

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 762 972**

51 Int. Cl.:

B29C 39/14 (2006.01)
B01J 13/00 (2006.01)
B29B 15/12 (2006.01)
B29C 39/16 (2006.01)
B29C 39/18 (2006.01)
F16L 59/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.06.2004** E 16184354 (5)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.09.2019** EP 3120983

54 Título: **Lámina continua de material de gel y lámina continua de material de aerogel**

30 Prioridad:

24.06.2003 US 482359 P

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

26.05.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**LEE, KANG, P.;
GOULD, GEORGE, L.;
GRONEMEYER, WILLIAM y
STEPANIAN, CHRISTOPHER, JOHN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 762 972 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

Lámina continua de material de gel y lámina continua de material de aerogel

Antecedentes de la invención

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a la preparación de láminas de gel rellenas con disolvente de manera continua. Dichas láminas de gel se utilizan en la fabricación de mantas de aerogel, compuestos de aerogel, monolitos de aerogel y otros productos con base de aerogel.

Descripción de la técnica relacionada

- 10 Los aerogeles describen una clase de material basado en su estructura, a saber, baja densidad, estructuras de células abiertas, grandes superficies (a menudo 900 m²/g o más) y tamaños de poro a escala subnanométrica. Las tecnologías de extracción de fluidos supercríticos y subcríticos se usan comúnmente para extraer el fluido de las células frágiles del material. Se conoce una variedad de diferentes composiciones de aerogel y pueden ser inorgánicas u orgánicas. Los aerogeles inorgánicos generalmente se basan en alcóxidos metálicos e incluyen materiales como sílice, carburos y alúmina. Los aerogeles orgánicos incluyen, pero no se limitan a, aerogeles de uretano, aerogeles de resorcinol
15 formaldehído y aerogeles de poliimida.

- 20 Los materiales de aerogel de baja densidad (0,01-0,3 g/cc) son ampliamente considerados como los mejores aislantes térmicos sólidos, mejor que las mejores espumas rígidas con conductividades térmicas de 10-15 mW/mK e inferiores a 37,7 °C y presión atmosférica. Los aerogeles funcionan como aislantes térmicos principalmente al minimizar la conducción (baja densidad, camino tortuoso para la transferencia de calor a través de la nanoestructura sólida), convección (tamaños de poro muy pequeños minimizan la convección) y radiación (los dopantes de absorción o dispersión de IR se dispersan fácilmente por toda la matriz de aerogel). Dependiendo de la formulación, pueden funcionar bien a temperaturas criogénicas de hasta 550 °C y superiores. Los materiales de aerogel también muestran muchas otras propiedades acústicas, ópticas, mecánicas y químicas interesantes que los hacen abundantemente
útiles.

- 25 Los materiales aislantes de baja densidad se han desarrollado para resolver una serie de problemas de aislamiento térmico en aplicaciones en las que el aislamiento del núcleo experimenta fuerzas de compresión significativas. Por ejemplo, los materiales poliméricos se han combinado con microesferas de vidrio huecas para crear espumas sintácticas, que suelen ser materiales muy rígidos, resistentes a la compresión. Los materiales sintácticos son bien conocidos como aislantes para tuberías submarinas de petróleo y gas y equipos de soporte. Los materiales sintácticos
30 son relativamente inflexibles y de alta conductividad térmica en relación con los compuestos de aerogel flexibles (matrices de aerogel reforzadas con fibra). Los aerogeles pueden formarse a partir de precursores de gel flexible. Varias capas flexibles, incluidos aerogeles flexibles reforzados con fibra, pueden combinarse y conformarse fácilmente para dar preformas que cuando se comprimen mecánicamente a lo largo de uno o más ejes, dan cuerpos compresivamente fuertes a lo largo de cualquiera de esos ejes. Los cuerpos de aerogel que se comprimen de esta
35 manera exhiben valores de aislamiento térmico mucho mejores que las espumas sintácticas. Los procedimientos para producir estos materiales rápidamente facilitarán el uso a gran escala de estos materiales en tuberías submarinas de petróleo y gas como aislamiento externo.

- 40 Los procedimientos convencionales para la producción de láminas de gel y/o láminas de gel compuestas reforzadas con fibra formadas a través de la química de sol-gel descrita en la literatura científica y de patentes implican invariablemente la colada por lotes. La colada por lotes se define aquí como catalizar un volumen completo de sol para inducir la gelificación simultáneamente en todo ese volumen. Las técnicas de formación de gel son bien conocidas por los expertos en la materia: los ejemplos incluyen ajustar el pH y/o la temperatura de un sol de óxido de metal diluido a un punto en que ocurre la gelificación (R.K. Iler, Química coloide de sílice y silicatos, 1954, Capítulo 6; R.K. Iler, La química de la sílice, 1979, Capítulo 5, C.J. Brinker y G.W. Scherer, Ciencia de Sol-Gel, 1990, capítulos 2 y 3).

- 45 La Patente de Estados Unidos N.º 6.068.882 (Ryu) desvela un ejemplo de un material compuesto de aerogel reforzado con fibra que se puede practicar con las realizaciones de la presente invención. Los materiales precursores compuestos de aerogel preferidos utilizados en la presente invención son aquellos como Cryogel®, Pyrogel®, o Spaceloft™ vendidos comercialmente por Aspen Aerogels, Incorporated. La Patente de Estados Unidos N.º 5.306.555 (Ramamurthy y col.) desvela un compuesto de matriz de aerogel de un aerogel a granel con fibras dispersas dentro
50 del aerogel a granel y un procedimiento para preparar el compuesto de matriz de aerogel.

Sumario de la invención

- La presente invención se refiere a láminas continuas de material de gel de sílice o material de aerogel de sílice, así como a procedimientos para la preparación del mismo como se define en las reivindicaciones 1 a 16. Además, describe los procedimientos de colada sol-gel continuos y semicontinuos que se mejoran considerablemente con respecto a los
55 procedimientos de colada sol-gel por lotes convencionales para láminas de gel, láminas de gel flexibles reforzadas con fibra y rollos de materiales de gel compuesto.

Más específicamente, la invención describe procedimientos para combinar continuamente una solución de baja viscosidad de un sol y un agente (catalizador térmico o catalizador químico) que induce la formación de gel y forma una lámina de gel en un elemento móvil, como una cinta transportadora con bordes que define el volumen de la lámina de gel formada distribuyendo el sol catalizado a una velocidad predeterminada efectiva para permitir que se produzca gelificación en el elemento móvil. El sol incluye sílice. Aún más específicamente, los procedimientos describen la formación de un compuesto de gel reforzado con fibra que tiene dos partes, a saber, fibras de refuerzo y una matriz de gel en la que las fibras de refuerzo están en forma de una estructura fibrosa elevada (es decir, guata), más preferentemente con base de poliéster termoplástico o fibras de sílice, y más preferentemente en combinación con fibras cortas individuales distribuidas al azar (microfibras) de manera continua o semicontinua. El material fibroso de guata o esterilla se introduce en el elemento móvil para combinarlo con el sol catalizado antes de la gelificación.

Además, cuando una matriz de gel se refuerza con un material de guata elevado, particularmente una guata continua no tejida compuesta por fibras de muy bajo denier, el material compuesto resultante cuando se seca en un producto de aerogel o xerogel por extracción con disolvente, mantiene propiedades térmicas similares a un aerogel monolítico o xerogel en una forma mucho más fuerte, y más duradera. El diámetro de las fibras utilizadas está en el rango de 0,1-10 000 micras. En algunos casos, se utilizan nanofibras en el rango de 0,001 a 100 micras para reforzar el gel. Además de la guata de fibra, las fibras rizadas pueden distribuirse por toda la estructura del gel.

