

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 729 972**

51 Int. Cl.:

C08J 9/40	(2006.01)
E04B 1/74	(2006.01)
C04B 28/00	(2006.01)
C04B 38/00	(2006.01)
C04B 28/24	(2006.01)
B01J 13/00	(2006.01)
C04B 26/12	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.06.2014 PCT/EP2014/062437**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **18.12.2014 WO14198931**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.06.2014 E 14729691 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2019 EP 3008123**

54 Título: **Materiales compuestos aislantes que comprenden un aerogel inorgánico y una espuma de melamina**

30 Prioridad:

14.06.2013 FR 1355558

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.11.2019

73 Titular/es:

**ASPEN AEROGELS, INC. (100.0%)
30 Forbes Road, Bldg B
Northborough MA 01532, US**

72 Inventor/es:

**BONNARDEL, PIERRE-ANTOINE;
CHAUSSON, SOPHIE y
GERARDIN, EMILIE**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 729 972 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

Materiales compuestos aislantes que comprenden un aerogel inorgánico y una espuma de melamina

La presente invención se refiere a materiales compuestos aislantes que comprenden un aerogel inorgánico y una espuma de melamina, y a sus usos. La economía de energía y, más especialmente, el aislamiento térmico, se encuentran en la actualidad en el centro de las problemáticas de la industria y la construcción.

El aislamiento térmico se obtiene de forma tradicional mediante el uso de lana de vidrio, de roca, de poliestireno expandido o poliestireno extrudido, frecuentemente combinados en sistemas de aislamiento industrial por una parte, y por el edificio por la otra. En el aislamiento del edificio, estos aislantes pueden estar pegados a una placa de escayola. El comportamiento de aislamiento térmico de estos materiales se determina por su conductividad térmica. Cuando menor sea el valor de la conductividad térmica, menos conduce el material el calor, y mejor es el aislamiento térmico. En la presente invención, la conductividad térmica se mide de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica, de fecha julio de 2001.

Sin embargo, los industriales buscan materiales aislantes siempre de mejor rendimiento y más económicos.

Es en este marco donde se han desarrollado los aislantes a base de aerogeles y xerogeles.

Un gel incluye una estructura continua tridimensional porosa. La preparación de un gel implica una etapa de transición sol-gel, es decir, el paso de una suspensión de partículas sólidas, el sol, a un material gelatinoso de aspecto sólido, el gel.

Se distingue, dependiendo de la naturaleza del fluido presente en los poros del gel, entre aerogeles y xerogeles (aire), hidrogeles (agua), los organogeles (disolvente orgánico), especialmente los alcohojeles (alcohol). El conjunto de los términos hidrogeles, alcohojeles y organogeles se reúnen en la denominación más general de liogeles.

Tradicionalmente, el término aerogel se refiere de forma general a un seco en condiciones supercríticas, es decir, que el disolvente mayoritario está en un estado de fluido supercrítico en estas condiciones, mientras que el término xerogel se refiere a un gel seco en condiciones subcríticas, es decir, que el disolvente mayoritario no está en un estado de fluido supercrítico en estas condiciones. Análogamente, los aerogeles y los xerogeles son muy interesantes no solo por su cualidad como aislantes térmicos y acústicos, sino también por su baja densidad.

No obstante, se engloban con el término "aerogel" a la vez los aerogeles y los xerogeles, por simplificar. Normalmente, los aerogeles se obtienen en forma granular, lo que supone problemas de transporte y manipulación. Por tanto, se han aportado varias soluciones para obtener aerogeles monolíticos.

Además, es una ventaja, especialmente para las aplicaciones en el campo de la construcción, obtener un espesor del material aislante, por ejemplo, superior a 2 cm, incluso de aproximadamente 5 cm. En efecto, las nuevas normas para el aislamiento en el interior de edificios (Reglamentación Térmica 2012 francesa) preconiza el uso de paneles cuya resistencia térmica sea de $R = 3 \text{ m}^2 \cdot \text{K/W}$.

Otro problema vinculado al uso de aerogeles y, en particular de los aerogeles granulares, se encuentra en su carácter pulverulento, es decir, que liberan polvo, por ejemplo, de sílice en el caso de los aerogeles de sílice.

Una primera categoría de materiales monolíticos que permite superar una parte de estos problemas se obtiene por adición de un aglutinante a un aerogel en particular. Las partículas de los aerogeles quedan así "pegadas" entre sí. En general, para aumentar el rendimiento térmico del material utilizado, el aglutinante utilizado es una espuma. Esto es lo que se describe especialmente en los documentos US 2012/0142802, EP 1.808.454, EP 0 340 707 y DE 195 33 564, para los que el aglutinante es una espuma de melamina.

El procedimiento de preparación de este tipo de material compuesto monolítico consiste en mezclar partículas de aerogeles preformados en una mezcla de precursores de la espuma de melamina, posteriormente proceder a una reacción de polimerización y de formación de la espuma. Los materiales obtenidos según dicho procedimiento tienen, sin embargo, rendimientos de aislamiento térmico moderados (conductividad térmica generalmente comprendida entre 25 y 40 mW/m.K). En particular, el documento US 2012/0142802 enseña el uso de una espuma que tiene un tamaño de poro comprendido entre 10 y 1000 μm y de un aerogel con un tamaño de poro menor de 50 nm y una porosidad comprendida entre 50 y 99 % como materiales de partida. No obstante, aunque el documento US 2012/0142802 indica que los materiales compuestos obtenidos tienen una conductividad térmica comprendida entre 10 y 100 mK/m.K, preferentemente entre 15 y 40 mK/m.K (véase el párrafo [00139]), este enseña únicamente materiales compuestos con una conductividad térmica superior a 22 mK/m.K (véanse los ejemplos 1 y 5), y esto independientemente del contenido del material en aerogel (respectivamente del 62 % por ejemplo 1 y 94 % para el ejemplo 5). Además, el documento US 2012/0142802 no precisa la macroporosidad de los materiales compuestos obtenidos. Los documentos EP 1 808 454, EP 0 340 707 y DE 195 33 564 tampoco precisan estas características. La solicitud de patente US 2012/0064287 enseña materiales compuestos monolíticos que comprenden un soporte que comprende un copolímero de melamina-formaldehído con una pluralidad de microaberturas, y una matriz de aerogel dispuesta en las microaberturas (véase el resumen y el párrafo [0010]). La matriz de aerogel puede estar compuesta por un aerogel orgánico tal como un aerogel de acrilamida, benzoxazina, bismaleimida, alcohol arílico, celulosa, benzaldehído sustituido por hidroxilo, o un aerogel inorgánico, por ejemplo de sílice, o una combinación de los mismos (véanse los párrafos [0011] y [0156]). La solicitud US 2012/0064287 se extiende ampliamente sobre las matrices de aerogeles orgánicos, considerando varias fórmulas generales para los precursores de los aerogeles orgánicos citados. Sin embargo, no proporciona ninguna precisión sobre su estructura, en particular respecto de su macroporosidad. Además, ningún ejemplo se refiere a un material compuesto que comprenda un aerogel inorgánico. En paralelo, los documentos US 2007/0259979, US 2009/0029147 y US 6,040,375 describen materiales compuestos que comprenden una espuma de celdas abiertas, especialmente una espuma de poliuretano, combinada con un aerogel de sílice,

obtenidos por colada de un sol de sílice sobre un panel de espuma de poliuretano preformado, seguido por gelificación, y secado. Los materiales obtenidos presentan una conductividad térmica comprendida entre 18 y 22 mW/m.K. El documento US 2009/0029147 parece enseñar que el aerogel obtenido presenta una porosidad de al menos un 95 %. El resto de documentos no parecen caracterizar el diámetro de los poros ni la porosidad de los materiales.

