

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 695 849**

21 Número de solicitud: 201730890

51 Int. Cl.:

C04B 38/04 (2006.01)

B29C 44/00 (2006.01)

C22C 1/08 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

05.07.2017

43 Fecha de publicación de la solicitud:

11.01.2019

71 Solicitantes:

**UNIVERSITAT D'ALACANT / UNIVERSIDAD DE
ALICANTE (100.0%)**

**Edificio Torre de Control. Ctra. San Vicente del
Raspeig, s/n**

03690 San Vicente del Raspeig (Alicante) ES

72 Inventor/es:

MOLINA JORDÁ, José Miguel

74 Agente/Representante:

TEMIÑO CENICEROS, Ignacio

54 Título: **MATERIALES ESPUMADOS DE PORO INTERCONECTADO CON FASES HUÉSPED,
PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE DICHOS MATERIALES Y USOS DE LOS
MISMOS**

57 Resumen:

Materiales espumados de poro interconectado con fases huésped, procedimiento para la preparación de dichos materiales y usos de los mismos.

La presente invención se refiere a un material espumado que comprende:

- una matriz estructural (1),
- al menos una fase huésped (2), y
- un fluido,

caracterizado por que la matriz estructural (1) comprende una pluralidad de cavidades porosas (3) interconectadas entres sí, la/s fase/s huésped (2) se encuentra/n alojada/s en el interior de al menos una cavidad porosa (3) de la matriz estructural (1) y el fluido se encuentra alojado en el interior de las cavidades porosas (3).

La presente invención se refiere, además, al procedimiento para preparación del material espumado de la presente invención y a los diferentes usos del material espumado de la presente invención.

ES 2 695 849 A1

DESCRIPCIÓN

MATERIALES ESPUMADOS DE PORO INTERCONECTADO CON FASES HUÉSPED, PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE DICHOS MATERIALES Y USOS DE LOS MISMOS.

5 **CAMPO TÉCNICO DE LA INVENCION**

La presente invención se engloba en el campo de los materiales espumados y en particular se refiere a un material espumado de poro interconectado que contiene en el interior de sus cavidades porosas al menos una fase huésped, que otorga funcionalidades específicas al material espumado.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los materiales espumados con poro interconectado se conocen desde hace mucho tiempo. Los primeros avances reportados en esta línea son de los años 60 y explican procesos para la fabricación de espumas metálicas.

Desde entonces se han desarrollado muchos métodos para la fabricación de materiales espumados de metales, cerámicas y polímeros. El vasto abanico de métodos de fabricación puede clasificarse en cuatro grupos, atendiendo al estado de agregación del material precursor de la espuma (Banhart, J., 2001. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. Prog. Mater. Sci. 46, 559–632).

Los métodos son los siguientes:

– **Procesado en estado líquido:** El material precursor está en estado líquido. Las rutas de síntesis más importantes de este tipo de procesado son las siguientes:

- a) Inyección directa de gas en el líquido.
- b) Introducción de agentes generadores de gas.
- c) Solidificación a partir de eutécticos sólido-gas (“gasars”).
- d) Fusión de mezclas de polvos con agentes generadores de gas.
- e) Moldeo a molde perdido con espumas poliméricas.
- f) Infiltración de preformas mártir.
- g) Atomización metálica (“proceso Osprey”).

- **Procesado en estado sólido:** El material precursor está en estado sólido. Las siguientes rutas son las más importantes:
 - h) Sinterizado parcial de partículas y fibras.
 - i) Sinterizado con oclusión de gas.
 - 5 j) Espumación de barros formados por polvos, agentes generadores de gas y aditivos.
 - k) Presurización y sinterizado de polvos alrededor de mártires.
 - l) Sinterizado de esferas huecas.
 - m) Sinterizado de polvos y aglutinantes.
 - 10 n) Sinterizado reactivo de sistemas multicomponente.
- **Procesado en estado vapor:**
 - o) Deposición desde fase vapor sobre espumas poliméricas.
- **Procesado en estado disuelto:**
 - p) Deposición electroquímica sobre espumas poliméricas.

15 A pesar de la gran gama de métodos de producción que estos cuatro grupos generan, en realidad sólo hay dos estrategias diferentes para generar porosidad (Körner C, Singer RF., 2001. Processing of metal foams - challenges and opportunities. Adv. Eng. Mater. 2, 159–165.):

- **Autoformación:** En ella la porosidad se forma a través de un proceso de evolución propia

20 de acuerdo a principios físicos. La naturaleza de las cavidades porosas es estocástica y la estructura de las celdas se crea para minimizar la energía libre del sistema, incluyendo fuerzas externas y condiciones de contorno. Las paredes celulares necesitan estabilizarse por medio de la adición de aditivos, ya que la mayoría de materiales puros (como los metales) no tienden a espumar dadas su elevada tensión superficial y baja

25 viscosidad. La geometría de las celdas puede variar desde esférica hasta poliédrica y, en general, se trata de celdas cerradas, aunque a menudo aparecen grietas pequeñas que las comunican. Entre los métodos de autoformación destacan de la lista anterior los siguientes: a, b, c, d, g, i, j.
- **Prediseño:** La estructura se crea con el uso de moldes que determinan las cavidades

30 porosas. Esta estrategia permite la formación de un mayor espectro de geometrías y tamaños de celda, así como de densidades relativas. La porosidad así generada es más homogénea que la debida a autoformación y es por ello que la dispersión en las propiedades de estos materiales es menor. En este caso no es necesario el uso de aditivos, ya que las paredes celulares quedan estabilizadas por las paredes del molde.

Mediante esta estrategia pueden fabricarse espumas de poro cerrado (o no interconectado) y abierto (o interconectado), en función de que el molde forme parte del material final o sea eliminado, respectivamente. Entre los métodos de prediseño destacan de la lista anterior los siguientes: e, f, h, k, l, m, n, o, p.

- 5 Las espumas fabricadas hasta el momento siguiendo alguno de los métodos anteriores han mostrado tener muchas aplicaciones, entre las cuales cabe destacar las siguientes: intercambio de calor, filtración, silenciaci3n, absorci3n de impactos, absorci3n de ruido, soporte de catalizadores, implantes biomédicos, etc.

De todos los métodos desarrollados aquel que permite un mejor control del material obtenido es el método de infiltraci3n de preformas mártir (método f) o también conocido como método de replicaci3n.

Con este método se fabrican espumas metálicas, cerámicas y poliméricas de poro abierto (o interconectado) por medio del llenado por infiltraci3n con el material fundido de la espuma (o alg3n precursor del mismo) de los poros abiertos de una preforma que posteriormente es eliminada. En su versi3n más extendida este método consiste en los siguientes pasos:

- i) Elecci3n de un material de sacrificio finamente dividido (partículas o fibras) de naturaleza tal que debe cumplir los siguientes requisitos:
 - a. debe ser refractario con respecto al líquido infiltrante (tener mayor punto de fusi3n/reblandecimiento que éste);
 - 20 b. debe poderse eliminar con facilidad por disoluci3n o reacci3n química controlada posteriormente a la infiltraci3n;
 - c. debe ser químicamente compatible con el material que conformará la espuma en todos los pasos del proceso, incluida la infiltraci3n y su eliminaci3n (no debe ocasionar degradaci3n o corrosi3n del material de la espuma).
- 25 ii) Fabricaci3n de una preforma porosa con el material de sacrificio por medio de alg3n método de consolidaci3n como compactaci3n (este paso puede requerir la aplicaci3n de presi3n, o de presi3n y vibraciones, o también una etapa de calentado) o sinterizaci3n.
- 30 iii) Introducci3n de la preforma en una cámara de infiltraci3n, donde se aplica vacío y posteriormente se aumenta la temperatura hasta una temperatura superior a la de fusi3n/reblandecimiento del líquido infiltrante.

- iv) Infiltración de la preforma con el líquido infiltrante por medio de la aplicación o no de presión mecánica o gaseosa para que se produzca la penetración del líquido en las cavidades porosas de la preforma.
- v) Solidificación de la matriz y eliminación del material de sacrificio que constituía la preforma original por medio de disolución o reacción química controlada, dando lugar a una espuma de poros interconectados.

Este método de replicación ha sido utilizado de manera extensiva con partículas de sacrificio constituidas por cloruro sódico (NaCl), como se describe en las patentes que recogen las ideas originales de este método, US 3.210.166 y US 3.236.706. Se han elaborado multitud de materiales espumados metálicos, cerámicos y poliméricos en los que se ha variado la porosidad (en el intervalo 50%-90%), la forma de los poros (usando diferentes formas de cristales de sal) y tamaños de poro (en el intervalo 0.5 μm – 6 mm) (Banhart, J., 2001. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. Prog. Mater. Sci. 46, 559–632); (Despois, J.F., Conde, Y., Marchi, C.S., Mortensen, A., 2004. Tensile behavior of replicated aluminium foams. Adv. Eng. Mater. 6, 444–447); (San Marchi, C., Mortensen, A., 2001. Deformation of open-cell aluminum foam. Acta Mater. 49, 3959–3969.); (San Marchi, C., Despois, J.F., Mortensen, A., 2004. Uniaxial deformation of open-cell aluminum foam: The role of internal damage. Acta Mater. 52, 2895–2902); Goodall, R., Marmottant, A., Salvo, L., Mortensen, A., 2007. Spherical pore replicated microcellular aluminium: Processing and influence on properties. Mater. Sci. Eng. A 465, 124–135.); (Prieto, R., Louis, E., Molina, J.M., 2012. Fabrication of mesophase pitch-derived open-pore carbon foams by replication processing. Carbon N. Y. 50, 1904–1912.).

Las ventajas de este método con respecto a otros radican en que los poros en el material espumado replican las características del material que conforma la preforma y que actúa como material de sacrificio. De esta manera, los poros del material espumado poseen las características de tamaño, distribución de tamaños y forma de las partículas o fibras de la preforma original constituida por el material de sacrificio (Gaillard, C., Despois, J.F., Mortensen, A., 2004. Processing of NaCl powders of controlled size and shape for the microstructural tailoring of aluminium foams. Mater. Sci. Eng. A 374, 250–262). Por estos motivos, el método de replicación se ha constituido como uno de los más versátiles para la fabricación de espumas de todo tipo: metálicas, poliméricas y cerámicas (de carbono, de grafito, etc.).