Aún más específicamente, los procedimientos describen procedimientos para formar compuestos de gel de forma continua o semi-continua mediante la introducción de una zona de disipación de energía en el aparato transportador móvil. La gelificación del sol catalizado puede mejorarse mediante un procedimiento de disipación química o energética. Por ejemplo, un flujo controlado de radiación electromagnética (ultravioleta, visible, infrarroja, microondas), acústica (ultrasonido) o de partículas puede introducirse a través del ancho de un volumen de sol en movimiento contenido por una cinta transportadora para inducir una reticulación suficiente de los polímeros contenidos dentro del sol para lograr un punto de gel. El flujo, el punto y el área de radiación pueden controlarse a lo largo del aparato de transporte para lograr una velocidad de colada optimizada y propiedades deseables de gel para el momento en que se alcanza el término del transportador para una sección dada de gel. De esta manera, las propiedades del gel pueden controlarse de una manera novedosa en un grado que no es posible con los procedimientos de colada por lotes. Además, otro elemento móvil que gira en la dirección opuesta al primer elemento móvil puede usarse para proporcionar la forma de la porción superior de las láminas de gel.

Aún más específicamente, se puede formar un rollo de material compuesto de gel que se enrolla o arrolla conjuntamente con una capa de flujo poroso que facilita la formación de extracción de disolvente usando procedimientos de procesamiento de fluidos supercríticos en una huella muy pequeña usando el procedimiento de la presente invención. Esto se logra infundiendo una cantidad predeterminada de sol catalizado en una preforma de fibra enrollada co-enrollada con una capa separadora impermeable, gelificando el rollo infundido, seguido de desenrollar el artículo compuesto de gel, eliminar la capa impermeable y volver a enrollar el compuesto de gel flexible del cuerpo curado de forma incompleta con una capa separadora porosa. El procedimiento descrito en la presente invención proporciona una gran ventaja para mejorar la velocidad de producción de materiales compuestos de gel en un área tan pequeña como sea posible.

Aún más específicamente, se describe un procedimiento para producir láminas de gel de manera continua en el que las láminas de gel se producen por uno cualquiera de los procedimientos mencionados anteriormente y se enrollan en una pluralidad de capas. Esta es una forma novedosa y efectiva de producir láminas de gel para operaciones de secado eficientes. En otra característica, un material separador opcional se enrolla conjuntamente con las láminas de gel. Tal material separador puede ser de naturaleza permeable o impermeable. Dependiendo de la permeabilidad del material separador, se puede obtener un patrón de flujo favorable en un secado posterior. El material separador también proporciona rutas de flujo para que los fluidos de sililación (envejecimiento) posteriores pasen fácilmente. En el secado, ayudan aún más al probar caminos de flujo que reducen efectivamente el espesor de la lámina de gel que se extraerá en dirección radial.

Estas y otras realizaciones adicionales de la presente invención se describen con mayor detalle a continuación. Las ventajas de los procedimientos descritos en la presente invención para procesar láminas compuestas reforzadas con fibra de manera continua o semicontinua sobre los procedimientos descritos anteriormente son muchas. Por ejemplo, los artículos de gel pueden formarse de forma continua o semi-continua siempre que todos los componentes se alimenten al aparato a la velocidad adecuada. De este modo, se pueden diseñar grandes volúmenes de material en un área de producción más pequeña que con la colada por lotes tradicional que requiere moldes que se deben rellenar y dejar que envejezcan antes de la extracción con disolvente para fabricar materiales de aerogel o xerogel. Las láminas continuas muy largas de material reforzado con fibra, y gel flexible se forman fácilmente usando los procedimientos de la presente invención debido al procesamiento combinado de colada y laminado que permite que una sola superficie de moldeo se reutilice continuamente dentro de un área de producción pequeña. Cuando los rollos de gel se moldean por lotes seguidos de un procesamiento de rollo a rollo para colocar capas de flujo poroso entre las capas de material de gel, la huella de producción disminuye aún más, aumentando la capacidad de producción y potencialmente reduciendo los costos de producción en relación con la colada por lotes de láminas planas.

Breve descripción de los dibujos

La FIG. 1 ilustra un procedimiento para producir láminas de gel reforzado con fibra usando una cinta transportadora contrarrotativa.

La FIG. 2 ilustra un procedimiento para producir láminas de gel reforzado con fibra usando una única cinta transportadora giratoria.

5 La FIG. 3 ilustra un procedimiento para producir láminas de gel reforzado con fibra usando una cinta transportadora contrarrotativa con corte adicional (solo de referencia).

La FIG. 4 ilustra un procedimiento para producir láminas de gel reforzado con fibra usando una cinta transportadora giratoria única con corte adicional (solo de referencia).

La FIG. 5 ilustra el diagrama de flujo general de la mezcla de catalizador-sol antes de la colada.

10 La FIG. 6 ilustra una realización adicional con la dispensación del sol catalizado a un rodillo preformado que incluye capas separadoras (solo de referencia).

La FIG. 7 ilustra una realización adicional para producir una lámina de gel induciendo una zona de gelificación.

La FIG. 8 ilustra una realización adicional para producir láminas de gel con una o más capas separadoras.

Descripción detallada de la invención

15 La divulgación descrita en el presente documento está dirigida a producir materiales llenos de disolvente, de monolito de gel nanoestructurado y de lámina compuesta de manta flexible. Estos materiales dan cuerpos de aerogel nanoporosos después de que todos los disolventes de fase móvil se extraen usando una extracción con disolvente hiperocrítico (secado con fluido supercrítico). Por ejemplo, los procedimientos descritos en la presente invención ofrecerán capacidades de producción significativamente mejores para formar láminas de gel monolítico o artículos compuestos de gel enrollados en un factor de forma que facilitará la eliminación del disolvente en un procedimiento de extracción de fluidos supercríticos posterior. El primer procedimiento describe un sistema basado en transportador que utiliza la entrega de mezcla de baja viscosidad, y sol catalizado en un extremo y un sistema para cortar y transportar láminas monolíticas formadas (definido aquí como polímero o matriz sólida de cerámica solamente, sin fibras añadidas) de material de gel relleno de disolvente en un sistema para tratamiento químico adicional. El segundo procedimiento describe un sistema basado en transportador que utiliza el suministro de una mezcla de sol catalizado de baja viscosidad en un extremo y un sistema para cortar y transportar láminas rellenas de disolvente, compuestas de gel reforzado con fibra en un sistema de laminado (con y sin una capa de flujo de separador poroso) para producir un factor de forma listo para un tratamiento adicional antes de la extracción de fluido supercrítico. El tercer procedimiento describe un procedimiento de transferencia directa de rollo a rollo entre dos botes en el que el primero aloja una reacción directa de "gel en un rollo" seguido de desenrollar y volver a enrollar el gel con una capa de flujo de separador poroso para preparar el factor de forma para tratamiento adicional previo a la extracción supercrítica. Los tres procedimientos se pueden usar junto con procedimientos de suministro de energía controlada para facilitar el tiempo de gelificación y la resistencia de los cuerpos verdes formados. La energía en forma de ultrasonido, calor, y varias formas de radiación puede usarse para inducir la gelificación de una mezcla de sol preparada además de los procedimientos clásicos de catálisis química (como en un cambio de pH de un pH de sol estable a uno que facilite la gelificación).

