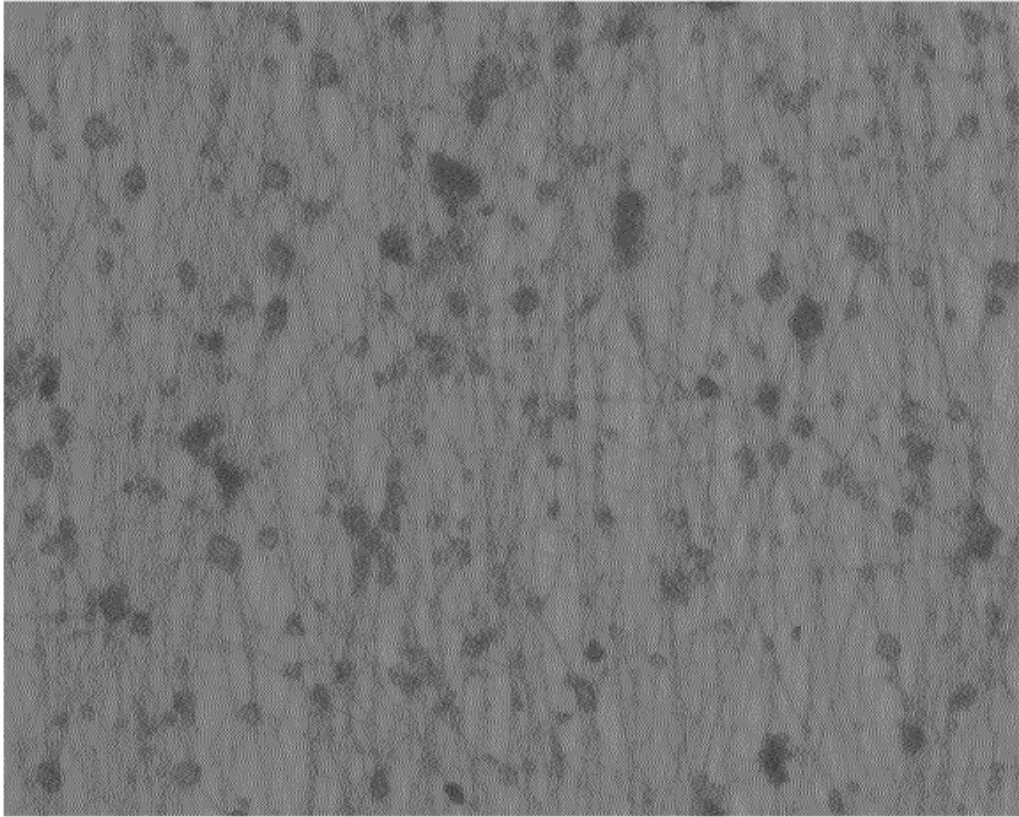
**Fig. 2**



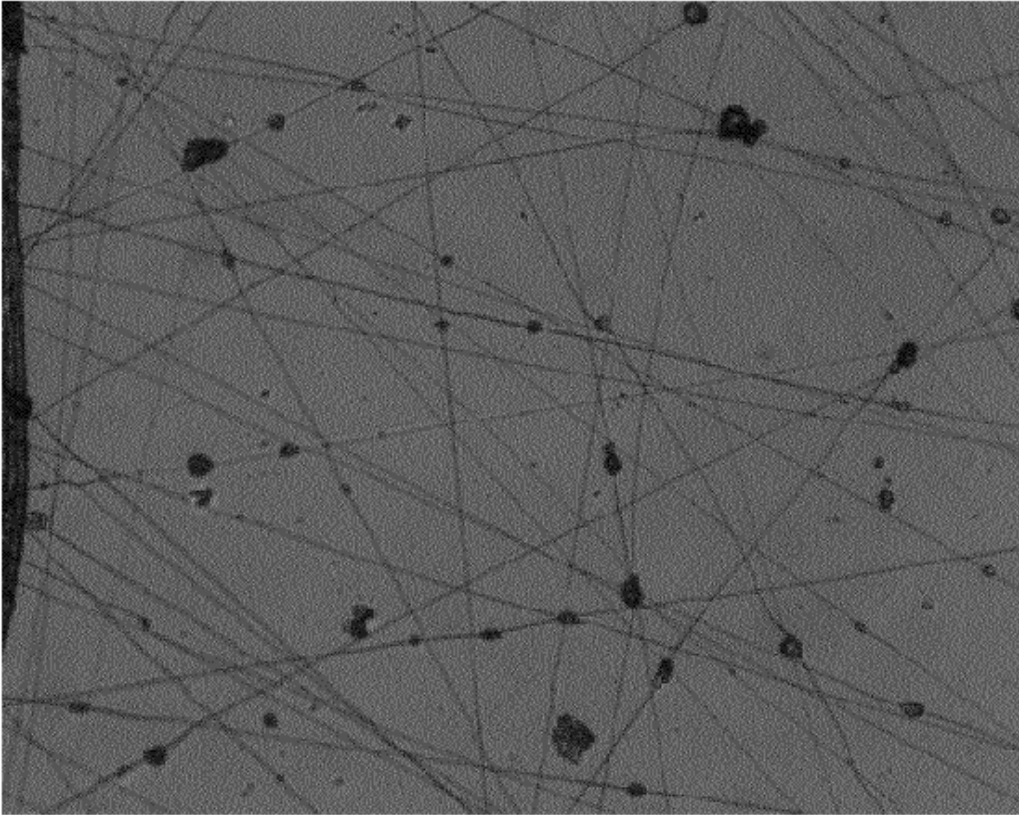