El método de replicación requiere de la elección adecuada de la naturaleza del material de sacrificio, con objeto de que cumpla con la condición de ser más refractario que el líquido

infiltrante y químicamente compatible con éste durante todos los pasos del proceso. La sal cloruro de sodio (NaCl) tiene un punto de fusión medio (801°C) y por ello la fabricación de espumas queda limitada a líquidos infiltrantes con puntos de fusión por debajo de 801°C. Así, con preformas fabricadas por compactación de partículas de NaCl se pueden fabricar sin dificultad espumas de Al, Mg, Sn, Pb, etc. o sus aleaciones por medio de su infiltración con estos metales y posterior disolución en disoluciones acuosas. Sin embargo, mediante la utilización de partículas de NaCl no pueden fabricarse espumas de Ag o Cu, por ejemplo, ya que estos metales tienen puntos de fusión superiores a 801°C. Para estos metales es necesario recurrir a otros materiales divididos de mayor punto de fusión, como pueden ser partículas o fibras de carbono o grafito, que pueden ser eliminadas posteriormente a la infiltración con estos metales por medio de combustión en atmósfera de aire o sales del tipo de las recogidas en la patente US 3.210.166, que pueden ser eliminadas mediante disolución en disoluciones acuosas. Adicionalmente, también se pueden utilizar otras sales como K₂CO₃, (Conde, Y., Despois, J.F., Goodall, R., Marmottant, A., Salvo, L., Marchi, C.S., Mortensen, A., 2006. Replication processing of highly porous materials. *Adv. Eng. Mater.* 8, 795–803), TiH₂ o CaCO₃ (Lefebvre, B.L., Banhart, J., Dunand, D.C., 2008. Porous metals and metallic foams: current status and recent developments 10, 775–787), que pueden ser eliminados por descomposición térmica (TiH₂) o por disolución o descomposición térmica (K₂CO₃ y CaCO₃), fluoruros de estroncio (SrF₂) o bario (BaF₂), eliminables por disolución, o NaAlO₂, Al₂(SO₄)₃, BaS, K₂SO₄ o Na₂S (EP2118328), eliminables por disolución. También puede utilizarse MgSO₄ (Diologent, F., Combaz, E., Laporte, V., Goodall, R., Weber, L., Duc, F., Mortensen, A., 2009. Processing of Ag-Cu alloy foam by the replication process. *Scr. Mater.* 61, 351–354.), eliminable por disolución o por descomposición térmica, y SiO₂, eliminable por disolución en solución ácida (Castrodeza, E.M., Mapelli, C., Vedani, M., Arnaboldi, S., Bassani, P., Tuissi, A., 2009. Processing of shape memory CuZnAl open-cell foam by molten metal infiltration. *J. Mater. Eng. Perform.* 18, 484–489).

Una de las desventajas más marcadas del método de replicación viene dada por la limitación en el tamaño y forma de los cristales de sal disponibles, así como que los cristales más grandes (>0.5 mm) no pueden compactarse de la misma forma que los más pequeños, dada su usual diferente geometría. Además, para los cristales más grandes los tiempos de disolución aumentan considerablemente y, con ello, los costes de procesado y el riesgo de que la espuma pueda verse afectada por corrosión por contacto con el líquido disolvente. Es por ello que han surgido rutas de procesado que sustituyen las partículas de cloruro sódico (NaCl) por partículas formadas a partir de una pasta constituida por una mezcla de NaCl,

harina y agua (EP 2118328); (US 8.151.860); (Goodall, R., Mortensen, A., 2007. Microcellular aluminium - child's play! Adv. Eng. Mater. 9, 951–954.).

Esta pasta se moldea en forma de pequeñas masas de la geometría deseada que, dispuestas adecuadamente, forman una preforma. Posteriormente esta preforma se somete a un tratamiento térmico en el que los carbohidratos de la harina pirolizan y la mayor parte del carbón presente es eliminado por reacción con oxígeno. Esto deja una preforma de sal que contiene muchos poros pequeños. La ventaja más evidente en el uso de estas preformas es que pueden disolverse en un tiempo un orden de magnitud inferior con respecto a si se realizaran con cristales de sal de igual tamaño.

Las espumas fabricadas por replicación poseen un amplio espectro de aplicaciones, dado el hecho de que pueden diseñarse en función de necesidades específicas. Algunas de ellas han probado ser adecuadas como soporte de catalizadores en reacciones en fase gas o líquida, ya que la presencia de poros interconectados permite el paso de fluido a su través y por ello pueden ser utilizadas en reactores en continuo. Sin embargo, su uso no ha sido extendido para esta aplicación debido a que las espumas que pretenden utilizarse como soporte de catalizadores deben cumplir dos requisitos, a menudo contradictorios:

i) las espumas deben presentar una elevada superficie específica, de manera que permitan una dispersión elevada de la fase catalíticamente activa;

ii) el tamaño de poros no debe ser demasiado pequeño para evitar que la caída de presión del fluido que pasa a su través sea demasiado grande.

Además, las espumas que pretendan utilizarse para estos fines deben cumplir con otra propiedad: su conductividad térmica debe ser lo más elevada posible para favorecer el transporte de calor desde o hacia el exterior del reactor catalítico (para reacciones endotérmicas o exotérmicas, respectivamente).

Algunos de los desarrollos más recientes en espumas parecen combinar las propiedades de buena permeabilidad al paso de fluidos con elevadas conductividades térmicas, así como permiten aumentar la superficie específica de las espumas por medio de la incorporación de nanopartículas catalizadoras o que sirven de soporte de catalizadores ancladas a la superficie del poro de las espumas (Molina-Jordá, J.M., 2016. Mesophase pitch-derived graphite foams with selective distribution of TiC nanoparticles for catalytic applications. Carbon N. Y. 103, 5–8). En cualquier caso, la superficie específica de estos materiales espumados (del orden de $1\text{m}^2/\text{g}$) sigue siendo relativamente baja para poder ser utilizadas en algunas aplicaciones catalíticas.

Adicionalmente, se ha postulado recientemente el uso de espumas de poro interconectado en aplicaciones médicas de implantología, ya que es potencialmente posible hacer crecer tejido vivo en el interior de las cavidades y disminuir así el riesgo de enquistamiento que puede producirse al usarse un implante másico. La utilización, sin embargo, de materiales con superficie específica tan relativamente elevada como las espumas (con respecto a materiales másicos) hace más complicado asegurar su completa esterilización antes de la aplicación. Es por ello que deben diseñarse nuevos protocolos especiales de actuación en la actividad de implantación de estos materiales en seres vivos.

Para algunas aplicaciones en electrónica sería conveniente utilizar espumas con ciertas propiedades magnéticas. Sin embargo, su uso queda restringido ya que hasta el momento sólo se ha planteado como solución la fabricación de espumas de hierro o cobalto, cuya manufactura es muy complicada y costosa debido a los elevados puntos de fusión de estos metales. Además, su elevada densidad resulta limitante en el uso de estos materiales para sistemas electrónicos en medios de transporte terrestre o aeronáutico.

Existe pues la necesidad de desarrollar nuevos materiales espumados de fabricación sencilla y con propiedades mejoradas cuya funcionalidad no esté limitada por el material del que está constituido el material espumado, así como por el tamaño, forma y distribución de tamaños de sus poros.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

La presente invención, en un primer aspecto, se refiere a un material espumado (de aquí en adelante, material espumado de la presente invención) que comprende:

- una matriz estructural,
- al menos una fase huésped y
- un fluido,

caracterizado porque la matriz estructural comprende una pluralidad de cavidades porosas interconectadas entre sí, la fase huésped se encuentra alojada en el interior de al menos una cavidad porosa de la matriz estructural y el fluido se encuentra alojado en el interior de la cavidad porosa.

En una realización en particular la fase huésped está alojada en el interior de la cavidad porosa de la matriz estructural, sin mantener ninguna unión con la misma, de manera que, entre las

paredes de la cavidad porosa del material espumado y la superficie de la fase huésped existe una galga de espacio que queda ocupado por el fluido.

En una realización en particular la fase huésped está alojada en el interior de la cavidad porosa de la matriz estructural, manteniendo unión con dicha matriz estructural, de manera que, entre
5 las paredes de la cavidad porosa del material espumado y la mayor parte de la superficie de la fase huésped existe una galga de espacio que queda ocupado por el fluido.

En la presente invención se entiende por unión entre la fase huésped y la matriz estructural, a cualquier unión física o química entre la fase huésped y la matriz estructural a través de un área cuya magnitud no impide, en cualquier caso, la interconexión entre las cavidades porosas
10 de la matriz estructural, de tal forma que el fluido del material espumado alojado en el interior de las cavidades porosas de la matriz estructural pueda fluir a su través.

En una realización en particular, la matriz estructural del material espumado de la presente invención está constituida por un material de naturaleza metálica, polimérica, cerámica o mezclas de los mismos.

15 En una realización más en particular, si la matriz estructural del material espumado de la presente invención es de naturaleza metálica, el material de la matriz estructural se selecciona de entre un metal puro, aleaciones de metales y mezclas de los mismos. En una realización más en particular, el metal puro es seleccionado de entre estaño, plomo, magnesio, aluminio, plata, cobre y titanio, entre otros, aleaciones de metales que los puedan contener y mezclas
20 de los mismos.

En otra realización más en particular, si la matriz estructural del material espumado de la presente invención es de naturaleza cerámica, el material de la matriz estructural se selecciona de entre carbón, grafito, silicio, carburo de silicio, alúmina y zeolitas, entre otros, y mezclas de los mismos.

25 En otra realización más en particular, si la matriz estructural del material espumado de la presente invención es de naturaleza polimérica, el material de la matriz estructural se selecciona de entre nitrocelulosa, caucho vulcanizado, nilón, policloruro de vinilo, poliestireno, polietileno, polimetilmetacrilato, polipropileno, politereftalato de etileno y poliuretano, entre otros, y mezclas de los mismos.

30 En otra realización en particular, la matriz estructural del material espumado de la presente invención está constituida por más de un material de distinta naturaleza, tales como mezcla de metales, mezcla de cerámicas, mezcla de polímeros y/o combinación de todos ellos.

En una realización en particular, la fase huésped del material espumado de la presente invención es un material funcional.

En la presente invención se entiende por material funcional a cualquier material que confiera una función determinada, como, por ejemplo, función adsorbente, absorbente (de impactos o radiación), catalítica, magnética, soporte, soporte de catalizadores, liberación de sustancias químicas y fármacos, función electródica, etc.