Los materiales de matriz descritos en la presente invención se derivan mejor del procesamiento sol-gel, preferentemente compuesto de polímeros (inorgánicos, orgánicos o híbridos inorgánico/orgánico) que definen una estructura con poros muy pequeños (del orden de las milmillonésimas de metro). Los materiales fibrosos añadidos antes del punto de gelificación del polímero refuerzan los materiales de la matriz descritos en la presente invención. El refuerzo de fibra preferido es preferentemente una estructura fibrosa elevada (guata o banda), pero también puede incluir microfibras cortas individuales orientadas al azar y fibras tejidas o no tejidas. Más particularmente, los refuerzos de fibra preferidos se basan en cualquiera de las fibras orgánicas (por ejemplo, poliéster termoplástico, carbono de alta resistencia, aramida, polietileno orientado de alta resistencia), inorgánicas a baja temperatura (varios vidrios de óxido de metal como el vidrio E) o refractarias (por ejemplo, sílice, alúmina, fosfato de aluminio, aluminosilicato, etc.). El espesor o diámetro de la fibra utilizada en las realizaciones de la presente invención está en el rango de 0,1 a 10 000 micras, y preferentemente en el rango de 0,1 a 100 micras. En otra realización preferida, se usan nanoestructuras de fibras tan pequeñas como 0,001 micras para reforzar el gel. Los ejemplos típicos incluyen nanofibras de carbono y nanotubos de carbono con diámetros tan pequeños como 0,001 micras. Se pueden formar láminas de gel rellenas con disolvente que combinan un sólido cerámico (por ejemplo, sílice) y una fase de disolvente móvil (por ejemplo, etanol) en un transportador mediante inyección continua de una fase de catalizador en una fase de sol y dispersando la mezcla catalizada en un transportador en movimiento. Dichos materiales encontrarán uso en transparencias aislantes, tales como ventanas de doble acristalamiento en edificios. Debido a que estos materiales de gel son normalmente rígidos e inflexibles cuando están compuestos de un material de matriz de polímero de cerámica o reticulado con disolvente intercalado (disolvente de gel) en ausencia de refuerzo de fibra, estos materiales deben manipularse como moldeados si están continuamente colados. Si el transportador tiene bordes moldeados que retienen el volumen, entonces el gel se puede echar directamente sobre la superficie del transportador. Si el transportador tiene moldes colocados sobre él, entonces los volúmenes del molde pueden llenarse continuamente con sol recién catalizado.

Los materiales adecuados para formar aerogeles inorgánicos son los óxidos de la mayoría de los metales que pueden formar óxidos, como el silicio, aluminio, titanio, circonio, hafnio, itrio, vanadio y similares. Particularmente preferidos son los geles formados principalmente a partir de soluciones alcohólicas de ésteres de silicato hidrolizados debido a su disponibilidad inmediata y bajo costo (alcogel). Los aerogeles orgánicos pueden estar hechos de poliácridatos, poliestirenos, poliácridonitrilos, poliuretanos, poliimidias, alcohol polifurfural, alcohol fenol furfúrico, melamina

formaldehídos, resorcinol formaldehídos, cresol formaldehído, fenol formaldehído, alcohol polivinílico dialdehído, policianuratos, poliácridamidas, varias epoxis, agar, agarosa y similares (véase por ejemplo C.S. Ashley, C.J. Brinker y D.M. Smith, Diario de sólidos no cristalinos, volumen 285, 2001).

5 En una realización preferida de los procedimientos de la presente invención, la disipación de energía a través de una porción del volumen de sol se utiliza en una ubicación específica de un aparato transportador utilizado para la colada de gel. Al controlar el área del sol catalizado que está expuesto al calor o al flujo específico de radiación (p. ej. ultrasónica, rayos x, rayo de electrones, ultravioleta, visible, infrarroja, microondas, rayo gamma), se puede inducir un fenómeno de gelificación en un punto dado de un aparato transportador. Es ventajoso controlar la sincronización del punto de gelificación con respecto a la velocidad del transportador de modo que el material tenga el tiempo adecuado para envejecer y fortalecerse antes de cualquier manipulación mecánica en el término del aparato transportador. Aunque la difusión de las cadenas de polímeros y el posterior crecimiento de la red sólida se reducen significativamente dentro de la estructura del gel viscoso después del punto de gelificación, el mantenimiento del gel líquido original (licor madre) durante un período de tiempo después de la gelificación es esencial para obtener un aerogel que tenga las mejores propiedades térmicas y mecánicas. Este período de tiempo en que el gel "envejece" sin alteración se llama "sinéresis". Las condiciones de sinéresis (tiempo, temperatura, pH, concentración sólida) son importantes para la calidad del producto de aerogel.

10 Los geles son una clase de materiales formados al arrastrar una fase de disolvente intersticial móvil dentro de los poros de una estructura sólida. Las estructuras sólidas pueden estar compuestas de materiales inorgánicos, orgánicos o poliméricos híbridos o inorgánicos/orgánicos que desarrollan una morfología de poros en relación directa con el procedimiento de gelificación, interacciones disolvente-polímero, tasa de polimerización y reticulación, contenido sólido, contenido de catalizador, temperatura y una serie de otros factores. Se prefiere que los materiales de gel se formen a partir de materiales precursores, incluyendo varios materiales de refuerzo con fibra que otorgan flexibilidad al compuesto formado, de manera continua o semicontinua en forma de láminas o rollos de láminas de modo que la fase de disolvente intersticial se pueda eliminar fácilmente mediante extracción de fluidos supercríticos para hacer un material de aerogel. Al mantener la fase del disolvente por encima de la presión y temperatura críticas durante todo el procedimiento, o al menos al final del procedimiento de extracción del disolvente, no se realizan fuertes fuerzas capilares generadas por la evaporación del líquido de poros muy pequeños que causan contracción y colapso de los poros. Los aerogeles suelen tener bajas densidades aparentes (aproximadamente 0,15 g/cc o menos, preferentemente de aproximadamente 0,03 a 0,3 g/cc), áreas de superficie muy alta (generalmente de aproximadamente 300 a 1000 m²/g y más, preferentemente alrededor de 700 a 1000 m²/g), alta porosidad (aproximadamente 90 % y más, preferentemente mayor que aproximadamente 95 %), y un volumen de poro relativamente grande (aproximadamente 3 ml/g, preferentemente aproximadamente 3,5 ml/g y superior). La combinación de estas propiedades en una estructura amorfa proporciona los valores de conductividad térmica más bajos (9 a 16 mW/mK a 37 °C y 101 kPa de presión) para cualquier material sólido coherente.

15 Los procedimientos de colada de material de gel monolítico y compuesto descritos en la presente invención comprenden tres fases distintas. La primera es mezclar todos los componentes constituyentes (precursor sólido, dopantes, aditivos) en un sol de baja viscosidad que se puede dispensar de manera continua. La segunda implica dispensar el sol mezclado sobre un molde transportador móvil que también puede tener una correa superior contrarrotatoria sincronizada para formar una superficie superior moldeada. La segunda fase también puede incluir la introducción de calor o radiación al sol no gelificado dentro de un área definida del aparato transportador móvil para inducir la gelificación o modificar las propiedades del gel, como el módulo del gel, resistencia a la tracción, o densidad. La tercera fase del procedimiento de la invención implica el corte de gel y el transporte de láminas de gel monolíticas a un área de posprocesamiento o co-laminado de un compuesto flexible, de gel reforzado con fibra con una capa flexible, de flujo poroso para generar un factor de forma particularmente preferido del material. Los rollos formados de material compuesto de gel y la capa de flujo son particularmente susceptibles de eliminación de disolventes intersticiales utilizando procedimientos de procesamiento supercríticos. Un ejemplo del procedimiento preferido de colada de gel se muestra en la Figura 1, que utiliza un procedimiento convencional de sol-gel catalizado químicamente en combinación con un aparato transportador móvil con capacidad de moldeo contrarrotatorio. El compuesto reforzado con fibra, de gel nanoporoso se puede enrollar mecánicamente, con o sin una capa de flujo porosa, como se muestra en la Figura 1. La Figura 2 muestra el mismo procedimiento que utiliza una cinta transportadora móvil con una sola superficie de moldeo (una correa inferior de rotación continua con lados moldeados). La Figura 3 muestra cómo las láminas de gel monolítico, formado a partir de un sol polimérico (sin estructuras de refuerzo de fibra añadidas) puede formarse continuamente mediante la deposición de una solución de sol catalizado sobre un transportador en movimiento, y la Figura 4 ilustra el mismo procedimiento, excepto que se muestra una estrategia de moldeo del transportador contrarrotatorio. Los soles utilizados en la presente invención se mezclan y preparan, a menudo mezclándose a la vez con un catalizador químico, antes de depositarse sobre el transportador móvil como se muestra en el diagrama de bloques de la Figura 5. Una realización relacionada, pero alternativa del procedimiento de la invención se muestra en la Figura 6, en la que un rollo de preforma de capa de fibra y separador se infiltran con un sol, y después de que tiene lugar la gelificación inicial, se desenrolla para separar el compuesto de gel de la capa impermeable y posteriormente se enrolla de nuevo con una capa permeable para preparar un procesamiento químico adicional.