De este modo, el experto en la materia no es proclive a diseñar un material compuesto a base de aerogel y espuma de melamina, ya que estos, según las divulgaciones de la técnica anterior, parecen poco eficaces en términos de aislamiento térmico, especialmente en comparación con otros materiales a base de espuma de poliuretano. También le disuadiría saber que la conductividad térmica de las espumas de melamina, especialmente las espumas BASOTECT® comercializadas por BASF, es de aproximadamente 35 mW/m.K, mientras que la conductividad térmica de las espumas de poliuretano de celdas abiertas está generalmente comprendida entre 20 y 25 mW/m.K.

De manera sorprendente, el solicitante ha fabricado materiales compuestos aislantes que comprenden un aerogel inorgánico y una espuma de melamina de células abiertas que presenta buen comportamiento de aislamiento térmico, siendo al mismo tiempo fácil de manipular y disminuyendo de forma muy notable, incluso eliminando, su carácter pulverulento. En estos materiales compuestos, la espuma no tiene el papel de aglutinante.

En el sentido de la presente invención, se engloban con el término "aerogel" a la vez los aerogeles y los xerogeles. Por "material compuesto", en el sentido de la presente invención, se entiende una material que comprende al menos dos componentes no miscibles íntimamente unidos entre sí. El material compuesto tiene entonces algunas propiedades, especialmente físicas (por ejemplo conductividad térmica, rigidez, etc...) que cada uno de los materiales tomados individualmente no tiene obligatoriamente.

Por "monolítico", en el sentido de la presente invención, se entiende que el material o el aerogel es sólido y se presenta en forma de un bloque de un solo contenido, especialmente en forma de un panel. El un material o aerogel monolítico también puede ser tanto rígido como flexible. Por "rígido", se entiende que el material no se puede deformar de manera significativa sin observar la formación de fisuras, es decir, la rotura del material monolítico. En particular, esto significa que el material monolítico no se puede enrollar. Por "flexible", se entiende, por el contrario, que el material se puede deformar y, especialmente, enrollar. También se podrá emplear, análogamente, para calificar el material monolítico, el término "autoportante", término cuyo significado se entiende como que la estabilidad del producto no se debe a un soporte exterior. Un material monolítico autoportante puede ser tanto flexible como rígido.

Por "espuma", en el sentido de la presente invención, se entiende una sustancia, especialmente un polímero, que aprisiona burbujas de gas en su seno. Las espumas se distinguen entre "espumas de células cerradas", es decir, que las bolsas de gas están completamente rodeadas por material sólido, en oposición a las "espumas de células abiertas", en las que las bolsas de gas se comunican entre sí. Por ejemplo, las espumas comercializadas con el nombre de BASOTECT® son espumas de células abiertas.

Por "espuma de melamina", entiende en el sentido de la presente invención, se entiende una espuma que comprende un polímero donde uno de cuyos monómeros es melamina. Un ejemplo de espuma de melamina es una espuma de melamina-formaldehído, obtenida en una reacción de polimerización entre la melamina y el formaldehído.

Por "macroporo", en el sentido de la presente invención, se entienden los poros que tienen un diámetro mayor de 10 µm.

Por "número total de macroporos", se entiende por tanto, en el sentido de la presente invención, el número total de poros que tienen un diámetro mayor de 10 µm.

Por "macroporosidad" de un material poroso, en el sentido de la presente invención, se entiende la relación entre el volumen ocupado por los macroporos y el volumen ocupado por el material en su totalidad. La macroporosidad se expresa en porcentaje (%) y se mide por tomografía con rayos X y en tres dimensiones. Preferentemente, las adquisiciones se realizan con el modelo de máquina DeskTom provista de un generador de 130 kV. La distancia hogar/muestra es de aproximadamente 12 cm. El programa informático utilizado para la adquisición y reconstrucción de los datos es el programa informático X-Act desarrollado por RX Solutions. Para los tratamientos posteriores (visualización y análisis de porosidad), se ha utilizado el programa informático VG Studio Max versión 2.2. El experto en la materia realiza la parametrización de los tratamientos según este conocimiento general.

En el marco de la presente invención, también se define el "diámetro" de los poros de un material poroso, que se determina por una extrapolación estadística a partir del reparto de los volúmenes de los macroporos del material poroso, medido, por ejemplo, mediante tomografía con rayos X y en tres dimensiones. Se considera que un poro tiene la forma de una esfera. La relación que vincula el diámetro de los macroporos y el volumen de estos últimos es, por

tanto, la siguiente: $V = \frac{\pi \times D^3}{6}$ siendo V el volumen y D el diámetro de la esfera. Un ejemplo de determinación del diámetro de los poros de un material de acuerdo con la invención se presenta en el ejemplo 1.

Sin desear limitarse a esta interpretación, parece que las propiedades del material compuesto de acuerdo con la invención, y especialmente la baja conductividad térmica, están intrínsecamente vinculadas a la macroporosidad del material. De este modo, los comportamientos térmicos notables de los materiales de acuerdo con la invención son el resultado del control de la macroporosidad del material, y/o del diámetro de los macroporos.

La presencia de macroporos genera una contribución de conductividad por convección gaseosa no despreciable respecto de la conductividad térmica global. La minimización de la proporción volumétrica de los macroporos con respecto al volumen de la muestra permite obtener rendimientos térmicos notables.

En efecto, como cuantifica el formalismo de Knüdsen, la conductividad térmica del aire en función de la dimensión

característica de confinamiento (es decir, el tamaño del poro), $\lambda_{g\delta}$ aumenta según la ley siguiente: $\lambda_{g\delta} = \frac{\lambda_0}{1 + \alpha K_n}$ siendo λ_0 la conductividad del gas libre (es decir, no confinado), α el coeficiente de ajuste entre el gas y el sólido (coeficiente que traduce la calidad del intercambio térmico entre el gas y las paredes del confinamiento), K_n , el factor de Knüdsen, que se define como la relación entre la trayectoria libre del gas y la dimensión característica de confinamiento (es decir, la dimensión de los poros).

De este modo, por encima de un tamaño de macroporo de 10 μm , el aire deja de estar confinado, lo que afecta negativamente las propiedades de conductividad térmica.

Un objeto de la presente invención se refiere, por tanto, a un material compuesto monolítico que comprende un aerogel inorgánico reforzado mediante una espuma de melamina de celdas abiertas preformada, presentando dicho material una conductividad térmica λ comprendida entre 10 y 20 mW/m.K medida según el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica, caracterizado porque el porcentaje del volumen ocupado por los macroporos, siendo los macroporos los poros que tienen un diámetro mayor de 10 μm con respecto al volumen ocupado por el material en su totalidad es menor del 5 %, preferentemente menor del 2 %, medido mediante tomografía con rayos X y en tres dimensiones, el material no comprende aglutinante, y caracterizado porque el material se obtiene mediante un procedimiento que comprende las siguientes etapas sucesivas:

a) colada de un sol inorgánico en un reactor, en el que se ha introducido previamente la espuma de melamina de células abiertas preformada, comprendiendo dicho sol entre 6 y 15 % en peso, de material inorgánico con respecto al peso total del sol inorgánico,

b) gelificación del sol en un liogel,

c) secado del liogel.

En el sentido de la presente invención, el conjunto de los términos hidrogeles, alcoholgeles y organogeles se reúnen en la denominación más general de liogeles.

Otro objeto de la invención se refiere a un panel multicapa que comprende al menos una capa esencialmente compuesta por un material compuesto de acuerdo con la invención.

Otro objeto de la invención se refiere al uso del material compuesto monolítico que comprende un aerogel inorgánico y una espuma de melamina de células abiertas o un panel multicapa de acuerdo con la invención, como aislante bien térmico o acústico.