En una realización más en particular, el material funcional de la fase huésped del material espumado de la presente invención es seleccionado de entre materiales adsorbentes, catalíticos, magnéticos, soporte de catalizadores, liberadores de sustancias químicas y farmacéuticas, materiales electródicos, materiales absorbedores de radiación, materiales dieléctricos y cualquier otro tipo de material que confiera una función determinada al material funcional de la fase huésped del material espumado de la presente invención.

Más en particular, el material funcional es seleccionado de entre: carbón, carbón activo, grafito, alúmina (Al_2O_3), alúmina activada (Al_2O_3), carburo de silicio (SiC), silicio (Si), carburo de silicio activado (SiC), carburo de titanio (TiC), carburo de titanio activado (TiC), nitruro de aluminio (AlN), nitruro de aluminio activado (AlN), ceria (CeO_2), ceria activada (CeO_2), titania (TiO_2), titania activada (TiO_2), zeolitas, materiales de esqueleto órgano-metálico (MOFs), platino (Pt), rodio (Rh), paladio (Pd), hierro, cobalto, níquel y aleaciones metálicas que los contengan, óxidos de hierro (Fe_xO_y), óxidos de cobalto (Co_xO_y), y óxidos de níquel (Ni_xO_y).

En otra realización en particular, el fluido alojado en el interior de la cavidad porosa del material espumado de la presente invención es un gas o un líquido.

En una realización más en particular, el fluido alojado en el interior de la cavidad porosa del material espumado de la presente invención es un gas inerte o reactivo, en estado puro o en forma de mezcla de gases, con una presión comprendida entre 0.01 mbar y 10 bar.

En una realización más en particular, el fluido alojado en el interior de la cavidad porosa del material espumado de la presente invención es un líquido. Más en particular es agua, agua residual, disoluciones acuosas contaminadas, etanol, suero fisiológico, fluido fisiológico, etc.

Más en particular, el fluido se encuentra rodeando la totalidad o gran parte de la/s fase/s huésped en la cavidad porosa, de tal forma que el fluido puede circular por el interior del material espumado, ya que éste tiene porosidad interconectada, y renovarse si se impone un gradiente de presión en sus extremos.

En una realización en particular, el material espumado de la presente invención comprende una fase huésped que se aloja en la totalidad de las cavidades porosas.

En otra realización en particular, el material espumado de la presente invención comprende una fase huésped que se aloja en una parte de las cavidades porosas, dejando libres de fase huésped y ocupadas completamente por el fluido el resto de cavidades.

En otra realización en particular, el material espumado de la presente invención comprende más de una fase huésped, que se alojan en la totalidad de las cavidades porosas.

En otra realización en particular, el material espumado de la presente invención comprende más de una fase huésped que se alojan en una parte de las cavidades porosas, dejando libres de fase huésped y ocupadas completamente por el fluido el resto de cavidades.

En un segundo aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un material espumado de la presente invención que comprende las siguientes etapas:

- a) recubrimiento de la/s fase/s huésped previamente dividida/s en partículas o fibras, con al menos un material de sacrificio,
- b) compactación de la/s fase/s huésped recubierta/s obtenida/s en la etapa a) hasta formar una preforma porosa,
- c) infiltración de la preforma porosa de la etapa b), con un líquido precursor de la matriz estructural,
- d) solidificación del líquido precursor de la etapa c) y mecanizado,
- e) eliminación del material de sacrificio que recubre la fase huésped.

En una realización en particular, el material de sacrificio de la etapa a) es una sal seleccionada de entre haluros, carbonatos, fluoruros, aluminatos, sulfatos y silicatos.

En otra realización en particular, la etapa a) comprende el uso de dos o más materiales de sacrificio diferentes.

En la presente invención la etapa a) de recubrimiento de la/s fase/s huésped previamente dividida/s se realiza mediante cualquier técnica convencional de recubrimiento, como, por ejemplo: recubrimiento por impacto asistido magnéticamente, precipitación forzada por spray, impregnación, deposición en fase vapor, coprecipitación desde disolución, recubrimiento por aspersión en lecho fluidizado, recubrimiento asistido en molino de bolas, mezclado en caliente y recubrimiento por esferoidización del material de aporte.

En la presente invención la etapa a) de recubrimiento de la/s fase/s huésped previamente dividida/s permite generar recubrimientos continuos, con objeto de generar materiales en los que la fase huésped no mantiene ninguna unión con la matriz estructural.

5 En la presente invención la etapa a) de recubrimiento de la/s fase/s huésped previamente dividida/s permite generar recubrimientos discontinuos, con objeto de generar materiales en los que la fase huésped mantiene alguna unión con la matriz estructural.

En la presente invención la etapa a) de recubrimiento de la/s fase/s huésped previamente dividida/s hasta formar un recubrimiento discontinuo, se realiza mediante cualquier técnica convencional de recubrimiento discontinuo, como, por ejemplo: crecimiento del recubrimiento
10 bajo condiciones de baja nucleación y alto crecimiento cristalino o fractura localizada de recubrimientos continuos.

En la presente invención, la etapa b) de compactación de la/s fase/s huésped recubierta/s obtenida/s en la etapa a) hasta formar una preforma porosa, se realiza mediante cualquier técnica convencional de compactación, como, por ejemplo: compactación por vibración,
15 compactación mediante presión mecánica, compactación mediante impactos y compactación mediante combinación de impactos y vibraciones.

En la presente invención la etapa c) de infiltración de la preforma porosa de la etapa b) con un líquido precursor de la matriz estructural se realiza mediante cualquier técnica convencional de infiltración, como, por ejemplo: infiltración por presión de gas, infiltración
20 asistida por microondas, infiltración centrífuga e infiltración por presión mecánica (squeeze casting).

En la presente invención, la etapa e) de eliminación del material de sacrificio de la/s fase/s huésped, se realiza mediante un proceso del estado de la técnica que sea adecuado en función de la naturaleza de ésta/s, como por ejemplo: disolución en fases líquidas, siendo una
25 de las más habituales agua y disoluciones acuosas (por ejemplo, en recubrimientos de elevada solubilidad en disoluciones acuosas como NaCl), descomposición térmica controlada (por ejemplo, si el recubrimiento es de un carbonato salino), y combustión controlada (por ejemplo, si el recubrimiento es de carbono o polimérico).

En una realización en particular, el procedimiento de la presente invención comprende una
30 etapa adicional de mezcla de partículas de material sacrificio junto con las partículas de la/s fase/s huésped recubiertas en la etapa a) para ser compactadas en la etapa b). Cuando se realiza esta etapa adicional, el material espumado final que se obtiene comprende algunas de sus cavidades porosas libres de fase/s huésped y ocupadas completamente por el fluido.

En una realización en particular, el procedimiento de la presente invención comprende una etapa adicional, anterior o posterior a la etapa e) de eliminación del material de sacrificio de la/s fase/s huésped, en la que se somete a tratamiento adecuado a la fase precursora de la matriz estructural.

- 5 En un tercer aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención para la adsorción de gases, líquidos o sólidos disueltos.

En un cuarto aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención como catalizador.

- 10 En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención como filtro de sustancias inorgánicas o biológicas.

En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención para la liberación controlada de sustancias químicas o fármacos.

- 15 En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención como material de implante. En particular, el material espumado de la presente invención actúa de implante permitiendo el crecimiento de tejido vivo en su interior con la/s fase/s huésped adsorbente/s, de tal forma que retiene al menos una sustancia con actividad farmacológica en un organismo vivo, de manera que dicha sustancia es liberada de forma controlada por desorción desde la fase huésped en el organismo vivo.

- 20 En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención como material magnético. En particular, el material espumado de la presente invención contiene una o varias fases huésped con propiedades magnéticas y actúa de material que puede adherirse magnéticamente a equipos que presentan imanes o campos magnéticos generados eléctricamente (equipos electrónicos) y permite la refrigeración de éstos por medio de un fluido transportador del calor.

- 25 En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención como material absorbedor de impactos. En particular, el material espumado de la presente invención actúa como absorbedor de impactos en partes de seguridad pasiva de vehículos de transporte terrestre, aéreo y marítimo.

- 30 En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención como material electrodico. En particular, el material espumado de la presente invención actúa como electrodo para la conversión electroquímica en procesos de síntesis química o descontaminación de aguas y/o aire. Más en particular, la matriz estructural y la/s

fase/s huésped presentan unión, de manera que la corriente eléctrica es transportada por la matriz estructural hasta la fase huésped, que actúa como fase activa electródicamente.

En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención como material absorbedor de radiación electromagnética. En particular, el material espumado de la presente invención actúa como absorbedor de radiación electromagnética para su transformación en calor. En otro uso en particular, el material espumado de la presente invención actúa como material absorbedor de radiación electromagnética para su transformación en energía eléctrica.

En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención como material resonador de ondas de radar, aplicado en tecnologías de invisibilidad radar. En particular, el material espumado de la presente invención puede estar formado por una matriz estructural y una o varias fases/s huésped dieléctrica/s, y un fluido constituido por un metal líquido a la temperatura de aplicación, de manera que el material espumado configura un gran conjunto de inductores y condensadores eléctricos que, juntos, crean un efecto resonador que puede atrapar y suprimir las ondas de radar a determinadas frecuencias.

En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del material espumado de la presente invención como material plantilla para crecimiento cristalino. En particular, el material espumado de la presente invención actúa como plantilla que permite el crecimiento cristalino en el hueco existente entre la matriz estructural y la/s fase/s huésped.

El material espumado de la presente invención presenta las ventajas que a continuación se comentan.

- En el caso de que la matriz estructural y la/s fase/s huésped no presenten unión:

i) La matriz estructural del material espumado de la presente invención cumple su funcionalidad de manera independiente (por ejemplo, como material estructural, material conductor del calor, material conductor eléctrico, etc.).

ii) La/s fase/s huésped del material espumado de la presente invención cumple/n su funcionalidad de manera independiente. El área superficial de la/s fase/s huésped es completamente accesible por el fluido, de manera que la totalidad de la superficie y del volumen de la/s fase/s huésped es perfectamente funcional en el interior de los poros de la espuma.

- En el caso de que la matriz estructural y la/s fase/s huésped presenten unión:

iii) La matriz estructural y la/s fase/s huésped del material espumado de la presente invención presentan simbiosis funcional por medio de las uniones que permiten el transporte entre ambas fases de tensiones mecánicas, calor, electricidad, etc.