La matriz de gel de los materiales precursores preferidos para la presente invención puede ser orgánica, inorgánica, o una mezcla de los mismos. Los soles se pueden catalizar para inducir la gelificación por procedimientos conocidos

por los expertos en la materia: los ejemplos incluyen ajustar el pH y/o la temperatura de un sol de óxido de metal diluido a un punto en que se produce la gelificación (lo siguiente se incorpora aquí como referencia: R.K. Iler, Química coloide de sílice y silicatos, 1954, Capítulo 6; R.K. Iler, La química de la sílice, 1979, Capítulo 5, C.J. Brinker y G.W. Scherer, Ciencia de Sol-Gel, 1990, capítulos 2 y 3). Los materiales adecuados para formar aerogeles inorgánicos son los óxidos de la mayoría de los metales que pueden formar óxidos, como el silicio, aluminio, titanio, circonio, hafnio, itrio, vanadio y similares. Particularmente preferidos son los geles formados principalmente a partir de soluciones alcohólicas de ésteres de silicato hidrolizados debido a su disponibilidad inmediata y bajo costo (alcogel).

También es bien sabido por aquellos entrenados en la técnica que los aerogeles orgánicos pueden estar hechos de materiales de polímeros orgánicos incluyendo poliacrilatos, poliestirenos, poliacrilonitrilos, poliuretanos, poliamidas, EPDM y/o soluciones de caucho de polibutadieno, poliimidias, alcohol polifurfural, alcohol fenol furfurílico, melamina formaldehídos, resorcinol formaldehídos, cresol formaldehído, fenol formaldehído, alcohol polivinílico dialdehído, policianuratos, poliacrilamidas, varias epoxis, agar, agarosa y similares (véase por ejemplo C.S. Ashley, C.J. Brinker y D.M. Smith, Diario de sólidos no cristalinos, volumen 285, 2001).

Diversas formas de fuentes de radiación electromagnética, acústica o de partículas pueden usarse para inducir la gelificación de materiales precursores de sol en el aparato transportador móvil. La literatura contiene varios ejemplos en los que el calor, energía ultrasónica, luz ultravioleta, radiación gamma, radiación del haz de electrones y similares pueden exponerse a un material de sol para inducir la gelificación. El uso de la disipación de energía (calor, acústica, radiación) en una zona fija del aparato transportador, tal que un grupo de sol en movimiento interactúe con un flujo de energía controlado durante un período fijo de tiempo es ventajoso para controlar las propiedades del gel, así como el aerogel seco o el material de xerogel. Este procedimiento se ilustra en la Figura 7.

Generalmente, la ruta sintética principal para la formación de un aerogel inorgánico es la hidrólisis y condensación de un alcóxido metálico apropiado. Los alcóxidos metálicos más adecuados son aquellos que tienen aproximadamente de 1 a 6 átomos de carbono, preferentemente de 1-4 átomos de carbono, en cada grupo alquilo. Los ejemplos específicos de tales compuestos incluyen tetraetoxisilano (TEOS), tetrametoxisilano (TMOS), tetra-*n*-propoxisilano, isopropóxido de aluminio, sec-butóxido de aluminio, isopropóxido de cerio, hafnio *tert*-butóxido, isopropóxido de magnesio y aluminio, isopropóxido de itrio, isopropóxido de titanio, isopropóxido de circonio y similares. En el caso de los precursores de sílice, estos materiales pueden hidrolizarse parcialmente y estabilizarse a pH bajo como polímeros de ésteres de ácido polisilícico como el polidietoxisiloxano. Estos materiales están disponibles comercialmente en solución de alcohol. Los precursores de sílice prepolymerizados son especialmente preferidos para el procesamiento de materiales de gel descritos en la presente invención. Inducir la gelificación de soles de óxido metálico en soluciones de alcohol se denomina procedimiento de alcogel en esta divulgación.

Los expertos en la materia entienden que los materiales de gel formados usando el procedimiento sol-gel pueden derivarse de una amplia variedad de óxido metálico u otras especies formadoras de polímeros. También es bien sabido que los soles se pueden dopar con sólidos (opacificadores IR, retardantes de sinterización, microfibras) que influyen en las propiedades físicas y mecánicas del producto de gel. Las cantidades adecuadas de tales dopantes generalmente varían de aproximadamente 1 a 40 % en peso del compuesto terminado, preferentemente de aproximadamente 2 a 30 % usando los procedimientos de colada de la presente invención.

Las principales variables en el procedimiento de formación de aerogel inorgánico incluyen el tipo de alcóxido, pH de la solución y relación alcóxido/alcohol/agua. El control de las variables puede permitir el control del crecimiento y la agregación de las especies de la matriz a lo largo de la transición del estado "sol" al estado "gel". Si bien las propiedades de los aerogeles resultantes se ven fuertemente afectadas por el pH de la solución precursora y la relación molar de los reactivos, cualquier pH y cualquier relación molar que permita la formación de geles puede usarse en la presente invención.

Generalmente, el solvente será un alcohol más bajo, es decir, un alcohol que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, preferentemente de 2 a 4, aunque pueden usarse otros líquidos como se conoce en la técnica. Los ejemplos de otros líquidos útiles incluyen, pero no se limitan a: acetato de etilo, acetoacetato de etilo, acetona, diclorometano y similares.

Por conveniencia, la ruta de alcogel para formar geles de sílice inorgánica y compuestos se utilizan a continuación para ilustrar cómo crear los precursores utilizados por la invención, aunque esto no pretende limitar la presente invención a ningún tipo específico de gel. La invención es aplicable a otras composiciones de gel.

Como alternativa, se pueden utilizar otros procedimientos de preparación de sol e inducción de gel para hacer un artículo de gel precursor usando los procedimientos de procesamiento de la presente invención, pero se prefieren los enfoques químicos que permiten obtener la densidad más baja y/o los mejores artículos de aislamiento térmico. Por ejemplo, un precursor soluble en agua, básico de óxido metálico puede neutralizarse mediante un ácido acuoso de manera continua, depositado en una cinta transportadora móvil como se muestra en las Figuras 1 y 2, e inducido a hacer un hidrogel en la cinta transportadora. El silicato de sodio ha sido ampliamente utilizado como precursor de hidrogel. Los subproductos de sal pueden eliminarse del precursor de ácido silícico mediante intercambio iónico y/o lavando posteriormente geles formados con agua después de la formación y manipulación mecánica del gel.