**Fig. 3**



**Fig. 4**



**Fig. 5**



**Fig. 6**



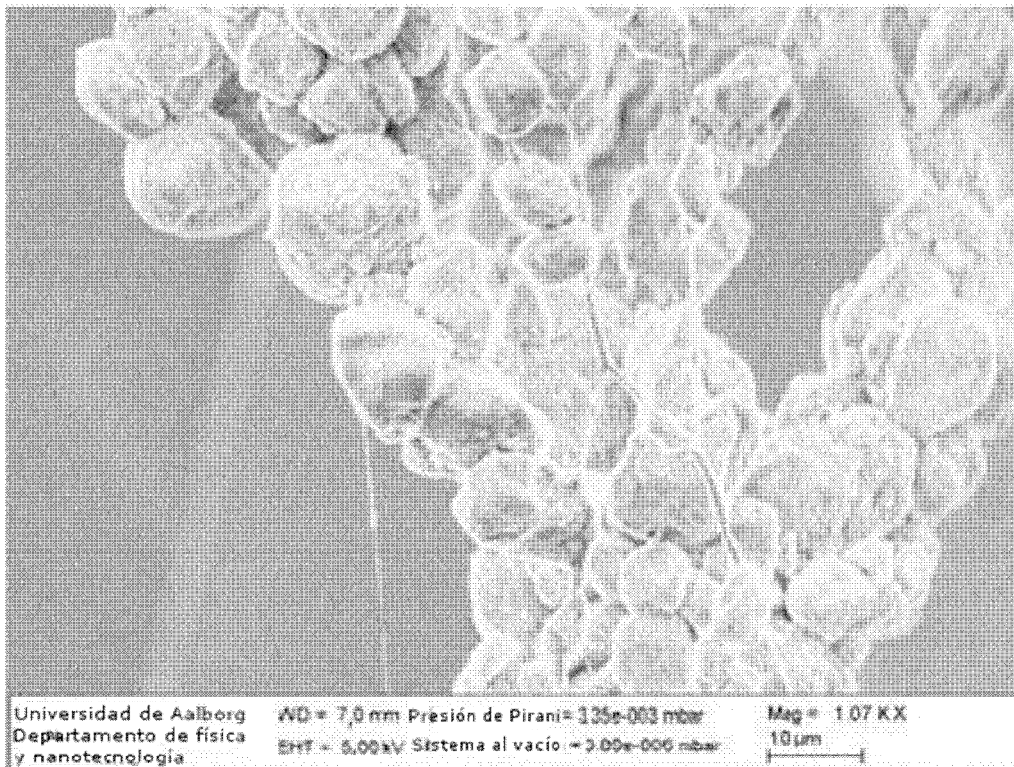