5 BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La Figura 1 muestra un esquema en el que se ilustra la interconexión de poros existentes en un material espumado con matriz estructural (1) y con fase huésped (2) y la manera en que se aloja una partícula huésped (2) en una cavidad porosa (3) del material espumado: (a) dibujo en dos dimensiones en el que las líneas representan aperturas de interconexión entre poros; y (b) representación tridimensional de una fracción de volumen representativa que contiene una partícula huésped (2) alojada en una cavidad porosa (3).

La Figura 2 ilustra las etapas del proceso de fabricación de un material espumados con una fase huésped que rellena el 100% de las cavidades. Las etapas fundamentales son las siguientes:

A. Fabricación de la preforma

- (a) fase huésped (2) en forma finamente dividida de partículas o fibras;
- (b) recubrimiento de la fase huésped (2) con un material de sacrificio (4);
- (c) compactación de la fase huésped (2) recubierta hasta formar una preforma porosa alojada en moldes (5) adecuados para la infiltración;

B. Infiltración

- (d) infiltración de la preforma porosa con un líquido precursor (1') del material espumado,
- (e) solidificación direccional del líquido precursor (1') del material espumado por medio de un sistema de refrigeración (6) que permite enfriamiento direccional;
- (f) mecanizado de la matriz estructural (1) con herramientas (7) y técnicas convencionales;

C. Procesado del material espumado

- (g) eliminación del material de sacrificio (4), bien por disolución (g1) en una fase líquida (8) o bien por reacción controlada (g2) con una fase líquida o gas (8') hasta obtención de una espuma de poro interconectado (h) con fases huésped (2) rellenando totalmente sus cavidades.

La Figura 3 ilustra distintos tipos de materiales espumados con fases huésped que pueden conseguirse en función del tipo de preforma porosa de la que se parte y teniendo un recubrimiento continuo de material de sacrificio. A la izquierda se muestran las preformas porosas y a la derecha se muestran los distintos tipos de materiales espumados obtenidos a partir de ellas:

a) Preforma porosa obtenida por compactación de una sola fase huésped (2) recubierta por un único material de sacrificio (4), para dar lugar a un material espumado que comprende todas las cavidades porosas ocupadas por la fase huésped (2).

b) Preforma porosa obtenida a partir de la compactación de más de una fase huésped (2 y 2'), y recubiertas con más de un material de sacrificio (4 y 4') para dar lugar a un material espumado que comprende todas las cavidades porosas ocupadas por las fases huésped (2 y 2').

c) Preforma porosa obtenida a partir de la compactación de una fase huésped (2) recubierta por más de un material de sacrificio (4 y 4'), junto con partículas de material de sacrificio (4''), para dar lugar a un material espumado que comprende sólo algunas cavidades porosas ocupadas por la fase huésped (2).

d) Preforma porosa obtenida a partir de la compactación de más de una fase huésped (2 y 2'') recubiertas por más de un material de sacrificio (4 y 4') junto con partículas de material de sacrificio (4'') para dar lugar a un material espumado que comprende sólo algunas cavidades porosas ocupadas por las fases huésped (2 y 2').

La Figura 4 ilustra el efecto de un recubrimiento no continuo de la fase huésped (2) con un material de sacrificio (4). Se parte de una preforma porosa (a) formada por compactación de partículas de fase huésped (2) recubiertas con un recubrimiento no continuo de material de sacrificio (4). Posteriormente a la infiltración y mecanizado correspondientes se obtiene un material (b) en el que la fase huésped queda unida a la matriz estructural en los puntos de discontinuidad del material de sacrificio (4) que recubre la fase huésped (2). Por último, después de la eliminación del material de sacrificio (4) resulta un material espumado (c) en el que la fase huésped (2) y la matriz estructural (1) mantienen puntos discretos de unión.

La Figura 5 muestra un diagrama de un equipo para el recubrimiento de material finamente dividido en forma de partículas con NaCl, que ha sido utilizado en el desarrollo de los ejemplos de realización presentados en la presente invención. El equipo consiste en un tubo de cuarzo (9) que tiene dos orificios de entrada, uno (10) para aire a presión - que mantiene las partículas (11) en suspensión formando un lecho fluidizado - y otro (12) para una disolución nebulizada

de NaCl. El equipo tiene un filtro poroso (13), que no deja escapar las partículas por la parte inferior del tubo, y es calentado mediante resistencias eléctricas (14).

La Figura 6 muestra imágenes de un material espumado obtenido a partir de una matriz estructural (1) de naturaleza metálica, en concreto aluminio, cuya fase huésped (2) son partículas de SiC que rellenan la totalidad de las cavidades porosas. (a), (b) y (c) son imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido (SEM) y (d) es una imagen obtenida por fotografía convencional. En (a) se muestra la morfología angular de las partículas de SiC, con un diámetro medio de unos 750 micrómetros; en (b) se muestran estas mismas partículas con un recubrimiento de cloruro sódico (NaCl), como material de sacrificio (4), de espesor en el intervalo 20-50 micrómetros conseguido con el dispositivo de la Figura 5; en (c) se muestra una imagen de dos partículas de SiC como fase huésped en las cavidades de la matriz estructural de aluminio; en (d) se muestra una fotografía de una pieza del material.

La Figura 7 muestra imágenes de un material espumado obtenido a partir de una matriz estructural (1) de naturaleza cerámica, en concreto brea de mesofase, cuya fase huésped (2) son partículas de carbón activo que rellenan parcialmente las cavidades porosas del material espumado. (a), (b) y (c) son imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido (SEM) y (d) es una imagen obtenida por fotografía convencional. En (a) se muestra la morfología de las partículas de carbón activo, con un diámetro medio de 1 milímetro; en (b) se muestran estas mismas partículas con un recubrimiento de cloruro sódico (NaCl) de espesor en el intervalo 70-100 micrómetros conseguido con el dispositivo de la Figura 5; en (c) se muestra una imagen de una partícula de carbón activo como fase huésped (2) en una cavidad porosa del material espumado de brea de mesofase; en (d) se muestra una fotografía de una pieza del material.

La Figura 8 muestra imágenes de un material espumado obtenido a partir de una matriz estructural (1) de naturaleza metálica, en concreto estaño, cuya fase huésped (2) son partículas esféricas de cobalto que rellenan parcialmente las cavidades porosas. (a) es una imagen obtenida por microscopía electrónica de barrido (SEM) y (b), (c) y (d) son imágenes obtenidas por microscopía óptica. En (a) se muestra una partícula de cobalto, con un diámetro medio de 5 milímetros, recubierta con cloruro sódico (NaCl), como material de sacrificio (4), de espesor en el intervalo 150-200 micrómetros conseguido con el dispositivo de la Figura 5; (b), (c) y (d) muestran imágenes de partículas de cobalto como fase huésped (2) en las cavidades porosas del material espumado de estaño.

La Figura 9 muestra imágenes de un material espumado obtenido a partir de una matriz estructural (1) de naturaleza metálica, en concreto aluminio, cuya fase huésped (2) son partículas de carbón activo que rellenan la totalidad de las cavidades porosas y en el que la fase estructural (1) y la fase huésped (2) mantienen uniones en puntos discretos. (a) es una imagen obtenida por microscopía óptica y (b) es una imagen obtenida por microscopía electrónica de barrido (SEM). En (a) se muestra la morfología de las partículas de carbón activo (de las mismas características que las mostradas en la Figura 7a) en las que se ha formado un recubrimiento discontinuo de cloruro sódico (NaCl) como material de sacrificio (4), de espesor en el intervalo 80-100 micrómetros conseguido con el dispositivo de la Figura 5 por medio del control de las condiciones de depósito con objeto de que la capa de recubrimiento esté formada por pocos cristales grandes (las discontinuidades aparecen entre los granos cristalinos); en (b) se muestra una imagen de una partícula de carbón activo como fase huésped en una cavidad porosa de la matriz estructural de aluminio, con la que mantiene una unión puntual indicada en la figura.

La Figura 10 muestra imágenes de un material espumado obtenido a partir de una matriz estructural (1) de naturaleza metálica, en concreto aluminio, cuya fase huésped (2) son partículas de carburo de silicio (SiC) que rellenan la totalidad de las cavidades porosas y en el que la fase estructural (1) y la fase huésped (2) mantienen uniones en puntos discretos. (a) es una imagen obtenida por microscopía óptica y (b) es una imagen obtenida por microscopía electrónica de barrido (SEM). En (a) se muestra la morfología de una partícula de carburo de silicio (de las mismas características que las mostradas en la Figura 6a) en la que se ha formado un recubrimiento discontinuo de cloruro sódico (NaCl) como material de sacrificio (4), de espesor en el intervalo 80-100 micrómetros conseguido con el dispositivo de la Figura 5 por medio del control de las condiciones de depósito con objeto de que la capa de recubrimiento esté formada por pocos cristales grandes (las discontinuidades aparecen entre los granos cristalinos); en (b) se muestra una imagen de una partícula de carburo de silicio como fase huésped en una cavidad porosa de la matriz estructural de aluminio, con la que mantiene una unión puntual indicada en la figura.

EXPOSICIÓN DETALLADA DE LA REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION

El material espumado de la presente invención queda configurado, en su realización más sencilla, por tres fases (ver Figura 1):

- 5 - una matriz estructural (1), que comprende una pluralidad de cavidades porosas (3) interconectadas entre sí,
- una fase huésped (2), en forma finamente dividida de partículas o fibras, que se aloja en la totalidad o en parte de las cavidades porosas, y
- un fluido, cuya naturaleza depende del ambiente en que se encuentre el material, ya
- 10 que las cavidades porosas (3) se encuentran conectadas al exterior a través de las interconexiones entre ellas.

Tal y como se ha mencionado en la descripción general de la invención, el material espumado de la presente invención puede quedar conformado por varias fases huésped (2 y 2'') de diferente naturaleza, con objeto de que cada una de ellas aporte una funcionalidad diferente

15 al material espumado final.

El material que conforma la fase huésped (2) se selecciona preferentemente en estado finamente dividido, en forma de partículas o fibras, cuyas dimensiones pueden variar en el intervalo 0.1 micrómetros - 1 centímetro de diámetro para partículas y en el mismo intervalo de diámetro y en el intervalo 0.1 micrómetro - 5 centímetros de longitud para fibras.

20 En su realización más sencilla, el método de fabricación del material espumado con al menos una fase huésped (2) y al menos un material de sacrificio (4) comprende las siguientes etapas (ver Figura 2, Figura 3 y Figura 4 para mayor detalle):

- a) recubrimiento continuo o discontinuo de la fase huésped (2) previamente dividida en partículas o fibras, con al menos un material de sacrificio (4),
- 25 b) compactación de la fase huésped (2) recubierta obtenida en la etapa a) hasta formar una preforma porosa,
- c) infiltración de la preforma porosa de la etapa b), con un líquido precursor de la matriz estructural (1'),
- d) solidificación del líquido precursor (1') de la etapa c) y mecanizado
- 30 e) eliminación del material de sacrificio (4) de la fase huésped.