Después de la identificación del material de gel a preparar usando los procedimientos de la presente invención, se

prepara una solución de alcohol alcóxico de metal adecuada. La preparación de soluciones formadoras de aerogel es bien conocida en la técnica. Véase, por ejemplo, S.J. Teichner y col., Aerogel de óxido inorgánico, Avances en coloides y ciencia de interfaz, Vol. 5 de 1976, pp 245-273 y L.D. LeMay y col., Materiales microcelulares de baja densidad, Boletín MRS, Vol. 15 de 1990, p 19. Para producir monolitos de gel de sílice y compuestos de gel de sílice que contienen refuerzo de fibra útiles en la fabricación de materiales de aerogel de sílice, los ingredientes típicamente preferidos son tetraetoxisilano (TEOS), agua y etanol (EtOH). La relación preferida de TEOS a agua es aproximadamente 0,2-0,5: 1, la relación preferida de TEOS a EtOH es de aproximadamente 0,02-0,5: 1, y el pH preferido es de aproximadamente 2 a 9. El pH natural de una solución de los ingredientes es de aproximadamente 5. Si bien se puede usar cualquier ácido para obtener una solución de pH más bajo, HCl, H₂SO₄ o HF son actualmente los ácidos preferidos. Para generar un pH más alto, NH₄OH es la base preferida.

Para los fines de esta patente, una guata elevada se define como un material fibroso que muestra las propiedades del volumen y cierta resistencia (con o sin recuperación total de volumen). La forma preferida es una red blanda de este material. El uso de un material de refuerzo de guata elevada minimiza el volumen de aerogel sin soporte al tiempo que evita la degradación sustancial del rendimiento térmico del aerogel. Guata se refiere preferentemente a capas o láminas de un material fibroso, comúnmente utilizado para forrar acolchados o para rellenar o empaçar o como una manta de aislamiento térmico.

Los materiales de guata que tienen cierta resistencia a la tracción son ventajosos para la introducción al sistema de colada del transportador, pero no son obligatorios. Se pueden utilizar mecanismos de transferencia de carga en el procedimiento para introducir materiales de guata delicados en la región del transportador antes de la infiltración con flujo de sol preparado.

Los materiales fibrosos adecuados para formar tanto la guata elevada como las capas de resistencia a la tracción orientadas en x-y incluyen cualquier material formador de fibras. Los materiales particularmente adecuados incluyen: fibra de vidrio, cuarzo, poliéster (PET), polietileno, polipropileno, polibencimida-azol (PBI), polifenilbenzo-bisoxasol (PBO), poliéteréter cetona (PEEK), poliariolato, poliacrilato, politetrafluoroetileno (PTFE), polimetafenilendiamina (Nomex), tereftalamida de poliparafenileno (Kevlar), polietileno de peso molecular ultra alto (UHMWPE), por ejemplo, SpectraTM, resinas novoloides (Kynol), poliacrilonitrilo (PAN), PAN/carbono y fibras de carbono.

La FIG. 1 ilustra un procedimiento que produce láminas de gel reforzado con fibra de manera continua o semicontinua utilizando un sistema dispensador de sol y mezcla de catalizador y un aparato de molde de cinta transportadora contrarrotatoria. Las láminas compuestas de gel se pueden producir en forma enrollada si se enrollan mecánicamente al final de la correa. Los números internos de las figuras corresponden de la siguiente manera: 11 es una solución precursora de sol estable, 12 es un catalizador para inducir la gelificación del sol cuando se agrega en una cantidad adecuada en condiciones controladas, 13 indica posiciones de control de flujo, 14 es un mezclador estático, 15 es la posición en el sistema de mezcla de fluidos en el que el sol se ha mezclado completamente con catalizador, 16 es un rascador/dispositivo de lubricación (opcional), 17 es un material de guata fibroso (puede venir en láminas o rollos discretos que se introducen en el conjunto), 18 indica dos conjuntos de correa contrarrotativa que forman superficies de moldeo a lo largo de las cuales se produce la gelificación antes del conjunto de laminación indicado por 19.

La FIG. 2 ilustra un procedimiento que produce láminas de gel reforzado con fibra de manera continua o semicontinua utilizando un sistema de dispensación de sol y mezcla de catalizador y un solo aparato de molde de cinta transportadora. Las láminas compuestas de gel se pueden producir en forma enrollada si se enrollan mecánicamente al final de la correa. Los números internos de las figuras corresponden de la siguiente manera: 21 es una solución precursora de sol estable, 22 es un catalizador para inducir la gelificación del sol cuando se agrega en una cantidad adecuada en condiciones controladas, 23 indica posiciones de control de flujo, 24 es un mezclador estático, 25 es la posición en el sistema de mezcla de fluidos en el que el sol se ha mezclado completamente con catalizador, 26 es un rascador/dispositivo de lubricación (opcional), 27 es un material de guata fibroso (puede venir en láminas o rollos discretos que se introducen en el conjunto), 28 indica un conjunto de cinta transportadora que forma una superficie de moldeo a lo largo de la cual se produce la gelificación antes del conjunto de laminación indicado por 29.

La FIG. 3 ilustra un procedimiento que produce láminas de gel de manera continua o semicontinua utilizando un sistema de dispensación de sol y mezcla de catalizador y un aparato de molde de cinta transportadora contrarrotatoria. Los números internos de las figuras corresponden de la siguiente manera: 30 es una solución precursora de sol estable, 31 es un catalizador para inducir la gelificación del sol cuando se agrega en una cantidad adecuada en condiciones controladas, 32 indica posiciones de control de flujo, 33 es un mezclador estático, 34 y 35 son dos conjuntos de correa contrarrotativa que forman superficies de moldeo a lo largo de la longitud de la cual se produce la gelificación antes del conjunto de corte de lámina de gel indicado por 36. Las láminas de gel discretas (37) están entonces listas para su posterior procesamiento.

La FIG. 4 ilustra un procedimiento que produce láminas de gel de manera continua o semicontinua utilizando un sistema de dispensación de sol y mezcla de catalizador y un aparato de molde de cinta transportadora. Los números internos de las figuras corresponden de la siguiente manera: 40 es una solución precursora de sol estable, 41 es un catalizador para inducir la gelificación del sol cuando se agrega en una cantidad adecuada en condiciones controladas, 42 indica posiciones de control de flujo, 43 es un mezclador estático, 44 es un molde de cinta transportadora a lo largo de la longitud del cual se produce la gelificación antes del conjunto de corte de lámina de gel indicado por 45. Las

láminas de gel discretas (46) están entonces listas para su posterior procesamiento.

La FIG. 5 ilustra el diagrama de flujo general para mezclar un sol y un catalizador en una zona de mezcla antes del moldeo (deposición) a una velocidad controlada sobre un aparato transportador de manera continua.

5 La FIG. 6 ilustra un procedimiento de colada alternativo que involucra un rollo (60) de preformado de capa de fibra y separador en un recipiente (61) que se infiltra con un sol (62), y después de que tiene lugar la gelificación inicial (63), se desenrolla (64) para separar el compuesto de gel de la capa (65) impermeable y posteriormente se enrolla nuevamente con una capa (66) permeable para formar un rollo (67) de compuesto de gel/capa de flujo con el fin de prepararse para un procesamiento químico adicional. Como alternativa, el rollo preformado infiltrado con sol se puede secar directamente con la capa separadora presente y desenrollarse.

10 La FIG. 7 ilustra un procedimiento que produce láminas de gel reforzado con fibra de manera continua o semicontinua utilizando un sistema de dispensación de sol y un aparato de molde de cinta transportadora única. La gelificación se induce en una zona diseñada del aparato transportador por exposición del sol al calor o la radiación. Los números internos de las figuras corresponden de la siguiente manera: 70 es una solución precursora de sol estable, 71 es un catalizador para inducir la gelificación del sol cuando se agrega en una cantidad adecuada en condiciones controladas, 15 72 indica posiciones de control de flujo, 73 es un mezclador estático, 74 es la posición en el sistema de mezcla de fluidos en el que el sol se ha mezclado completamente con catalizador, 75 es un material de guata fibroso (puede venir en láminas o rollos discretos que se introducen en el conjunto), 76 es un dispositivo que disipa energía en el sol o gel para alterar sus propiedades (por ejemplo, inducir la reticulación), 77 indica un conjunto de cinta transportadora que forma una superficie de moldeo a lo largo de la cual se produce la gelificación antes del conjunto de laminación indicado por 78.