Material compuesto

La presente invención se refiere a un material compuesto monolítico que comprende un aerogel inorgánico reforzado mediante una espuma de melamina de celdas abiertas preformada, presentando dicho material una conductividad térmica λ comprendida entre 10 y 20 mW/m.K, ventajosamente comprendida entre 10 y 15 mW/m.K, medida de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica, caracterizado porque el porcentaje del volumen ocupado por los macroporos, siendo los macroporos los poros que tienen un diámetro mayor de 10 μm con respecto al volumen ocupado por el material en su totalidad es menor del 5 %, preferentemente menor del 2 %, medido mediante tomografía con rayos X y en tres dimensiones, el material no comprende aglutinante, y caracterizado porque el material se obtiene mediante un procedimiento que comprende las siguientes etapas sucesivas:

a) colada de un sol inorgánico en un reactor, en el que se ha introducido previamente la espuma de melamina de células abiertas preformada, comprendiendo dicho sol entre 6 y 15 % en peso, de material inorgánico con respecto al peso total del sol inorgánico,

b) gelificación del sol en un liogel,

c) secado del liogel.

Por "constituido esencialmente de", en el sentido de la presente invención, se entiende que el material puede comprender otros elementos además de los citados, pero en cantidades suficientemente bajas para que no modifiquen las características fundamentales del material. De este modo, el material puede comprender impurezas, especialmente a nivel de traza.

El material compuesto monolítico de acuerdo con la invención es monocapa. Se observa igualmente que es homogénea, especialmente en lo que respecta a la estructura, conductividad térmica, macroporosidad y flexibilidad.

La espuma de melamina permite mejorar algunas propiedades mecánicas del aerogel, conservando al mismo tiempo una conductividad térmica λ menor de 20 mW/m.K medida según el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica. Por ejemplo, la tensión máxima en fase elástica de los materiales compuestos y mucho más grande que la del aerogel correspondiente no reforzado. Los valores típicos son, respectivamente, de 3,5 MPa (para el material compuesto) y $1,10^{-4}$ MPa (para el aerogel no reforzado correspondiente).

- Por "espuma preformada", en el sentido de la presente invención, se entiende que la espuma de melamina de células abiertas no experimenta una reacción química que modifique la estructura del polímero que comprende melamina, especialmente, una reacción química de polimerización o reticulación. Además, la macroporosidad de la espuma no está modificada por una reacción física. La única transformación que experimenta la espuma consiste en la formación del gel en el interior de sus células abiertas. La forma del material compuesto obtenida será por tanto esencialmente idéntica a la de la espuma preformada de partida.
- La conductividad térmica medida de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica está comprendida entre 10 y 20 mW/m.K, ventajosamente comprendida entre 10 y 15 mW/m.K.
- Se constata experimentalmente que el material de acuerdo con la invención tiene poros cuyo diámetro está comprendido entre 50 y 250 μm . Preferentemente, los macroporos cuyo diámetro está comprendido entre 50 y 250 micrómetros que representan más del 80 % (en número) del número total de macroporos (poros cuyo diámetro es superior o igual a 10 μm) del material de acuerdo con la invención.
- Preferentemente, la espuma de melamina de células abiertas es una espuma de melamina-formaldehído. Como ejemplo, se pueden citar las espumas BASOTECT® comercializadas por BASF. En una realización particular, la espuma de melamina formaldehído tiene un espesor comprendido entre 2 y 50 mm, una porosidad comprendida entre 95 % y 99,5 %, una densidad comprendida entre 8,5 y 11,5 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ y una conductividad térmica comprendida entre 35 y 40 mW/m.K medida de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica.
- La espuma de melamina permite estructurar el aerogel para mejorar sus propiedades de resistencia mecánica y de contenido, conservando al mismo tiempo sus propiedades de aislamiento térmico.
- Ventajosamente, el material compuesto de acuerdo con la invención tiene una densidad comprendida entre 70 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ y 150 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, preferentemente entre 100 y 120 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$.
- Preferentemente, el material compuesto de acuerdo con la invención comprende entre 85 % y 98 % en peso del aerogel con respecto al peso del material compuesto, preferentemente entre 90 % y 95 %, entre 92 % y 98 % o entre 92 y 95 % en peso de aerogel con respecto al peso total del material compuesto.
- Ventajosamente, el aerogel inorgánico se selecciona entre los aerogeles de sílice, de óxido de titanio, de óxido de manganeso, de óxido de calcio, de carbonato de calcio, de óxido de circonio, o sus mezclas, preferentemente entre los aerogeles de sílice.
- En una realización ventajosa, el material compuesto de acuerdo con la invención tiene un espesor comprendido entre 2 y 50 mm, preferentemente entre 5 y 30 mm, por ejemplo entre 10 y 20 mm. Se observa que el espesor del material compuesto monolítico se correlaciona con el espesor de la espuma de melamina utilizada. De este modo, la espuma de melamina tiene ventajosamente un espesor comprendido entre 2 y 50 mm, preferentemente entre 5 y 30 mm, por ejemplo entre 10 y 20 mm.
- El aerogel puede comprender además un aditivo. Ventajosamente, el aditivo está destinado a mejorar las propiedades mecánicas, de cohesión o de conductividad térmica de los materiales compuestos monolíticos de acuerdo con la invención. Preferentemente, este aditivo comprende un opacante. De este modo, ventajosamente, el material de acuerdo con la invención comprende además un opacante. La utilización de un opacante permite efectivamente disminuir el valor de la conductividad térmica disminuyendo su composición radiactiva. Normalmente, el opacante se selecciona entre SiC, TiO₂, negro de carbono, grafito, ZrO₂, ZnO, SnO₂, MnO, NiO, TiC, WC, ZrSiO₄, Fe₂O₃, Fe₃O₄, FeTiO₃. En particular, el opacante se selecciona entre el grupo constituido por SiC y TiO₂.
- El material compuesto de acuerdo con la invención no comprende aglutinante. Como ejemplo, se pueden citar aglutinantes inorgánicos, las escayolas, el yeso, la cal y, como ejemplo de aglutinante orgánico, los termoplásticos tales como ceras poliolefinicas, polímeros de estireno, poliamidas. El término aglutinante comprende igualmente adhesivos, tales como las resinas epoxi y, por ejemplo, los cianoacrilatos.
- En una realización preferida, el material compuesto de acuerdo con la invención no comprende material de refuerzo fibroso. En el sentido de la presente invención, un "material de refuerzo fibroso" comprende fibras o una capa fibrosa no tejida, o una mezcla de las mismas. Los diversos tipos de fibras adaptadas para la fabricación de aislantes térmicos son conocidos del experto en la materia. Por ejemplo, se citarán las fibras de vidrio, fibras minerales, fibras de poliéster, fibras de aramida, fibras de nailon y fibras vegetales, o una mezcla de las mismas, como se describe en la patente US 6,887,563.
- Ventajosamente, el material compuesto de acuerdo con la invención es hidrófobo, permeable al vapor y se mantiene a una temperatura de hasta 250 °C. Se recorta fácilmente y prácticamente no produce polvo con respecto a otros materiales compuestos a base de aerogel de sílice. Además, los materiales de acuerdo con la invención son ligeros y flexibles. También presentan buenas propiedades de aislamiento acústico. Los materiales de acuerdo con la invención muestran buenas propiedades de resistencia al fuego, preferentemente, se clasifican al menos B1 según la norma

alemana DIN 4102-1, M1 en Francia según la norma NF P-92507, o V0 en Estados Unidos según la norma UL94. La energía de combustión o poder calorífico superior del material compuesto de acuerdo con la invención medido según la norma NF EN ISO 1716 es ventajosamente más bajo que la mayoría de los materiales aislantes de comportamiento, tales como poliuretano.