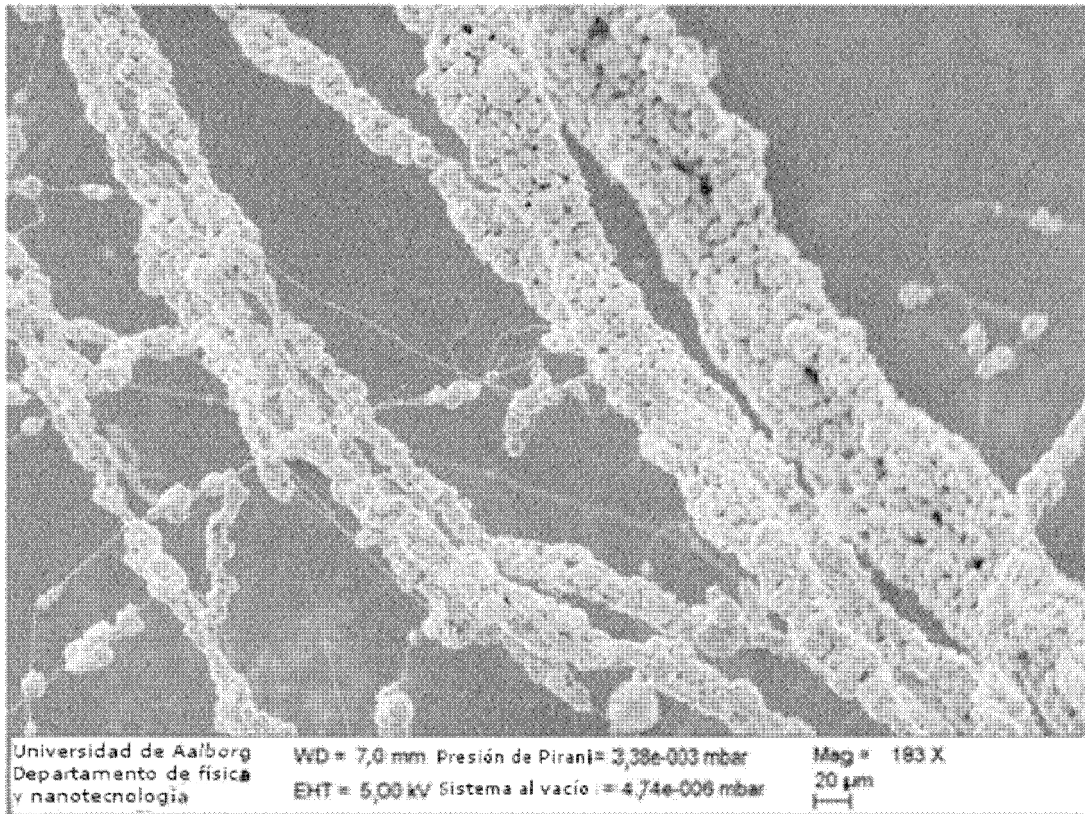
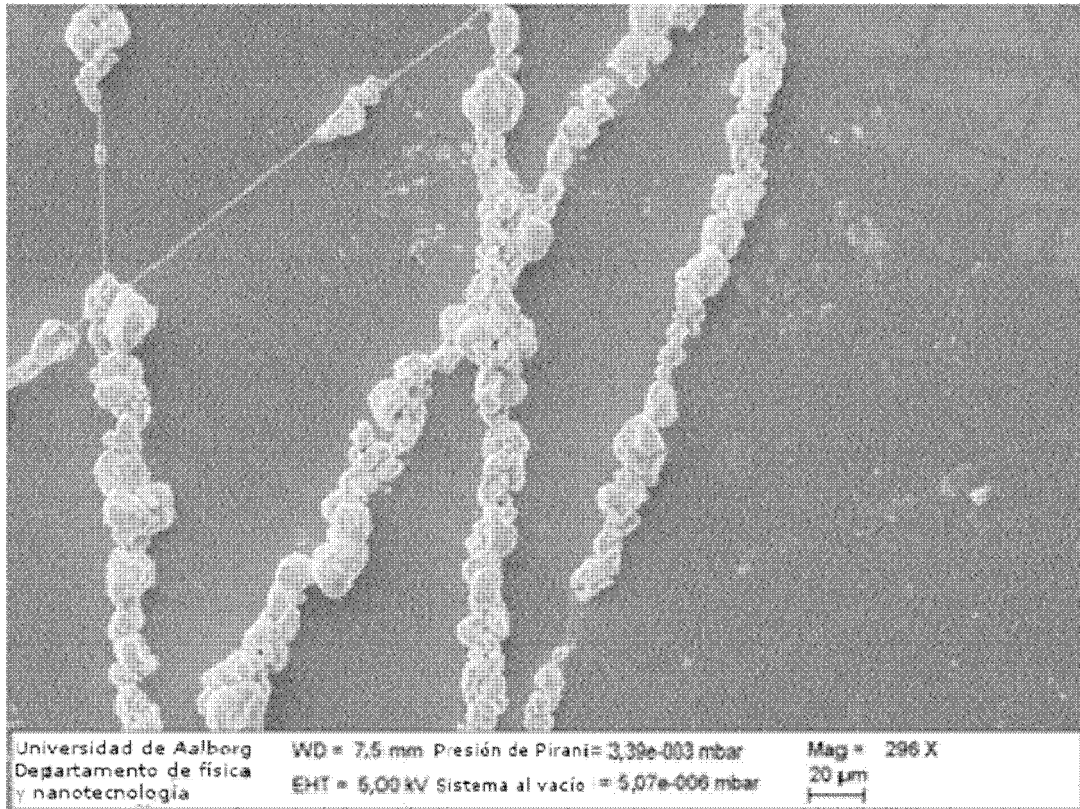