20 La FIG. 8 ilustra otra realización de la presente invención, en que se dispensa sol sobre una cinta transportadora y se deja gelificar a medida que la cinta transportadora viaja una distancia específica (correspondiente a un tiempo de residencia especificado) y se enrolla sobre un mandril. Mientras se enrolla la lámina de gel, una capa separadora permeable se enrolla conjuntamente con la lámina de gel de manera que cada dos capas de las láminas de gel están separadas por la capa separadora. Opcionalmente, este separador podría ser impermeable. El conjunto de lámina de gel enrollado se seca adicionalmente en un secador supercrítico. La capa separadora proporciona caminos de flujo efectivos durante la extracción/secado supercrítico. Si se usa la capa separadora impermeable, canaliza el flujo de fluido de extracción en dirección axial. Si se usa la capa separadora permeable, también se obtiene un patrón de flujo radial adicional. Dependiendo de los requisitos derivados de la composición de la lámina de gel, la capa separadora impermeable o permeable se utiliza para proporcionar los patrones de flujo necesarios en el extractor/secador supercrítico.

25 Se pueden encontrar más detalles y explicaciones de la presente invención en los siguientes ejemplos específicos, que describen la fabricación de los compuestos de aerogel densificados mecánicamente de acuerdo con la presente invención y los resultados de las pruebas generados a partir de ellos. Todas las partes y porcentajes son en peso a menos que se especifique lo contrario.

Ejemplo 1 (solo referencia)

35 Se introducen 75 litros de sol de sílice producidos por hidrólisis de una solución de TEOS al 20 % en etanol (a pH 2 a temperatura ambiente durante 24 horas) en un recipiente de acero inoxidable equipado con un desagüe inferior conectado a la bomba de fluido y al medidor de flujo. Un contenedor separado también equipado con un desagüe inferior, bomba, y el medidor de flujo se llena con un exceso de etanol amoniacoado (1 %). Los dos fluidos separados se combinan en una proporción fija utilizando los medidores de flujo a través de un mezclador estático y se depositan a través de un cabezal dispensador sobre una superficie plana transportadora en movimiento. La cinta transportadora tiene bordes flexibles soldados a la superficie (en este ejemplo se utiliza un espacio de 96 cm, pero puede ser casi cualquier ancho práctico), tal que el sol dispensado está contenido en volumen. Un rodillo de presión que contacta con la superficie frontal de la cinta transportadora en movimiento evita la difusión hacia atrás del sol de baja viscosidad. 40 La velocidad de la correa se ajusta de modo que el frente de gelificación dentro del sol mixto (definido como la posición fija a lo largo de la mesa transportadora en la que el sol ya no fluye libremente, tomando una calidad de caucho) aparece a la mitad de la longitud de la mesa. Se prefiere una relación de tiempo de gelificación a tiempo de sinéresis de 1:1, pero puede variar entre 2:1 y 1:5 sin problemas. Cuando el sol gelificado llega al final de la mesa, cada placa de gel de sílice se corta a medida a lo ancho y se transfiere en una placa de soporte de carga a un baño de alcohol para su posterior procesamiento.

Ejemplo 2

45 Se introducen 75 litros de sol de sílice producidos por hidrólisis de una solución de TEOS al 20 % en etanol (a pH 2 a temperatura ambiente durante 24 horas) en un recipiente de acero inoxidable equipado con un desagüe inferior conectado a la bomba de fluido y al medidor de flujo. Un contenedor separado también equipado con un desagüe inferior, bomba, y el medidor de flujo se llena con un exceso de etanol amoniacoado (1 %). Los dos fluidos separados se combinan en una proporción fija utilizando los medidores de flujo a través de un mezclador estático y se depositan a través de un cabezal dispensador sobre una superficie plana del transportador móvil (96 cm de ancho entre los 55

bordes flexibles). Un rollo de guata de poliéster (96 cm de ancho) de aproximadamente 12 cm de espesor se alimenta al sistema transportador a la misma velocidad lineal que la cinta. Un rodillo de presión que contacta con la superficie frontal de la cinta transportadora en movimiento evita la difusión hacia atrás del sol de baja viscosidad, y otro rodillo de presión frente al punto de deposición del sol se utiliza para ayudar a la infiltración del sol en el material de guata. La velocidad de la correa se ajusta de modo que el frente de gelificación dentro del sol mixto (definido como la posición fija a lo largo de la mesa transportadora en la que el sol ya no fluye libremente, tomando una calidad de caucho) aparece a la mitad de la longitud de la mesa. Se prefiere una relación de tiempo de gelificación a tiempo de sinéresis de 1:1 para materiales de gel flexibles, pero puede variar entre 2:1 y 1:2 sin problemas. Cuando el sol gelificado llega al final de la mesa, el compuesto de gel flexible se enrolla sobre un mandril cilíndrico. Se utiliza una malla de polietileno perforada para mantener la tensión del rollo a medida que se forma. El rollo está así listo para un procesamiento químico posterior y puede transferirse utilizando el mandril como instrumento de soporte de carga.

Ejemplo 3

Se introducen 75 litros de sol de sílice producidos por hidrólisis de una solución de TEOS al 20 % en etanol (a pH 2 a temperatura ambiente durante 24 horas) en un recipiente de acero inoxidable equipado con un desagüe inferior conectado a la bomba de fluido y al medidor de flujo. El sol de sílice se bombea a una velocidad fija a través de un cabezal dispensador sobre una superficie plana transportadora móvil (96 cm de ancho entre bordes flexibles). Un rollo de guata de poliéster (96 cm de ancho) de aproximadamente 12 cm de espesor se alimenta al sistema transportador a la misma velocidad lineal que la cinta, antes del punto de deposición del sol. Un rodillo de presión que contacta con la superficie frontal de la cinta transportadora en movimiento evita la difusión hacia atrás del sol de baja viscosidad, y otro rodillo de presión frente al punto de deposición del sol se utiliza para ayudar a la infiltración del sol en el material de guata. Se disponen matrices de transductores de ultrasonidos acoplados al fondo de la cinta a través de un gel lubricante en el punto medio del aparato transportador. La velocidad de la cinta y la potencia y frecuencia ultrasónicas se ajustan de modo que el frente de gelificación dentro del sol mixto aparezca aproximadamente a la mitad de la longitud de la mesa. Cuando el sol gelificado llega al final de la mesa, el compuesto de gel flexible se enrolla sobre un mandril cilíndrico. Se utiliza una malla de polietileno perforada para mantener la tensión del rollo a medida que se forma. El rollo está así listo para un procesamiento químico posterior y puede transferirse utilizando el mandril como instrumento de soporte de carga.

Ejemplo 4 (solo referencia)

Se introducen 75 litros de sol de sílice producidos por hidrólisis de una solución de tetrametilortosilicato (TMOS) al 20 % en metanol (a pH 2 a temperatura ambiente durante 4 horas) en un recipiente de acero inoxidable equipado con un desagüe inferior conectado a la bomba de fluido y al medidor de flujo. Un contenedor separado también equipado con un desagüe inferior, bomba, y el medidor de flujo se llena con un exceso de metanol amoniacoado (1 %). Los dos fluidos separados se combinan en una proporción fija utilizando los medidores de flujo a través de un mezclador estático y se depositan a través de un cabezal dispensador sobre una superficie plana transportadora en movimiento. El sol de sílice se bombea a una velocidad fija a través de un cabezal dispensador sobre una superficie plana transportadora móvil (96 cm de ancho entre bordes flexibles). Un rodillo de presión que contacta con la superficie frontal de la cinta transportadora en movimiento evita la difusión hacia atrás del sol de baja viscosidad. La velocidad de la cinta transportadora y la velocidad de flujo de deposición de sol coinciden de manera que el frente de gelificación para la lámina de gel de sílice (monolítica) se produce aproximadamente a la mitad de la longitud del transportador. La velocidad de la cinta se mantiene constante durante el procedimiento para garantizar que la relación entre el tiempo de sinéresis y el tiempo de gel es de aproximadamente 1:1. A medida que la lámina de gel de sílice envejecida alcanza una longitud preferida más allá del extremo de la cinta transportadora (en una superficie de soporte para evitar el agrietamiento de la delicada estructura del gel), se engancha un aparato de corte para separar la pieza individual del gel que se mueve continuamente. La nueva lámina de gel se mueve sobre una placa de soporte de carga y se retira a otra área para tratamiento adicional. Esta acción se repite hasta que todo el sol se haya depositado sobre la mesa. Este procedimiento puede ejecutarse continuamente siempre que el sol formulado adecuadamente se reponga en el aparato de deposición.