El recubrimiento de la fase huésped (2) se hace con un material de sacrificio (4) cuya naturaleza se selecciona en función del líquido infiltrante, ya que su punto de fusión/reblandecimiento debe ser más elevado que el de éste. El material de sacrificio (4) se selecciona preferentemente entre: haluros salinos (ej: NaCl, KCl), carbonatos salinos (ej: K₂CO₃, CaCO₃), fluoruros de estroncio (SrF₂) o bario (BaF₂), aluminato de sodio (NaAlO₂), sulfatos salinos (ej: MgSO₄) y dióxido de silicio (SiO₂).

El recubrimiento de la fase huésped (2) con el material de recubrimiento (4) puede tener un espesor que se selecciona preferentemente en el intervalo 1 micrómetro – 5 milímetros.

El recubrimiento de la fase huésped (2) puede ser continuo o discontinuo. Un recubrimiento continuo genera materiales espumados en los que la fase huésped (2) y la matriz estructural (1) no mantienen ninguna unión. Un recubrimiento discontinuo genera materiales en los que la fase huésped (2) y la matriz estructural (1) mantienen uniones discretas. En el caso de recubrimientos discontinuos éstos sólo pueden presentar zonas discretas de discontinuidad para asegurar en el material espumado la interconexión entre las cavidades porosas.

Las discontinuidades de los recubrimientos discontinuos pueden generarse in-situ, por medio del crecimiento del recubrimiento bajo condiciones que favorecen una baja nucleación y un elevado crecimiento cristalino, o bien a posteriori, a través de la fractura localizada de recubrimientos continuos.

La fase huésped (2) recubierta con el material de sacrificio (4) se compacta en crisoles (5) cuya naturaleza depende del punto de fusión/reblandecimiento y de la compatibilidad química con el líquido con que vaya a realizarse la etapa de infiltración. La naturaleza del crisol (5) se selecciona de manera preferente entre el siguiente grupo: vidrio (para líquidos compatibles con punto de fusión/reblandecimiento inferior a 400 °C), vidrio pyrex (para líquidos compatibles con punto de fusión/reblandecimiento inferior a 600 °C), cuarzo (para líquidos compatibles con punto de fusión/reblandecimiento inferior a 1500 °C), alúmina (para líquidos compatibles con punto de fusión/reblandecimiento inferior a 2000 °C), grafito para líquidos compatibles con punto de fusión/reblandecimiento inferior a 3500 °C). La compactación de la fase huésped (2) recubierta con el material de sacrificio (4) se realiza mediante alguna técnica convencional de compactado, seleccionada preferentemente entre las siguientes: compactación por vibración, compactación mediante presión mecánica, compactación mediante impactos o compactación mediante combinación de impactos y vibraciones.

La preforma porosa generada es posteriormente infiltrada mediante una fase líquida precursora de la fase sólida (1') que conformará la matriz estructural del material espumado.

La infiltración puede conseguirse preferentemente por infiltración por presión de gas, infiltración asistida por microondas, infiltración centrífuga o infiltración por presión mecánica (squeeze casting). Posteriormente a la infiltración, se procede a la solidificación direccional del material líquido infiltrante. Seguidamente se procede al desmoldeo del material y a su mecanizado con herramientas (7) y técnicas convencionales. Es posible que determinados materiales precursores (1') requieran ser tratados adecuadamente para modificar su estructura (por ejemplo, precursores de grafito como las breas de mesofase pueden ser tratadas térmicamente hasta generar material grafitico). Estos tratamientos pueden realizarse antes o después de la etapa de eliminación del material de sacrificio (4) que recubre la fase huésped (2).

El material de recubrimiento (4) se elimina siguiendo metodologías diferentes en función de su naturaleza. El método de eliminación, que puede basarse en disolución en una fase líquida (8) o en una reacción controlada con una fase líquida o gas (8'), se selecciona preferentemente entre el siguiente grupo:

a) eliminación por disolución en agua o soluciones acuosas – preferentemente para haluros de alcalinos (ej: NaCl, KCl), carbonatos de alcalinos y alcalino-térreos (ej: K_2CO_3 , $CaCO_3$), fluoruros de estroncio (SrF_2) o bario (BaF_2), aluminato de sodio ($NaAlO_2$), sulfato de magnesio ($MgSO_4$);

b) eliminación por disolución en ácidos – preferentemente para dióxido de silicio (SiO_2);

c) eliminación por tratamiento térmico – preferentemente para carbonatos de alcalinos y alcalino-térreos (ej: K_2CO_3 , $CaCO_3$);

d) combustión (tratamiento térmico en atmósfera con presencia de oxígeno) – preferentemente para recubrimientos de carbono o poliméricos.

Los procesos basados en eliminación del material de sacrificio (4) por disolución pueden llevarse a cabo de manera preferente mediante los siguientes métodos: i) inmersión en la disolución durante un tiempo controlado; ii) inmersión en la disolución durante un tiempo controlado seguido de inyección de la disolución a una determinada presión durante un tiempo controlado. Este método combinado (ii) permite una eliminación más rápida del material de sacrificio (4).

La dimensión del espacio libre que queda entre las cavidades de la matriz estructural (1) y la fase huésped (2) queda definido por el espesor del material de recubrimiento (4).

La apertura de interconexión entre las distintas cavidades porosas del material espumado es función de la forma que adopten las partículas o fibras de la fase huésped (2) después de su recubrimiento con el material de sacrificio (4) y del modo en que éstas se toquen en el compactado que conforma la preforma porosa. En cualquier caso, debe velarse porque la

5 apertura de interconexión no iguale o supere el diámetro de las partículas o fibras de la fase huésped (2), ya que ello podría provocar la salida de la fase huésped (2) del material y la pérdida de la funcionalidad del material, que se transformaría en una espuma convencional del material que conforma la matriz estructural (1).

Como se muestra en la Figura 3, el material espumado puede contener más de una fase huésped (2, 2') y puede haberse realizado con uno o varios materiales de recubrimiento de

10 sacrificio (4, 4'), además de contener cavidades no ocupadas por fase huésped (2) generadas a partir de partículas de sacrificio (4'') de igual o distinta naturaleza que el material o los materiales de sacrificio utilizados para recubrir la/s fase/s huésped.

Así mismo, el material espumado puede estar comprendido por una matriz estructural y una

15 o varias fase/s huésped que mantienen uniones entre ellas, de manera que la/s fase/s huésped queda/n fijada/s por medio de uno o varios anclajes físicos o químicos discretos con la matriz estructural. El número y tamaño de estos anclajes deber ser mínimo, con objeto de asegurar la interconexión de todas las cavidades porosas en el material espumado (Figura 4). Para ello, el material espumado debe haberse realizado por medio de un recubrimiento de

20 sacrificio (4) discontinuo, de manera que el líquido infiltrante puede penetrar entre los canales de discontinuidad y llegar a tocar la fase huésped. La posterior solidificación del material infiltrante debe mantener estas uniones entre fase huésped y matriz estructural.

EJEMPLOS DE REALIZACIÓN

EJEMPLO 1

En este ejemplo se describe la realización de material espumado de aluminio de poro interconectado con fase huésped (2) de partículas de carburo de silicio (SiC) de diámetro medio de 750 micrómetros que rellenan la totalidad (100%) de las cavidades porosas. Se

30 procedió a recubrir las partículas de la fase huésped (2) con NaCl como material de sacrificio (4), mediante el método de deposición por precipitación forzada con spray. Para ello se preparó el dispositivo mostrado en la Figura 5, que permite mantener las partículas en

suspensión por medio de un lecho fluidizado generado por la entrada de un gas inerte (argón) a través de un material poroso colocado en la parte inferior del dispositivo. El sistema permite el calentamiento de las partículas hasta una temperatura máxima de 1000°C. En concreto, las partículas de SiC se mantuvieron a una temperatura de 300°C. A través del orificio de entrada ((12) en Figura 5) se dejó entrar una nebulosa generada por la vaporización de una disolución preparada con 20 g de NaCl en 100 g de agua. La nebulosa se proyectó durante intervalos de 5 segundos, con intervalos de descanso entre cada nebulización de 30 segundos. Mediante este método se consiguió una capa compacta de NaCl con un espesor de recubrimiento de 20-50 micrómetros.

18 gramos de partículas de SiC así recubiertas (SiC-NaCl) fueron compactadas en un crisol de cuarzo de 17 mm de diámetro y 150 mm de longitud. El lecho compactado alcanzó una altura dentro del tubo de 50 mm. Se añadió una pieza de metal aluminio (25 g) en la parte superior del lecho y se trasladó el conjunto al interior de una cámara de infiltración. Ésta se cerró y se aplicó vacío hasta una presión de 0.1 mbar. Posteriormente se elevó la temperatura hasta 750 °C mediante una rampa de calentamiento de 3 °C/min. La temperatura se mantuvo en 750 °C durante 15 minutos y seguidamente se procedió a aplicar presión en la cámara hasta una presión de 5 bar.

La presión se mantuvo durante 2 minutos y acto seguido se descendió el crisol hasta el fondo de la cámara de infiltración, que actúa de trampa fría para una solidificación direccional y rápida. Posteriormente a la solidificación se desmoldó la muestra y se mecanizó para eliminar el metal sobrante, hasta tener acceso a las partículas recubiertas por todas las caras del cilindro. El mecanizado se llevó a cabo mediante una sierra de corte y luego mediante un torno, utilizando herramientas de corte, para finalmente realizar un acabado fino mediante lijas abrasivas de granos sucesivos 240 y 400 (sistema de medida grit). La eliminación del material de sacrificio (4) se consiguió mediante la inmersión de la pieza en agua en un vaso de precipitados agitado magnéticamente durante 5 minutos. Después de este tiempo se ajustó la pieza a un tubo por el que se hizo pasar agua a presión de 4 bar, con lo que se consiguió la disolución completa de la sal en un tiempo de 15 minutos. Detalles del material conseguido pueden verse en la Figura 6.