5 El material de acuerdo con la invención se puede obtener mediante el procedimiento que comprende las siguientes etapas sucesivas:

a) colada de un sol inorgánico en un reactor, en el que se ha introducido previamente una espuma de melamina de células abiertas preformada, comprendiendo dicho sol entre 6 y 15 % en peso, de material inorgánico con respecto al peso total del sol,

10 b) gelificación del sol en un liogel,

c) un secado en las condiciones subcríticas del liogel.

El procedimiento obtenido por el material se describe con mayor precisión en lo sucesivo.

15 En la presente invención, la cantidad residual de disolvente en peso del material compuesto monolítico se calcula según la norma EN/ISO 3251. El protocolo utilizado consiste en tomar 1 g de aerogel de acuerdo con la invención, pesarlo, posteriormente secarlo durante 3 h en una estufa a 105 °C, posteriormente pesar el aerogel así seco.

El material compuesto de acuerdo con la invención tiene de forma típica una cantidad residual de disolvente en peso del material compuesto menor o igual del 3 %, preferentemente menor del 1 %, según la norma EN/ISO 3251.

Paneles multicapa

20 La presente invención se refiere también a paneles multicapa, más especialmente en forma de paneles multicapa estratificados o en forma de sándwich, que comprende al menos una capa esencialmente constituida por un material compuesto monolítico de acuerdo con la invención, opcionalmente junto con las capas de naturaleza diferente. En el panel multicapa de acuerdo con la invención, cada capa está compuesta por un material monolítico o un panel pegado a una o varias capas adicionales.

25 Como ejemplo, una o varias placas de escayola (opcionalmente de tipo BA13) se pueden pegar de uno u otro lado de un material compuesto monolítico de acuerdo con la invención para formar un complejo de doblado. Se pretenden también paneles multicapa mixtos que comprenden una asociación de uno o varios materiales compuestos de acuerdo con la invención y un material compuesto tal como se ha descrito, por ejemplo, en la solicitud internacional WO 2013/053951.

30 El material compuesto de acuerdo con la presente invención transmite al panel multicapa así obtenido características mejoradas o adaptadas a un caso de aplicación particular. Por ejemplo, un material compuesto monolítico de acuerdo con la invención contrapegado a un panel aislante rígido según la solicitud WO 2013/053951 aporta una elasticidad en compresión o un amortiguante acústico de los que estos últimos frecuentemente están relativamente menos bien provistos. La capa compuesta del material compuesto monolítico de acuerdo con la invención también puede tener el papel de cortafuegos o ignífugo o de capa aislante de alta temperatura con respecto al material al que está asociado.

35 El contrapegado de una capa de material compuesto entre dos capas termoformables puede transmitir al panel multicapa una capacidad de termoformarse por sí mismo.

Procedimiento de obtención

40 La presente invención describe un procedimiento de obtención de un material compuesto monolítico que comprende un aerogel inorgánico reforzado mediante una espuma de melamina de celdas abiertas preformada, que presenta un material una conductividad térmica λ comprendida entre 10 y 20 mW/m.K medida según el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica, caracterizado porque el porcentaje del volumen ocupado por los macroporos, siendo los macroporos los poros que tienen un diámetro mayor de 10 μm , con respecto al volumen ocupado por el material en su totalidad es menor del 5 %, medido mediante tomografía con rayos X y en tres dimensiones, el material no comprende aglutinante, que comprende las siguientes etapas sucesivas:

45 a) colada de un sol inorgánico en un reactor, en el que se ha introducido previamente la espuma de melamina de células abiertas preformada, comprendiendo dicho sol entre 6 y 15 % en peso, de material inorgánico con respecto al peso total del sol,

b) gelificación del sol en un liogel,

c) secado del liogel.

50 El secado de la etapa c) se lleva a cabo preferentemente de forma que el aerogel obtenido tiene una cantidad residual de disolvente en peso del material compuesto menor o igual al 3 %, preferentemente 1 %, según la norma EN/ISO

3251. Ventajosamente, el secado de la etapa c) se produce en condiciones subcríticas.

Ventajosamente, no se utiliza ni añade ningún aglutinante, especialmente tal como se ha definido anteriormente, durante ninguna etapa del procedimiento de acuerdo con la invención. Además, preferentemente no se utiliza ningún material de refuerzo fibroso tal como se ha definido anteriormente en el procedimiento aquí descrito.

5 Preferentemente, el sol utilizado en la etapa a) se selecciona entre el grupo de soles de sílice, de óxido de titanio, de óxido de manganeso, de óxido de calcio, de carbonato de calcio, de óxido de circonio, o sus mezclas. Preferentemente, el sol es un sol de sílice. De este modo, la etapa a) comprende preferentemente la colada de un sol de sílice en un reactor, en el que se ha introducido previamente una espuma de melamina de células abiertas preformada, comprendiendo dicho sol entre 6 y 15 % en peso, de sílice con respecto al peso total del sol. De manera más preferida, el sol de sílice comprende entre 6 y 10 % en peso de sílice con respecto al peso total del sol.

10 Posiblemente, se puede añadir un aditivo al sol de la etapa a), preferentemente un aditivo que comprende un opacante. El aditivo y el opacante son tal como se ha definido anteriormente.

15 El sol utilizado en la etapa a) se obtiene, por ejemplo, mediante catálisis ácida o básica de un precursor de sílice en presencia de catalizador. La transformación del sol de sílice en liogel (gelificación, etapa b) se aplica preferentemente en presencia de un catalizador de gelificación, especialmente el amoníaco. Ventajosamente, el catalizador se utiliza a una concentración comprendida entre 1 y 3 %, preferentemente entre 2 y 2,5 % en peso con respecto al peso total de los componentes de partida del sol, es decir, especialmente el disolvente, el precursor de sílice, y los posibles aditivos.

20 El liogel obtenido en la etapa b) comprende preferentemente de 70 a 90 % de disolvente en peso, preferentemente de 75 % a 85 % de disolvente en peso, con respecto al peso del sol de partida. De manera más preferida, el liogel obtenido en la etapa b) comprende preferentemente de 85 a 94 % de disolvente en peso, preferentemente de 90 % a 94 % de disolvente en peso, con respecto al peso del sol de partida. El experto en la materia sabrá adaptar las condiciones de reacción de la etapa b) de gelificación, y en particular el tiempo de gelificación, para obtener una impregnación uniforme de la espuma preformada por el gel de sílice, lo que garantiza la obtención de una macroporosidad menor del 5 % que permite la obtención de una conductividad térmica λ comprendida entre 10 y 20 mW/m.K medida de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica.

25 Realizaciones particulares: etapa b)

30 En una realización, el liogel es un alcoholgel. En este caso, el disolvente es preferentemente etanol. En esta realización, la etapa b) va seguida ventajosamente de una etapa b2) de envejecimiento del alcoholgel seguida de una etapa b3) de tratamiento de hidrofobización del alcoholgel, a la finalización del cual se obtiene un alcohol hidrofobizado. La etapa b2) comprende, por ejemplo, la puesta en contacto del alcoholgel obtenido en la etapa b1) con un agente hidrofobante en un medio con pH ácido comprendido entre 1 y 3. Ventajosamente, el agente hidrofobante utilizado se selecciona entre el grupo de los organosiloxanos, los organoclorosilanos o los organoalcoxilanos, de manera más ventajosa, el agente hidrofobante utilizado se selecciona entre el grupo constituido por hexametildisiloxano (HMDSO), trimetilclorosilano y trimetiletoxosilano, de manera aún más ventajosa hexametildisiloxano (HMDSO). Además, en esta realización, el sol de sílice de acuerdo con la invención se obtiene preferentemente mediante la hidrólisis controlada de tetraetoxisilano en etanol. Ventajosamente, el etanol generado durante la hidrólisis se recicla y posteriormente se reutiliza como disolvente en esta misma etapa. Preferentemente, la etapa b3) comprende la puesta en contacto del alcoholgel obtenido en la etapa c) con un agente hidrofobante en un medio con pH ácido comprendido entre 1 y 3.