Ejemplo 5 (solo referencia)

Se introducen 75 litros de sol de sílice producidos por hidrólisis de una solución de TEOS al 20 % en etanol (a pH 2 a temperatura ambiente durante 24 horas) en un recipiente de acero inoxidable equipado con un desagüe inferior conectado a la bomba de fluido y al medidor de flujo. Se agrega etanol amoniacoado (1 %) con agitación a una velocidad que mantiene una temperatura casi constante hasta que el pH del sol alcanza un valor entre 4 y 7. El sol con pH ajustado ("catalizado") se deposita en un recipiente a través de un rollo de guata de poliéster (96 cm de ancho) de aproximadamente 12 cm de espesor que se ha enrollado en un mandril de acero inoxidable con una capa de separación de polietileno. La deposición se realiza de una manera que evita la formación excesiva de burbujas de aire dentro del volumen de la fibra, y puede beneficiarse del uso de técnicas de moldeo por transferencia de resina o técnicas de infiltración al vacío conocidas por los expertos en la materia. Después de que ha ocurrido la gelificación, el rollo de gel se desenrolla antes del endurecimiento excesivo (se prefiere una relación de tiempo de gelificación a tiempo de sinéresis mayor que 1:1) en el que se retira la capa de plástico impermeable y el gel flexible se vuelve a enrollar con una capa de flujo permeable con la tensión adecuada en un recipiente separado (Figura 6). El rollo gelificado está listo entonces para un mayor envejecimiento y procesamiento químico antes del secado supercrítico.

5 Al describir las realizaciones de la invención, se utiliza una terminología específica en aras de la claridad. Para fines de descripción, cada término específico tiene la intención de incluir al menos todos los equivalentes técnicos y funcionales que operan de manera similar para lograr un fin similar. Asimismo, en algunos casos en que una realización particular de la invención incluye una pluralidad de elementos del sistema o etapas del procedimiento, esos elementos o etapas pueden reemplazarse con un solo elemento o etapa; del mismo modo, un solo elemento o etapa puede ser reemplazado por una pluralidad de elementos o etapas que tienen el mismo fin. Además, aunque la presente invención se ha mostrado y descrito con referencia a realizaciones particulares de la misma, los expertos en la materia entenderán que se pueden hacer varios otros cambios en la forma y los detalles sin apartarse del ámbito de la invención, que se define por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Una lámina continua de material de gel de sílice, obtenible por introducir un material fibroso de guata o esterilla en un elemento móvil para combinarlo con un sol catalizado antes de la gelificación;
- 5 dispensar el sol catalizado que comprende un precursor de sílice prepolimerizado sobre el elemento móvil como una lámina continua;
- permitir que se produzca gelificación en el sol catalizado en el elemento móvil para formar un compuesto de gel reforzado con fibra;
- 10 enrollar el compuesto de gel reforzado con fibra en una pluralidad de capas, y
- secar el compuesto de gel enrollado.

2. Una lámina continua de material de aerogel de sílice, obtenible por introducir un material fibroso de guata o esterilla en un elemento móvil para combinarlo con un sol catalizado antes de la gelificación;
- 15 dispensar el sol catalizado que comprende un precursor de sílice prepolimerizado sobre el elemento móvil como una lámina continua;
- permitir que se produzca gelificación en el sol catalizado en el elemento móvil para formar un compuesto de gel reforzado con fibra;
- enrollar el compuesto de gel reforzado con fibra en una pluralidad de capas, y
- secar el compuesto de gel enrollado en un producto de aerogel.

- 20 3. La hoja continua de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que la etapa de secar el compuesto de gel enrollado se realiza usando un fluido supercrítico.

4. La hoja continua de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el compuesto de gel enrollado comprende una capa separadora entre cualesquiera dos capas determinadas de la lámina continua, en la que la capa separadora es permeable o impermeable.

- 25 5. La hoja continua de la reivindicación 4, en la que la capa separadora permeable es efectiva para proporcionar patrones de flujo radial en conexión con el procedimiento de secado.

6. La hoja continua de la reivindicación 4, en la que la capa separadora impermeable es efectiva para proporcionar patrones de flujo axial en conexión con el procedimiento de secado.

- 30 7. La hoja continua de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que la gelificación es inducida mediante el uso de una fuente de radiación electromagnética, acústica o de partículas.

8. La hoja continua de la reivindicación 7, en la que la fuente de radiación se selecciona del grupo que consiste en calor, energía ultrasónica, luz ultravioleta, radiación gamma y radiación de haz de electrones.

9. Un procedimiento de preparación de una lámina continua de material de gel de sílice, que comprende las etapas de:
- 35 introducir un material fibroso de guata o esterilla en un elemento móvil para combinarlo con un sol catalizado antes de la gelificación;
- dispensar el sol catalizado que comprende un precursor de sílice prepolimerizado sobre el elemento móvil como una lámina continua;
- 40 permitir que se produzca gelificación en el sol catalizado en el elemento móvil para formar un compuesto de gel reforzado con fibra;
- enrollar el compuesto de gel reforzado con fibra en una pluralidad de capas, y
- secar el compuesto de gel enrollado.

10. Un procedimiento de preparación de una lámina continua de material de aerogel de sílice, que comprende las etapas de:
- 45 introducir un material fibroso de guata o esterilla en un elemento móvil para combinarlo con un sol catalizado antes de la gelificación;
- dispensar el sol catalizado que comprende un precursor de sílice prepolimerizado sobre el elemento móvil como una lámina continua;
- 50 permitir que se produzca gelificación en el sol catalizado en el elemento móvil para formar un compuesto de gel reforzado con fibra;
- enrollar el compuesto de gel reforzado con fibra en una pluralidad de capas, y
- secar el compuesto de gel enrollado en un producto de aerogel.

11. El procedimiento de la reivindicación 9 o la reivindicación 10, en el que la etapa de secar el compuesto de gel enrollado se realiza usando un fluido supercrítico.

12. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, que comprende además la etapa de proporcionar una capa separadora entre cualesquiera dos capas determinadas de la lámina continua, en el que la capa separadora es permeable o impermeable.
- 5 13. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que la capa separadora permeable es efectiva para proporcionar patrones de flujo radial en conexión con el procedimiento de secado.
14. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que la capa separadora impermeable es efectiva para proporcionar patrones de flujo axial en conexión con el procedimiento de secado.
15. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 14, en el que la gelificación es inducida mediante el uso de una fuente de radiación electromagnética, acústica o de partículas.
- 10 16. El procedimiento de la reivindicación 15, en el que la fuente de radiación se selecciona del grupo que consiste en calor, energía ultrasónica, luz ultravioleta, radiación gamma y radiación de haz de electrones.