EJEMPLO 2

En este ejemplo se describe la realización de un material espumado de aluminio de poro interconectado con fase huésped (2) de partículas de carburo de silicio (SiC) de diámetro medio de 750 micrómetros que rellenan la mitad (50%) de las cavidades porosas. El modo de realización es idéntico al del EJEMPLO 1 pero se parte de una mezcla de partículas de SiC de diámetro medio de 750 micrómetros recubiertas con NaCl (SiC-NaCl) con un espesor de recubrimiento de 20-50 micrómetros y partículas de NaCl de diámetro medio de 750 micrómetros. La relación en volumen de la mezcla utilizada es 1:1 para SiC-NaCl:NaCl, para lo cual se utilizan 8.88 gramos de partículas de SiC-NaCl y 6.47 gramos de partículas de NaCl.

EJEMPLO 3

En este ejemplo se describe la realización de material espumado de brea de mesofase de poro interconectado con fase huésped (2) de partículas de carbón activo de diámetro medio de 1 milímetro que rellenan la totalidad (100%) de las cavidades porosas. Se procedió a recubrir las partículas con NaCl mediante el método de deposición por precipitación forzada con spray del mismo modo que en el EJEMPLO 1. Se consiguió un espesor de recubrimiento de 70-100 micrómetros. La infiltración con brea de mesofase se realizó a 400°C mediante un procedimiento de infiltración análogo al descrito en el EJEMPLO 1. El modo de realización es idéntico al del EJEMPLO 1 pero se partió de una cantidad de 13 gramos de partículas de carbón activo. Detalles del material conseguido pueden verse en la Figura 7.

EJEMPLO 4

En este ejemplo se describe la realización de material espumado de estaño de poro interconectado con fase huésped (2) de partículas esféricas de cobalto de diámetro medio de 5 milímetros que rellenan la mitad (50%) de las cavidades porosas. Se procedió a recubrir las partículas con NaCl mediante el método de deposición por precipitación forzada con spray del mismo modo que en el EJEMPLO 1. Se consiguió un espesor de recubrimiento de 150-200 micrómetros. La infiltración con estaño se realizó a 400°C mediante un procedimiento de infiltración análogo al descrito en el EJEMPLO 1. El modo de realización es idéntico al del EJEMPLO 1 pero se parte de una mezcla de partículas de cobalto de diámetro medio de 5 milímetros recubiertas con NaCl (Co-NaCl) y partículas de NaCl de diámetro medio de 3 milímetros. La relación de volumen de la mezcla utilizada es 1:1 para Co-NaCl:NaCl, para la

cual se utilizaron 23 gramos de partículas de Co-NaCl y 6.5 gramos de partículas de NaCl. Detalles del material conseguido pueden verse en la Figura 8.

EJEMPLO 5

5 En este ejemplo se describe la realización de material espumado de estaño de poro interconectado con dos fases huésped de partículas de carbón activo (2) y partículas esféricas de cobalto (2'') de 1 milímetro y 5 milímetros de diámetro medio respectivamente. La fase huésped (2) de partículas de carbón activo rellenan el 25% de las cavidades de la espuma y la fase huésped de partículas de cobalto (2') rellenan otro 25% de las cavidades porosas. Se
10 procedió a recubrir las partículas con NaCl mediante el método de deposición por precipitación forzada con spray del mismo modo que en el EJEMPLO 1. Se consiguió un espesor de recubrimiento de 70-100 micrómetros en las partículas de carbón activo y de 150-200 micrómetros en las partículas de cobalto. El modo de realización es idéntico al del EJEMPLO 4 pero se partió de una mezcla de partículas en relación de volumen 1:1:2 para carbón-
15 NaCl:Co-NaCl:NaCl, para lo cual se utilizaron 3.27 g de partículas de carbón activo, 11.48 g de partículas de cobalto y 6.47 g de partículas de NaCl.

EJEMPLO 6

En este ejemplo se describe la realización de material espumado de aluminio de poro
20 interconectado con fase huésped (2) de partículas de carbón activo de diámetro medio de 1 milímetro que rellenan la totalidad (100%) de las cavidades porosas y en el que la matriz estructural (1) de aluminio y la fase huésped (2) de carbón activo mantienen uniones en puntos discretos. Se procedió a recubrir las partículas con NaCl mediante el método de deposición por precipitación forzada con spray del mismo modo que en el EJEMPLO 1 pero en este caso
25 la disolución nebulizada estaba saturada en NaCl. Se consiguió un espesor de recubrimiento discontinuo de 80-100 micrómetros. El modo de realización es idéntico al del EJEMPLO 1 pero se partió de una cantidad de 13 gramos de partículas de carbón activo. Detalles del material conseguido pueden verse en la Figura 9.

EJEMPLO 7

En este ejemplo se describe la realización de un material espumado de aluminio de poro interconectado con fase huésped (2) de partículas de carburo de silicio (SiC) de diámetro medio de 750 micrómetros que rellenan la totalidad (100%) de las cavidades porosas y en el

5 que la matriz estructural (1) de aluminio y la fase huésped (2) de carburo de silicio mantienen uniones en puntos discretos. Se procedió a recubrir las partículas con NaCl mediante el método de deposición por precipitación forzada con spray del mismo modo que en el EJEMPLO 1 pero en este caso la disolución nebulizada estaba saturada en NaCl. Se consiguió un espesor de recubrimiento discontinuo de 80-100 micrómetros. El modo de

10 realización es idéntico al del EJEMPLO 1 pero se partió de una cantidad de 16 gramos de partículas de carburo de silicio. Detalles del material conseguido pueden verse en la Figura 10.

REIVINDICACIONES

1. Material espumado que comprende:

- una matriz estructural (1),
- al menos una fase huésped (2), y
- 5 – un fluido,

caracterizado por que la matriz estructural (1) comprende una pluralidad de cavidades porosas (3) interconectadas entres sí, la/s fase/s huésped (2) se encuentra/n alojada/s en el interior de al menos una cavidad porosa (3) de la matriz estructural (1) y el fluido se encuentra alojado en el interior de las cavidades porosas (3).

10 2. Material espumado según la reivindicación 1, donde la/s fase/s huésped (2) está/n alojada/s en el interior de las cavidades porosas (3) de la matriz estructural (1) sin mantener ninguna unión con dicha matriz estructural (1).

15 3. Material espumado según la reivindicación 1, donde la/s fase/s huésped (2) está/n alojada/s en el interior de las cavidades porosas (3) de la matriz estructural (1) manteniendo uniones discretas con dicha matriz estructural (1).

4. Material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, donde la matriz estructural (1) está constituida por un material de naturaleza metálica, polimérica, cerámica o mezclas de los mismos.

20 5. Material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, donde la matriz estructural (1) está constituida por un material de naturaleza metálica seleccionado de entre un metal puro, aleaciones de metales y mezclas de los mismos.

6. Material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, donde la matriz estructural (1) está constituida por un material de naturaleza cerámica seleccionada de entre carbón, grafito, silicio, carburo de silicio, alúmina, zeolitas y mezclas de los mismos.

25 7. Material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, donde la matriz estructural (1) está constituida por un material de naturaleza polimérica seleccionado de entre nitrocelulosa, caucho vulcanizado, nilón, policloruro de vinilo, poliestireno, polietileno, polimetilmetacrilato, polipropileno, politereftalato de etileno, poliuretano y mezclas de los mismos.

30 8. Material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, donde la/s fase/s huésped (2) es/son un material funcional.

9. Material espumado según la reivindicación 8, donde la/s fase/s huésped (2) es/son un material funcional seleccionado de entre materiales adsorbentes, absorbentes (de impactos o radiación), catalíticos, magnéticos, soporte, soporte de catalizadores, liberadores de sustancias químicas y/o fármacos y materiales con función electródica.

5 10. Material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 8-9, donde el material funcional es seleccionado de entre: carbón, carbón activo, grafito, alúmina (Al_2O_3), alúmina activada (Al_2O_3), silicio (Si), carburo de silicio (SiC), carburo de silicio activado (SiC), carburo de titanio (TiC), carburo de titanio activado (TiC), nitruro de aluminio (AlN), ceria (CeO_2), ceria activada (CeO_2), titania (TiO_2), titania activada (TiO_2), zeolitas, materiales de esqueleto
10 órgano-metálico (MOFs), platino (Pt), rodio (Rh), paladio (Pd), hierro, cobalto, níquel y aleaciones metálicas que los contengan, óxidos de hierro (Fe_xO_y), óxidos de cobalto (Co_xO_y), y óxidos de níquel (Ni_xO_y).

11. Material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-10, donde el fluido es un líquido o un gas.

15 12. Procedimiento para la preparación de un material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, que comprende las siguientes etapas:

a) recubrimiento continuo o discontinuo de la/s fase/s huésped (2) previamente dividida/s en partículas o fibras, con al menos un material de sacrificio (4),

b) compactación de la/s fase/s huésped/es (2) recubierta obtenida/s en la etapa a) hasta
20 formar una preforma porosa,

c) infiltración de la preforma porosa de la etapa b), con un líquido precursor (1') de la matriz estructural,

d) solidificación del líquido precursor (1') de la etapa c) y mecanizado,

e) eliminación del material de sacrificio (4) de la fase huésped.

25 13. Procedimiento según la reivindicación 12, donde el material de sacrificio (4) de la etapa a) es una sal seleccionada de entre haluros, carbonatos, fluoruros, aluminatos, sulfatos y silicatos.

14. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12-13, que comprende una etapa adicional, de compactación de las partículas de material sacrificio de la etapa b) junto con las
30 partículas de la fase huésped (2) recubiertas en la etapa a).

15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12-14 donde la etapa de recubrimiento se realiza con dos o más materiales de sacrificio.
16. Uso del material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11 como material de adsorción.
- 5 17. Uso del material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, como catalizador.
18. Uso del material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, para la liberación controlada de fármacos.
19. Uso del material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, como material
10 de implante.
20. Uso del material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, como material magnético.
21. Uso del material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, como material de absorción.
- 15 22. Uso del material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, como material electródico.
23. Uso del material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, como material resonador de ondas.
24. Uso del material espumado según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, como material
20 plantilla.