40 Ventajosamente, el alcoholgel se acidifica durante la etapa b3) por adición de un ácido mineral u orgánico. De manera más ventajosa, el ácido mineral es ácido clorhídrico y el ácido orgánico es ácido trifluoroacético. De manera aún más ventajosa, el ácido es ácido trifluoroacético o ácido clorhídrico y el agente hidrofobante es hexametiltridisiloxano (HMDSO). Ventajosamente, la etapa b3) se realiza a una temperatura comprendida entre 50 °C y 150 °C. Aún más ventajosamente, la etapa b3) se realiza a la temperatura de ebullición del alcohol (disolvente del alcoholgel). En el caso donde el disolvente es el etanol, la etapa b3) se realiza a la temperatura de reflujo del etanol.

45 En otra realización, el liogel obtenido al finalizar la etapa a) es un hidrogel. En este caso, la etapa b) va seguida ventajosamente de una etapa b2) de intercambio de disolvente (agua) por un disolvente orgánico tal como acetona, hexano o heptano que lleva a la formación de un liogel, etapa opcionalmente precedida de una etapa de envejecimiento del hidrogel, y seguida de una etapa b3) de tratamiento de hidrofobización del liogel, a la finalización del cual se obtiene un liogel hidrofobizado. Las condiciones de aplicación de la etapa b3) de tratamiento de hidrofobización del liogel son similares a las que se han descrito anteriormente para el caso en el que el liogel sea un hidrogel (especialmente temperatura, reactivos, etc.) de los disolventes escogidos.

50 En estas dos realizaciones, la etapa de envejecimiento permite mejorar las propiedades mecánicas del liogel por efecto de mecanismos de sinéresis (separación entre el líquido y el gel). Esta etapa de envejecimiento tiene ventajosamente una duración menor de 24 h. Las condiciones de temperatura y la duración del envejecimiento se escogerán de forma adecuada según criterios bien conocidos del experto en la materia tales como, por ejemplo, la composición del gel. Ventajosamente, la etapa de envejecimiento se realiza a una temperatura comprendida entre 40 °C y 80 °C, aún más ventajosamente a una temperatura comprendida entre 45 °C y 60 °C. Ventajosamente, la etapa de envejecimiento tiene una duración menor de 20 h.

En estas dos realizaciones, el tratamiento hidrofobante de la etapa b3) del procedimiento permite especialmente disminuir la captación hídrica del material compuesto. El material compuesto de acuerdo con la invención muestra preferentemente un índice de captación hídrica a temperatura ambiente y para un 75 % de humedad relativa menor del 5 %, aún más preferentemente menor del 3 %, y preferentemente un índice de captación hídrica a temperatura ambiente y para un 95 % menor del 10 %, aún más preferentemente menor del 5 %.

Realizaciones particulares: etapa c)

En una realización, la etapa c) se subdivide en una etapa c1) de presecado en condiciones subcríticas a una temperatura menor de 80 °C, y una etapa c2) de secado en condiciones subcríticas, siendo dicho secado c2) de tipo dieléctrico o convectivo, a una temperatura mayor de 100 °C cuando dicho secado c2) es de tipo convectivo.

10 En una realización, la etapa c2) es un secado de tipo convectivo, realizado a una temperatura comprendida entre 120 °C y 180 °C, preferentemente comprendida entre 140 °C y 160 °C, aún más preferentemente igual a 150 °C. El secado convectivo se puede realizar de forma natural, pero preferentemente se realiza de forma forzada.

En otra realización, la etapa c2) es una etapa de secado dieléctrico con microondas.

15 Preferentemente, el presecado c1) se continúa hasta la obtención de un liogel condensado que haya perdido entre 10 y 80 % del alcohol en peso, ventajosamente entre 20 % y 60 % de alcohol en peso, aún más ventajosamente entre 40 % y 50 % de alcohol en peso, con respecto al peso de los peso con respecto al peso de partida.

Ventajosamente, la temperatura del presecado de la etapa c1) está comprendida entre 40 °C y 80 °C, aún más ventajosamente comprendida entre 60 °C y 80 °C, aún más ventajosamente es igual a 80 °C.

20 En una realización preferida de la invención, la etapa c1) se realiza por circulación de un flujo de gas caliente en el reactor. El flujo de gas es, típicamente, un flujo de gas inerte tal como nitrógeno, aire, o un gas noble. Ventajosamente, el flujo de gas caliente circula verticalmente, aún más ventajosamente de arriba hacia abajo.

En otra realización, el presecado de la etapa c1) se realiza bajo presión reducida. Una realización de ese tipo es ventajosa porque permite, a una temperatura igual, obtener tiempos de presecado más cortos.

25 Ventajosamente, la etapa c2) se realiza por secado convectivo por circulación de un flujo de aire caliente en el secador. A escala de laboratorio, el secado convectivo se realiza preferentemente en una estufa a una temperatura de 150 °C.

30 En otra realización, la etapa c2) se realiza por secado dieléctrico con microondas. Preferentemente, la potencia suministrada durante esta etapa de secado con microondas está comprendida entre 0,3 kW y 3 kW por kg de liogel condensado de partida, preferentemente comprendida entre 0,5 kW y 2 kW por kg de liogel condensado de partida, aún preferentemente igual a 1 kW por kg de liogel condensado de partida. Dicha potencia se ajusta durante el secado para que la temperatura en la superficie del material esté comprendida entre 40 °C y 400 °C, más preferentemente entre 40 °C y 200 °C, aún más preferentemente entre 50 °C y 150 °C.

35 La masa de disolvente perdida durante la etapa c) o c1) se mide de forma diferente según la escala del procedimiento. A escala de laboratorio, se mide dicha cantidad por pesada del liogel obtenido después de la etapa b) antes y después del secado en las condiciones de la etapa c) o c1). A escala industrial, el disolvente evaporado durante la etapa de secado c) o c1) se condensa en otro reactor, posteriormente se pesa.

Realización particular: tipo de reactor

40 Ventajosamente, al menos las etapas a), b) y c1) se llevan a la práctica en al menos un reactor, estando comprendida una distancia característica de dicho reactor entre dos paredes internas al menos entre 2 mm y 50 mm, preferentemente de 5 a 30 mm. Esta característica del reactor permite mejorar la difusión de los reactivos hacia el núcleo del material compuesto, de forma que la composición del material compuesto sea homogénea.

45 Por "pared interna del reactor", en el sentido de la presente invención, se entiende la pared que está directamente en contacto con los reactivos. Por ejemplo, en el caso de un reactor de doble envoltura, se trata de la pared de la envoltura interna directamente en contacto con los reactivos. Por "distancia característica entre dos paredes internas", en el sentido de la presente invención, se entiende la distancia máxima entre dos paredes internas paralelas entre sí o entre la superficie tangente a una de estas paredes y una pared paralela a la misma o entre dos superficies tangentes a la pared. Por ejemplo, en el caso de un reactor cilíndrico, las distancias características entre dos paredes internas del reactor son el diámetro interno y la altura interna del reactor. En el caso de un reactor cúbico, la distancia característica entre dos paredes internas del reactor es el lado interno del cubo. En el caso de un reactor paralelepípedo, las distancias características entre dos paredes internas del reactor son la altura interna, la longitud interna y la anchura interna. Preferentemente, la distancia característica entre dos paredes internas se selecciona entre la altura, la anchura, la longitud, el espesor y el diámetro internos.