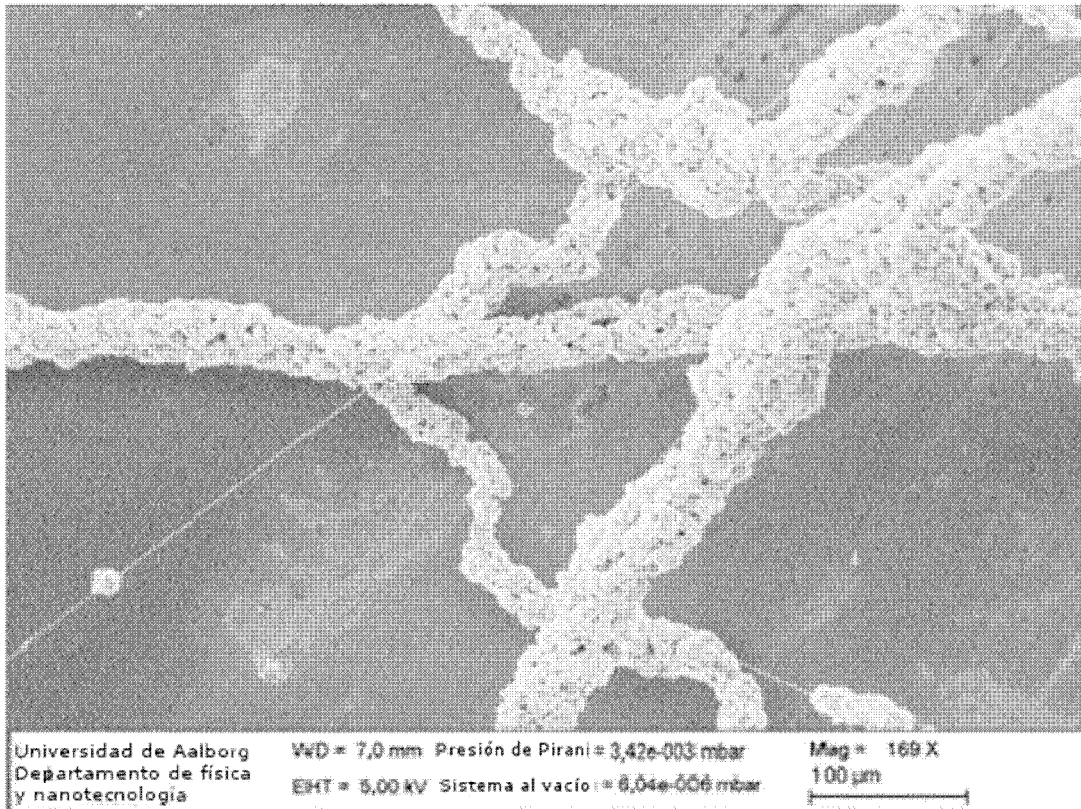
Fig. 7



**Fig. 8**



**Fig. 9**



**Fig. 10**