FIG. 1

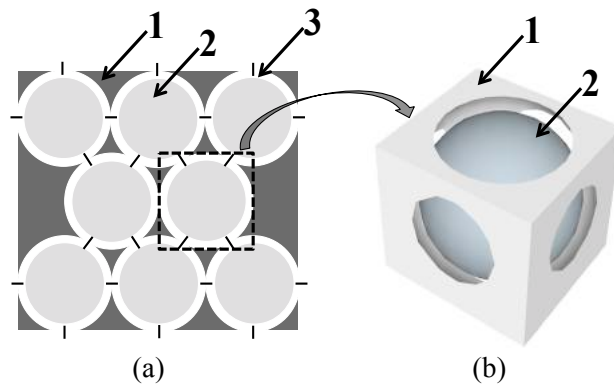


FIG. 2

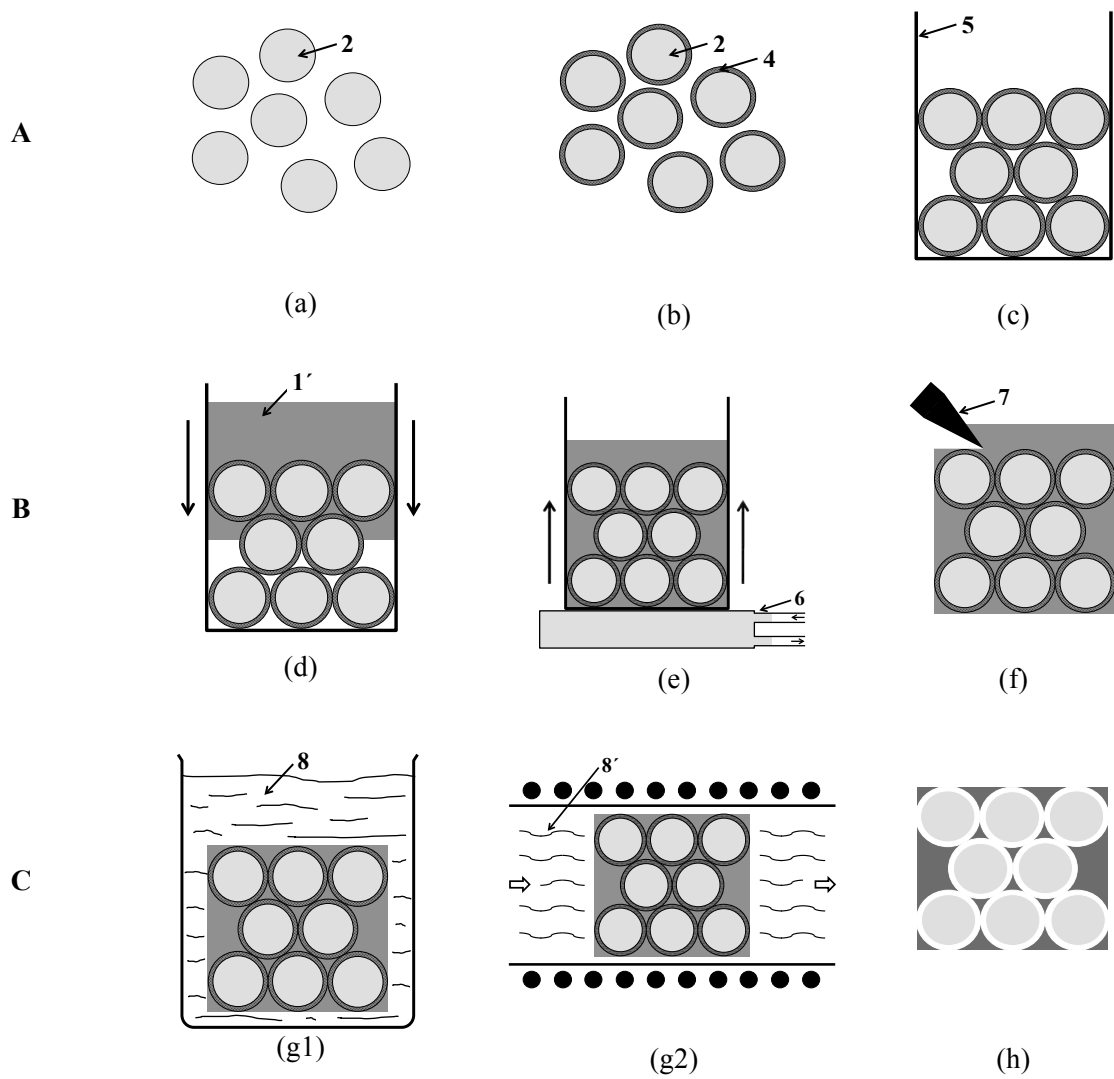


FIG. 3

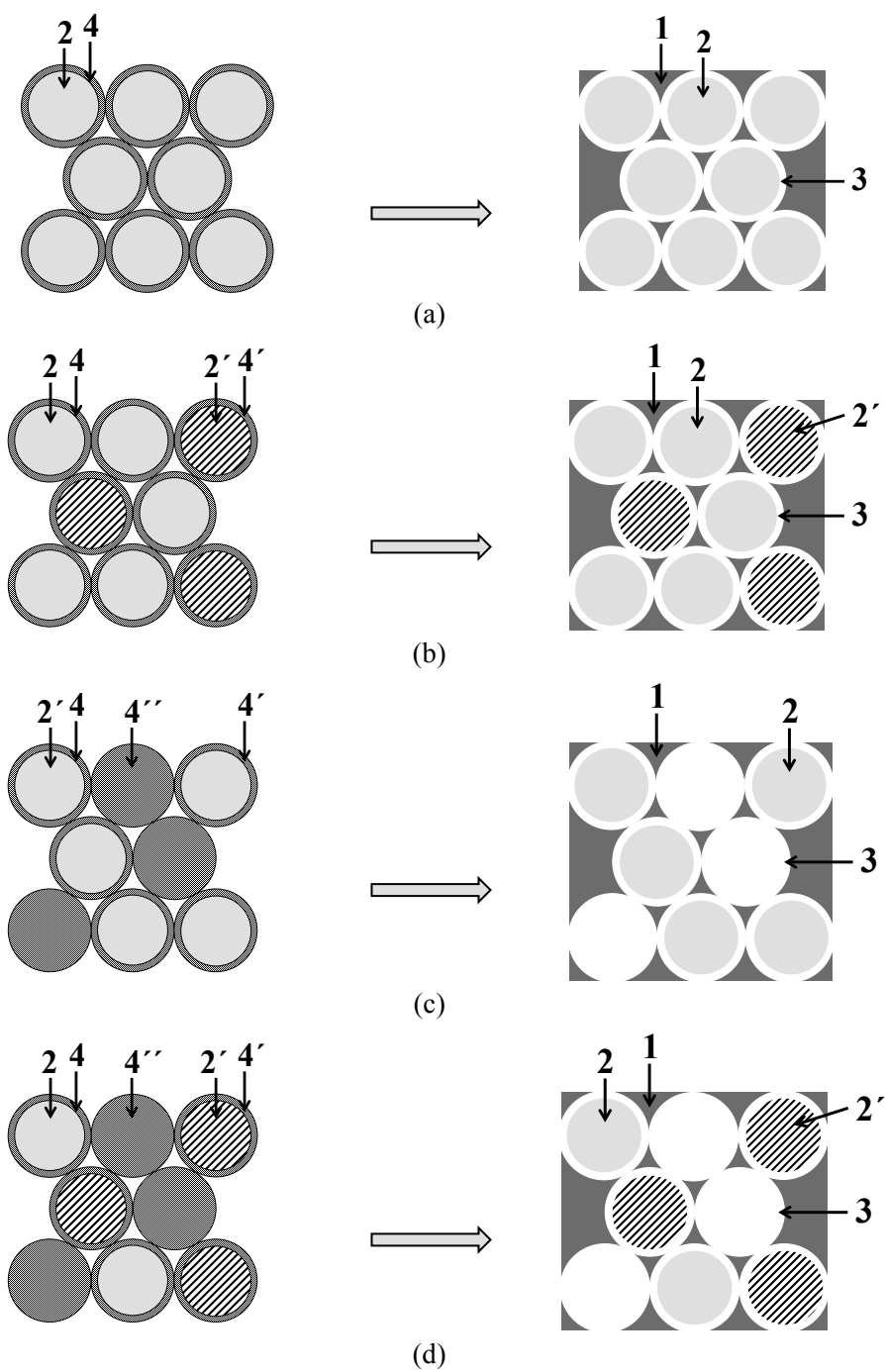


FIG. 4

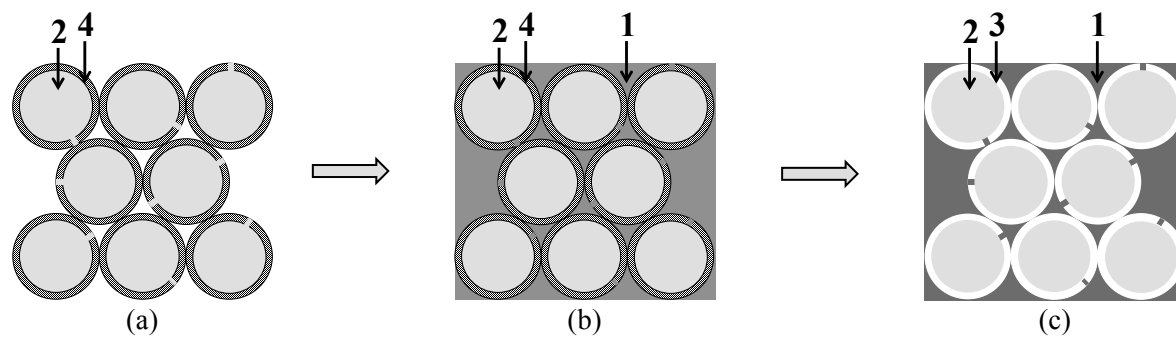


FIG. 5

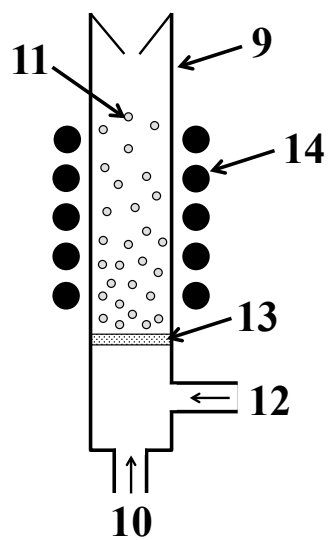
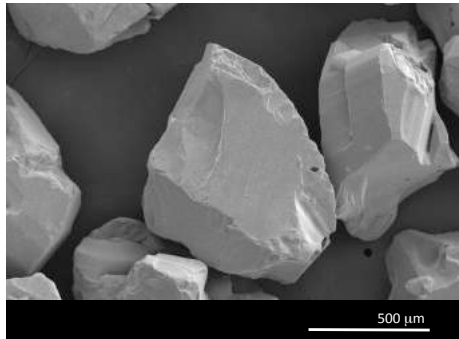
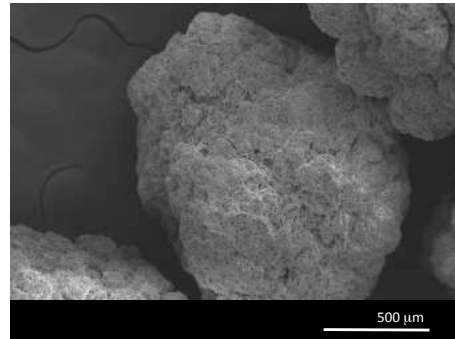