Debido a la geometría concreta del reactor, la distancia desde cualquier punto del interior del reactor a la pared interna de dicho reactor es tal que la difusión de los reactivos en el liogel es óptima. Además, un reactor de ese tipo también permite optimizar las condiciones de presecado del liogel durante etapa c1), si esta se lleva a cabo en un reactor de

ese tipo.

De este modo, las etapas a), b) y c1) se realizan ventajosamente en un primer reactor, después, el liogel condensado se desmolda y se transfiere a un secador convectivo o dieléctrico donde se realiza la etapa c2).

5 Por "secador", en el sentido de la presente invención, se entiende un reactor destinado a la aplicación de una etapa de secado.

Usos

10 La presente invención se refiere también al uso de un material compuesto o de un panel multicapa de acuerdo con la invención, como aislante térmico, especialmente para aplicaciones en la construcción de edificios o en el aislamiento de sistemas o procedimientos industriales. De este modo, los materiales compuestos o paneles multicapa de acuerdo con la invención se utilizan ventajosamente en la fabricación de materiales de construcción, especialmente muros y cerramientos, pero también para suelos o techos, o para aislamiento de conducciones industriales.

Los paneles multicapa y los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención también se pueden utilizar como aislantes acústicos.

Descripción de las figuras

15 Fig. 1: Reparto del volumen de macroporos medido por tomografía de rayos X en 3 dimensiones para el material compuesto obteniendo en el ejemplo 1. El eje de abscisas representa el volumen en mm³ (en una escala de 0 a 0,01 mm³) y el eje de ordenadas representa el número de macroporos (en una escala graduada de 0 a 250). Se comprueba que el volumen medio de los poros (V_{medio}) está, en su mayoría, comprendido $1,10^{-4}$ mm³ y $5 \cdot 10^{-3}$ mm³.

20 Fig. 2: esquema que representa el dispositivo del experimento de flexión con tres puntos, que permite medir el módulo de flexibilidad de un material. El panel se coloca sobre dos soportes (representados por triángulos) situados a 7,5 cm del borde, y separados 100 cm, y se aplica un esfuerzo vertical de arriba hacia abajo colocando diferentes masas (representadas por una esfera en el esquema) colocadas en el centro del material. Se mide la distancia de deformación del centro del material.

25 Fig. 3: Curva que representa la fuerza (medida en Newton (N), eje de ordenadas) en función de la flecha (medida en mm, eje de abscisas). Esta curva representa los resultados del ensayo del ejemplo 3. Una regresión lineal permite determinar una pendiente de 0,0385 N/mm, y una ordenada en el origen de 0.

Fig. 4: Representación de los resultados del ensayo del ejemplo 4. La curva obtenida representa la tensión convencional (expresada en MPa) en función de la deformación relativa $\varepsilon = \frac{e - e_0}{e_0}$, siendo e_0 el espesor de la muestra antes del ensayo, ε sin unidad).

Ejemplos

Ejemplo 1: Preparación de un panel compuesto de 10 mm de espesor de acuerdo con la invención 1) Preparación de un material compuesto del alcoholgel de gel de sílice.

35 Un sol de sílice, obtenido mediante la hidrólisis de alcoxisilano en presencia de ácido clorhídrico y posterior adición de amoníaco, se vertió antes de la gelificación sobre una capa de espuma de melamina de dimensión 250x290x10 mm³ (espuma BASOTECH® comercializada por BASF) en una cámara cerrada de dimensiones 300x300x70 mm³. Tras la gelificación, el alcoholgel reforzado se envejeció durante 24 h a 50 °C e etanol. A continuación se introdujeron el ácido clorhídrico y el hexametildisiloxano (agente hidrofobante) en la cámara de forma que recubrieran completamente el alcoholgel compuesto. El medio de reacción se calentó y se mantuvo a 50 °C durante 48 h. El medio de reacción se separó del alcoholgel de sílice hidrófoba compuesto mediante percolación.

40 2) Obtención de un material compuesto de espuma de melamina y de aerogel de sílice hidrófoba

El alcoholgel condensado reforzado con la capa de espuma de melamina se secó en una estufa ventilada a 160 °C durante 2 horas. El panel de aerogel obtenido mide 10 mm de espesor y muestra una conductividad térmica de 12,6 mW/m.K, medida de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y presión atmosférica.

45 3) Medida del diámetro de los poros y de la macroporosidad

50 El material compuesto obtenido tras el secado y posteriormente se analizó por tomografía X 3D. Las adquisiciones se realizaron con el modelo de máquina DeskTom provista de un generador de 130 kV. La resolución obtenida sobre la muestra es de 24,5 μm, es decir, una distancia hogar/muestra de aproximadamente 12 cm. El programa informático utilizado para la adquisición y reconstrucción de los datos es un programa informático desarrollado por RX Solutions: X-Act. Para los tratamientos posteriores (visualización y análisis de porosidad), se ha utilizado el programa informático VG Studio Max versión 2.2. El análisis mostró que el volumen de los poros (V_{medio}) está, en su mayoría, comprendido

$1,10^{-4} \text{ mm}^3$ y $5:10^{-3} \text{ mm}^3$ (véase la figura 1).

Teniendo en cuenta que la forma de los poros se puede asimilar a una esfera perfecta, se aplica la fórmula

matemática siguiente: $d_{media} = \sqrt[3]{\left(\frac{6 \times V_{media}}{\pi}\right)}$. El diámetro de los poros así calculado está comprendido entre 57 y 212 μm .

- 5 La macroporosidad de la muestra se calcula como el cociente entre las integrales de los volúmenes de los poros identificados sobre el volumen de la muestra. De acuerdo con este método de cálculo, el material compuesto tiene por tanto una macroporosidad del 1,44 %.

Ejemplo 2: Preparación de un panel compuesto de 30 mm de espesor de acuerdo con la invención

1) Preparación de un alcoholgel de material compuesto de sílice

- 10 Un sol de sílice, obtenido mediante la hidrólisis de alcoxisilano en presencia de ácido clorhídrico y posterior adición de amoníaco, se vertió antes de la gelificación sobre una capa de espuma de melamina de dimensión $250 \times 290 \times 30 \text{ mm}^3$ en una cámara cerrada de dimensiones $300 \times 300 \times 70 \text{ mm}^3$. El disolvente es aquí el etanol. Tras la gelificación, el alcoholgel reforzado se envejeció durante 24 h a temperatura de reflujo del etanol. A continuación se introdujeron el ácido clorhídrico y el hexametildisiloxano (agente hidrofobante) en la cámara de forma que recubrieran completamente el alcoholgel compuesto. El medio de reacción se calentó y se mantuvo a temperatura de reflujo del etanol durante 15 48 h. El medio de reacción se separó del alcoholgel de sílice hidrófoba mediante percolación.

2) Obtención de un panel de espuma de melamina y de aerogel de sílice hidrófoba compuesto

El alcoholgel de sílice hidrófoba reforzado se introdujo en un secador de microondas y se secó durante 50 min a $50 \text{ }^\circ\text{C}$.

- 20 El panel de aerogel obtenido medía 30 mm de espesor y mostraba una conductividad térmica de $14,2 \text{ mW/m.K}$, medida de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a $20 \text{ }^\circ\text{C}$ y presión atmosférica.

Ejemplo 3: medida de la flexibilidad del material compuesto según el ejemplo 1

- 25 Se llevó a cabo un ensayo de flexión en 3 puntos como se indica en la figura 2 sobre una muestra de dimensión $25 \times 10 \times 250 \text{ mm}$ fabricado de acuerdo con el protocolo presentado en el ejemplo 1. El material compuesto reposa sobre dos soportes, separados 100 mm.