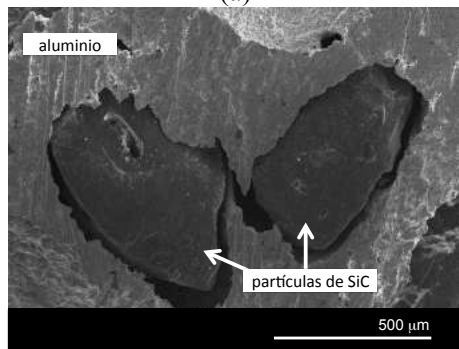
FIG. 6



(a)



(b)

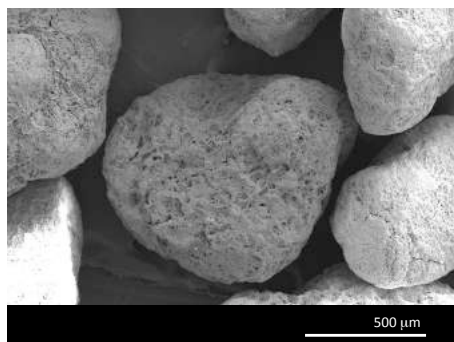


(c)

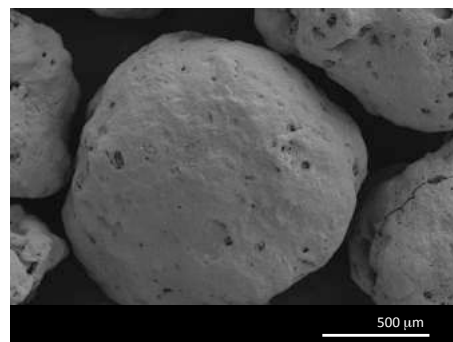


(d)

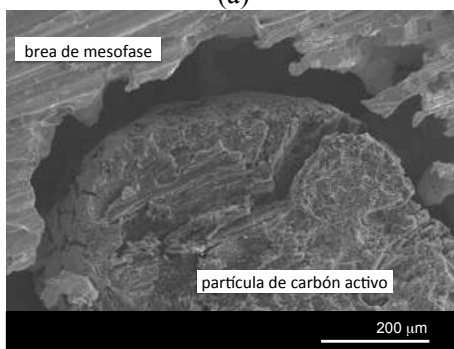
FIG. 7



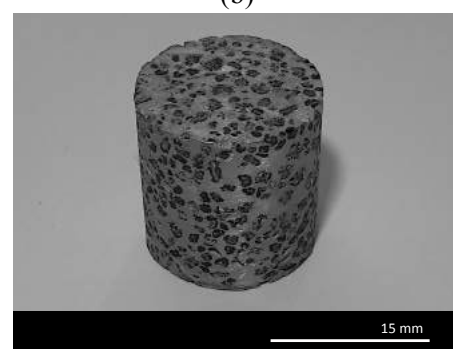
(a)



(b)



(c)



(d)

FIG. 8

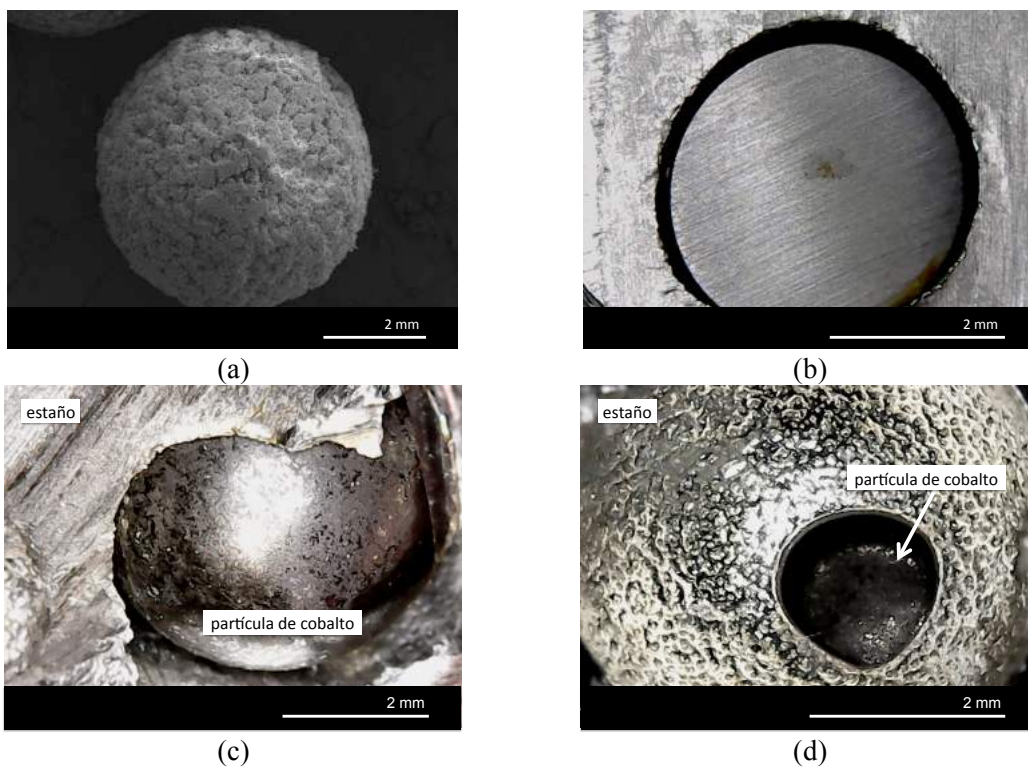


FIG. 9

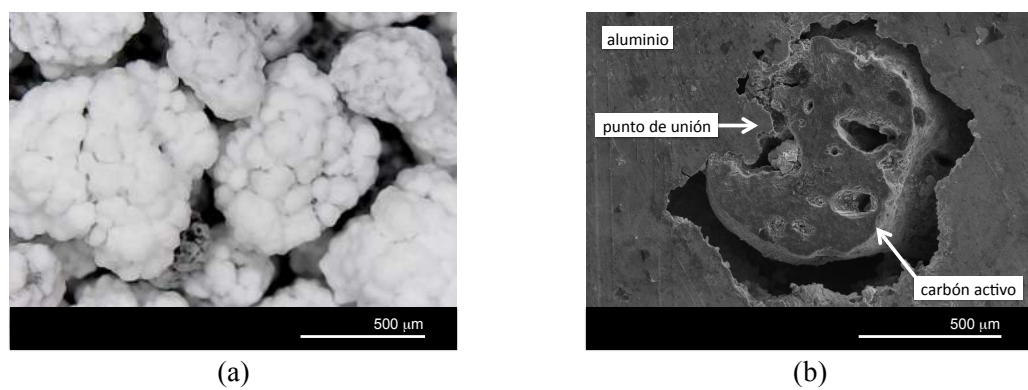
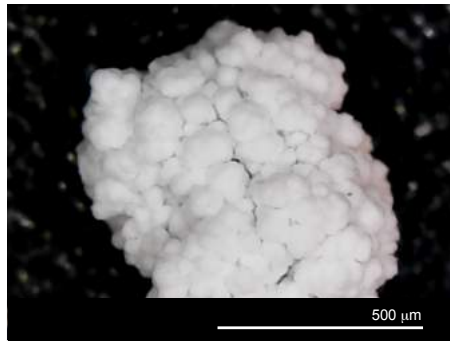
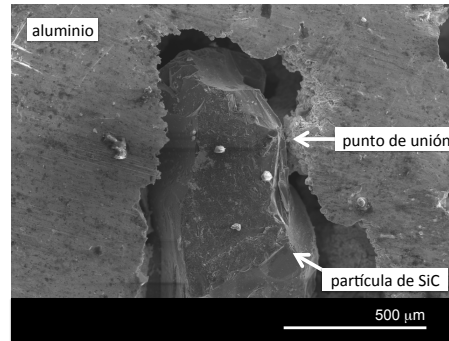


FIG. 10



(a)



(b)



- ②① N.º solicitud: 201730890
②② Fecha de presentación de la solicitud: 05.07.2017
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	MOLINA-JORDA J M. Mesophase pitch-derived graphite foams with selective distribution of TiC nanoparticles for catalytic applications. CARBON, 20160226 ELSEVIER, OXFORD, GB. , 26/02/2016, Vol. 103, Páginas 5 - 8, ISSN 0008-6223, <DOI: doi:10.1016/j.carbon.2016.02.051>, páginas 5 - 8.	1,3,4,6-11,17
X	WO 2014210608 A1 (HARVARD COLLEGE) 31/12/2014, resumen; páginas 4 - 6.	1, 3-11
A	SCOTT A et al. A simple water-based synthesis of Au nanoparticle/PDMS composites for water purification and targeted drug release. Macromolecular Chemistry and Physics 20100802 Wiley-VCH Verlag deu. , 02/08/2010, Vol. 211, Páginas 1640 - 1647, ISSN 1022-1352 (print) ISSN 1521-3935 (electronic), <DOI: doi:10.1002/macp.201000079>. Resumen y apartado: "Applications".	1-24
A	GENTILE PIERGIORGIO et al. Influence of Parathyroid Hormone-Loaded PLGA Nanoparticles in Porous Scaffolds for Bone Regeneration. International journal of molecular sciences Switzerland 28 Aug 2015. , 28/08/2015, Vol. 16, Páginas 20492 - 20510, ISSN 1422-0067 (Electronic), <DOI: doi: 10.3390/ijms160920492 pubmed: 26343649>, resumen y apartado: "Conclusions".	1-24
A	WO 2009091292 A2 (TISHIN ALEXANDER METTALINOVICH et al.) 23/07/2009, ejemplos.	1-24

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
13.12.2017

Examinador
M. d. García Poza

Página
1/2

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

C04B38/04 (2006.01)**B29C44/00** (2006.01)**C22C1/08** (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C04B, B29C, C22C

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, NPL, COMPENDEX, MEDLINE