Se aplicaron diferentes fuerzas sobre la muestra en su centro. Se midió el desplazamiento (flecha) del mismo.

Resultados:

Los resultados obtenidos se representan en la figura 3. Se calcula una falta de flexibilidad o rigidez a la flexión $K=0,0385 \text{ N/mm}$, que corresponde a la pendiente de la curva Fuerza-Flecha.

- 30 Ejemplo 4: medida de la tensión máxima a compresión de un material compuesto según el ejemplo 1

El ensayo de compresión uniaxial se realizó en un modulómetro electromecánico Zwick 100 kN, provista de una célula medidora de esfuerzo externo de 5 kN de capacidad. Las dimensiones de las muestras son de $30 \times 30 \times 10 \text{ mm}^3$. La velocidad de desplazamiento de la cruceta es de $0,3 \text{ mm/min}$ durante la carga y de 1 mm/min durante la descarga.

- 35 Los resultados de este ensayo se representan en la figura 4. Se midió un módulo de compresión a $0,43 \text{ MPa}$ y la tensión máxima es de $3,3 \text{ MPa}$ para una deformación relativa del 80 %.

Ejemplo 5: Preparación de un panel de espuma de material compuesto aislante de 10 mm de espesor de acuerdo con la invención

1) Preparación de un hidrogel de material compuesto de sílice

- 40 Un sol de sílice, obtenido por mezcla de una solución acuosa de silicato de sodio y una solución de ácido clorhídrico, se vertió antes de la gelificación sobre una capa de espuma de melamina de dimensión $250 \times 290 \times 10 \text{ mm}^3$ en una cámara cerrada de dimensiones $300 \times 300 \times 70 \text{ mm}^3$. Tras la gelificación, el hidrogel reforzado se envejeció durante 24 h a $50 \text{ }^\circ\text{C}$ en agua. Se realizó un intercambio de disolvente con acetona (durante 48 h a $50 \text{ }^\circ\text{C}$ renovando la acetona 2 veces). A continuación se introdujeron el ácido clorhídrico y el hexametildisiloxano (agente hidrofobante) en la cámara de forma que recubrieran completamente el hidrogel compuesto. El medio de reacción se calentó y se mantuvo a 45 $50 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 48 h. El medio de reacción se separó del liogel de sílice hidrófoba compuesto mediante percolación.

2) Obtención de un panel de espuma de melamina y de xerogel de sílice hidrófoba compuesto

ES 2 729 972 T3

El liogel condensado reforzado con la capa de espuma de melamina se secó en una estufa ventilada a 160 °C durante 2 horas. El panel de xerogel obtenido medía 9 mm de espesor y mostraba una conductividad térmica de 14,5 mW/m.K, medida de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y presión atmosférica.

- 5 Se observará que todos los paneles según los ejemplos 1, 2, 3 y 6 comprenden entre 92 % y 98 % en peso de aerogel con respecto al peso del material compuesto. En todos los ejemplos anteriores, el amoníaco se utilizó como catalizador de gelificación (etapa b), en una cantidad comprendida entre 2 y 2,5 % en peso con respecto al peso total de los componentes de partida del sol.

REIVINDICACIONES

1. Material compuesto monolítico que comprende un aerogel inorgánico reforzado mediante una espuma de melamina de celdas abiertas preformada, presentando dicho material una conductividad térmica λ comprendida entre 10 y 20 mW/m.K, medida de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica, **caracterizado porque** el porcentaje del volumen ocupado por los macroporos, siendo los macroporos los poros que tienen un diámetro mayor de 10 μm , con respecto al volumen ocupado por el material en su totalidad es menor del 5 %, medido mediante tomografía con rayos X y en tres dimensiones, el material no comprende aglutinante, y **caracterizado porque** el material se obtiene mediante un procedimiento que comprende las siguientes etapas sucesivas:
- a) colada de un sol inorgánico en un reactor, en el que se ha introducido previamente la espuma de melamina de células abiertas preformada, comprendiendo dicho sol entre 6 y 15 % en peso, de material inorgánico con respecto al peso total del sol inorgánico,
 - b) gelificación del sol en un liogel,
 - c) secado del liogel.
2. Material de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** los macroporos cuyo diámetro está comprendido entre 50 y 250 micrómetros representan más del 80 % del número total de macroporos de dicho material.
3. Material de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** tiene un espesor comprendido entre 2 y 50 mm.
4. Material de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** tiene una densidad comprendida entre 70 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ y 150 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$
5. Material de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** la espuma de melamina es una espuma de melamina formaldehído que tiene un espesor comprendido entre 2 y 50 mm, una porosidad comprendida entre 95 % y 99,5 %, una densidad comprendida entre 8,5 y 11,5 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ y una conductividad térmica comprendida entre 35 y 40 mW/m.K medida de acuerdo con el método de la placa caliente según lo estipulado en la norma NF EN 12667 a 20 °C y a presión atmosférica.
6. Material de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el aerogel inorgánico se selecciona entre aerogeles de sílice, de óxido de titanio, de óxido de manganeso, de óxido de calcio, de carbonato de calcio, de óxido de circonio, o sus mezclas.
7. Material de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** tiene una cantidad residual de disolvente en peso del material compuesto menor o igual al 3 % según la norma EN/ISO 3251.
8. Material de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** el aerogel comprende además un opacante.
9. Panel multicapa que comprende al menos una capa que consiste esencialmente en un material compuesto monolítico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
10. Utilización de un material compuesto de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 o de un panel multicapa de acuerdo con la reivindicación 9 como aislante térmico.
11. Utilización de un material compuesto de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 o de un panel multicapa de acuerdo con la reivindicación 9 como aislante acústico.

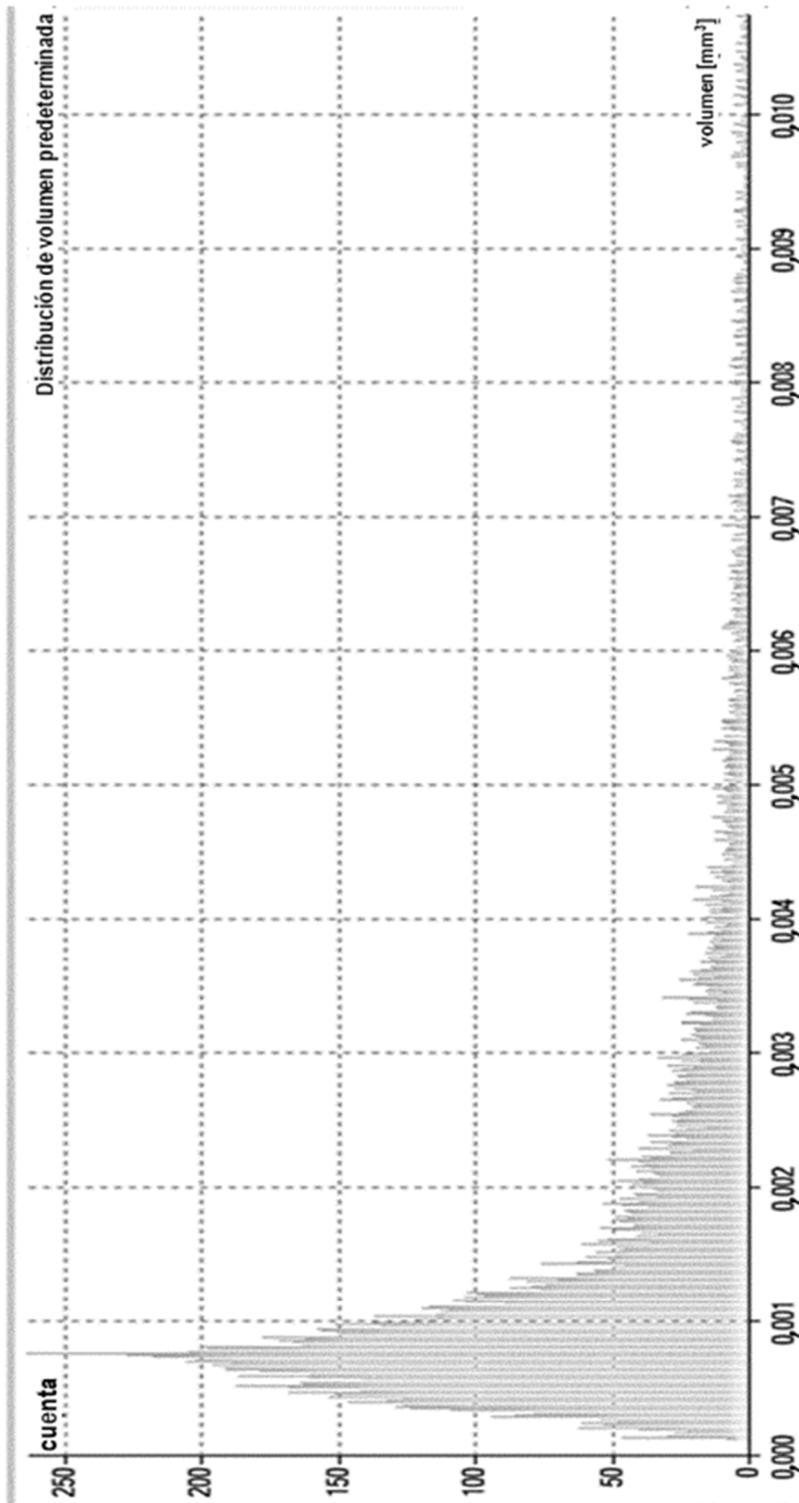


Figura 1

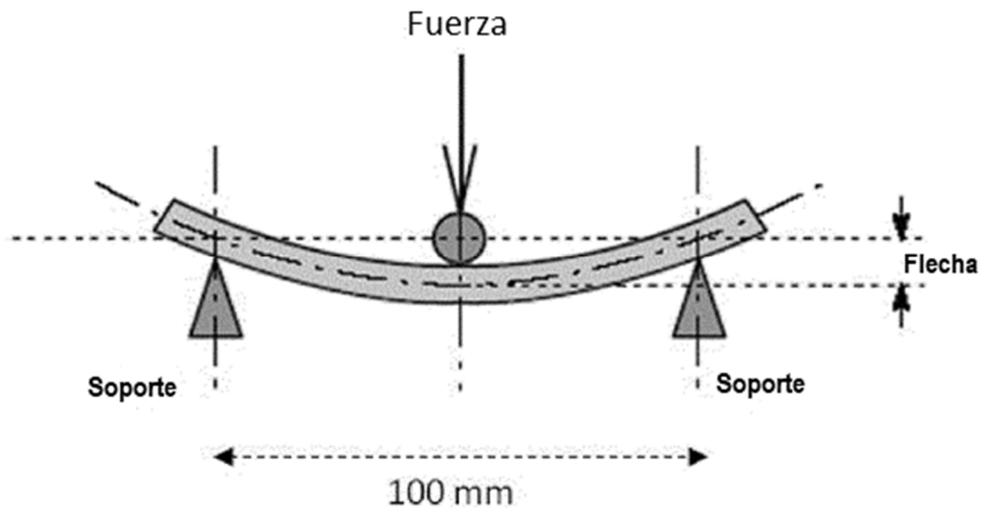


Figura 2

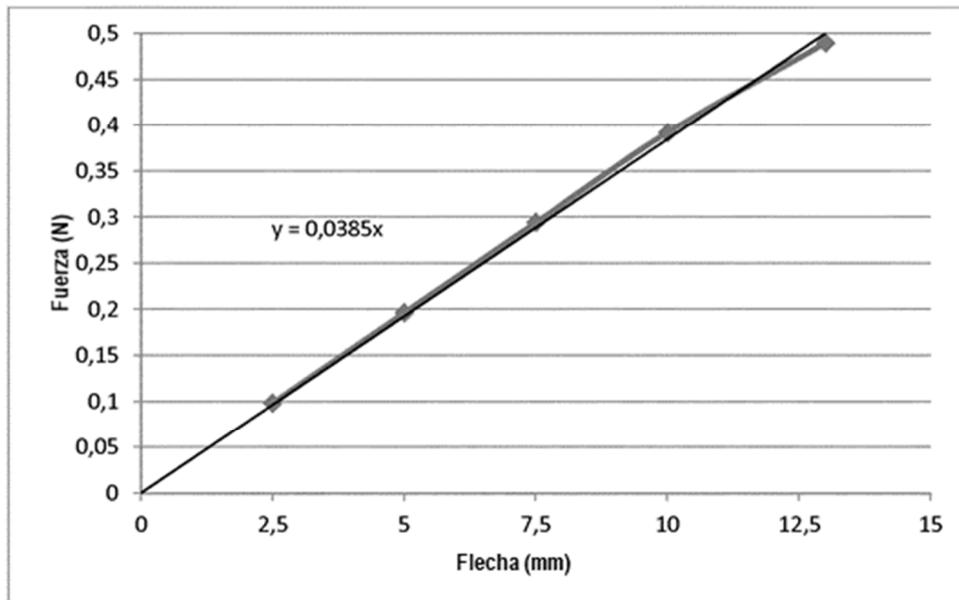


Figura 3

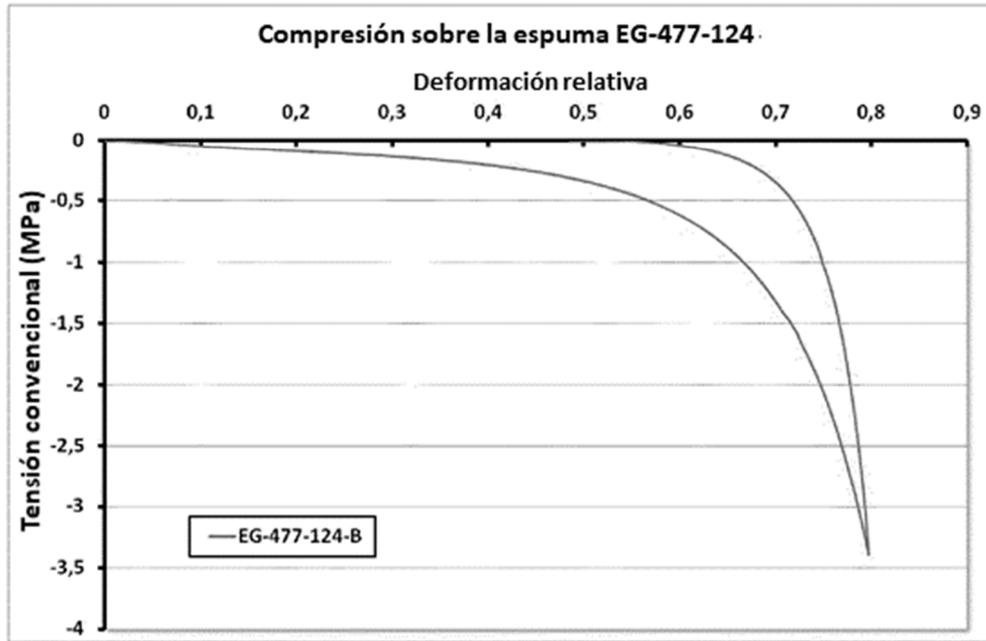


Figura 4