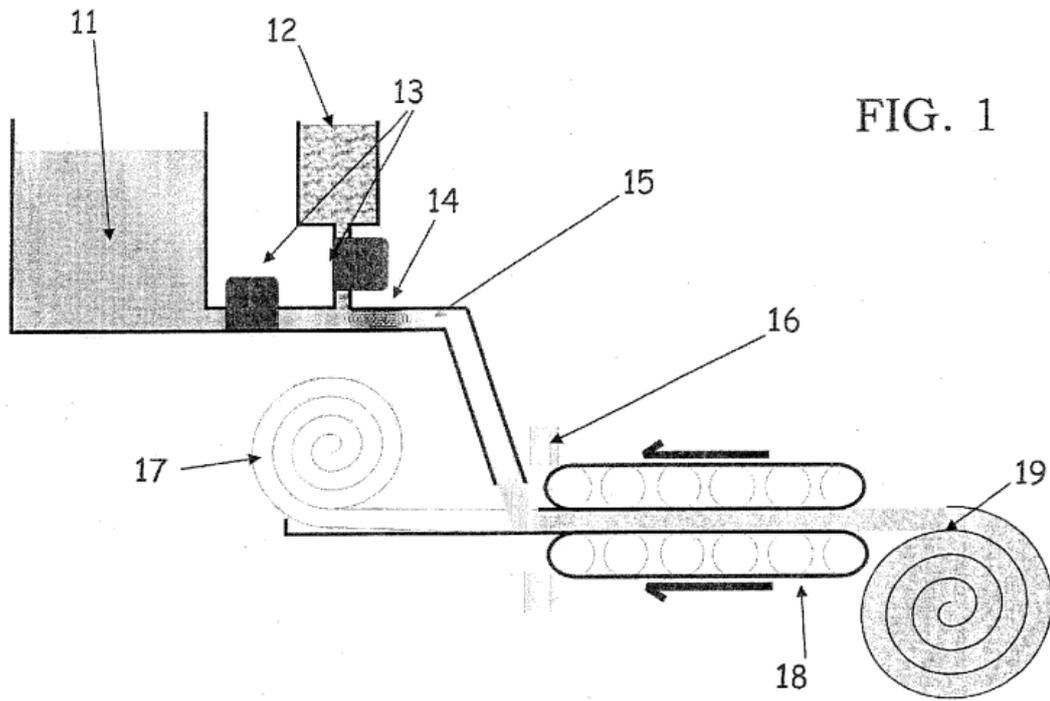


FIG. 1

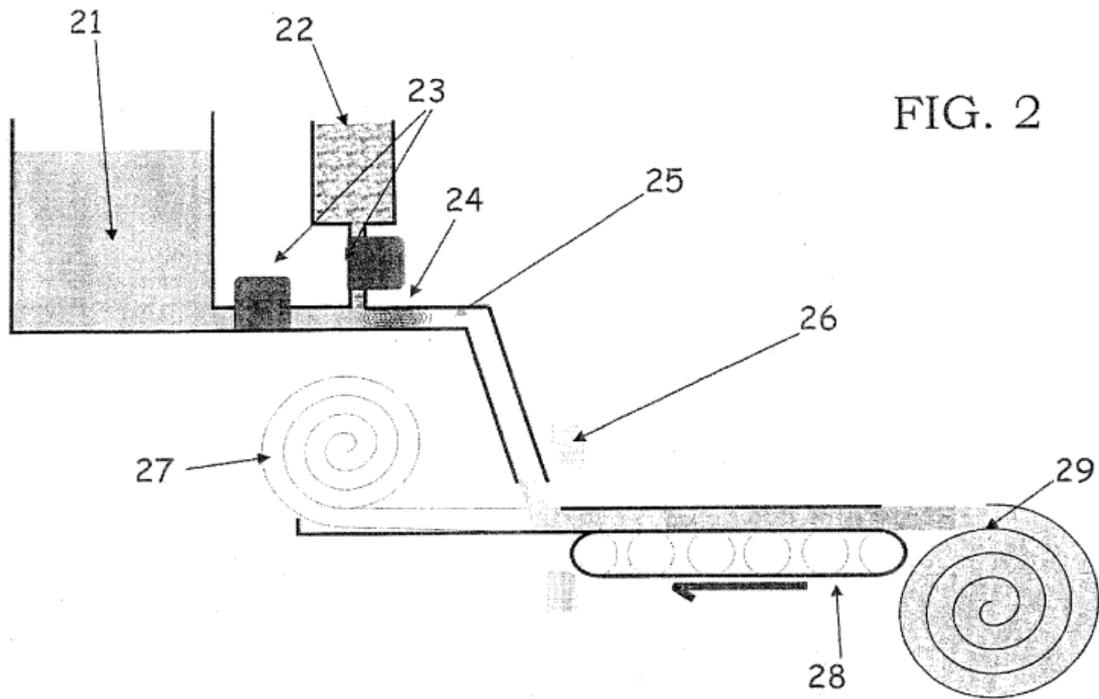
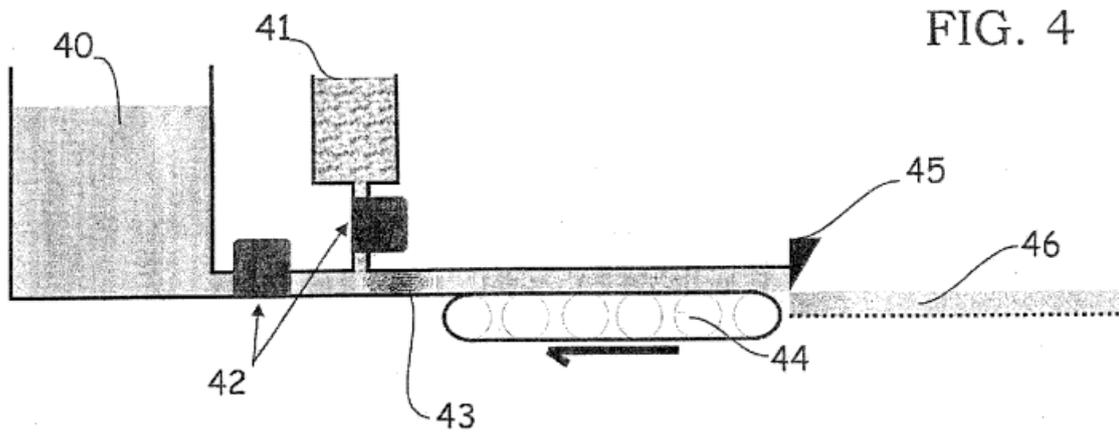
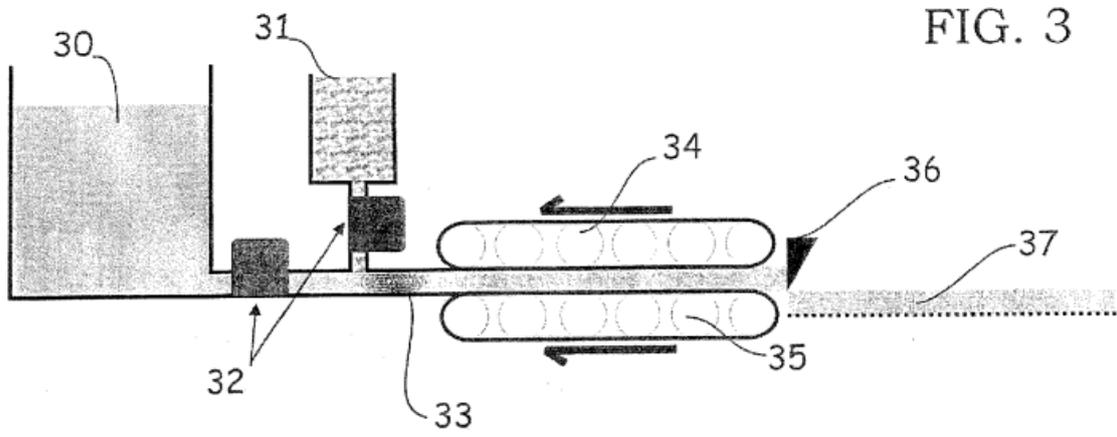


FIG. 2



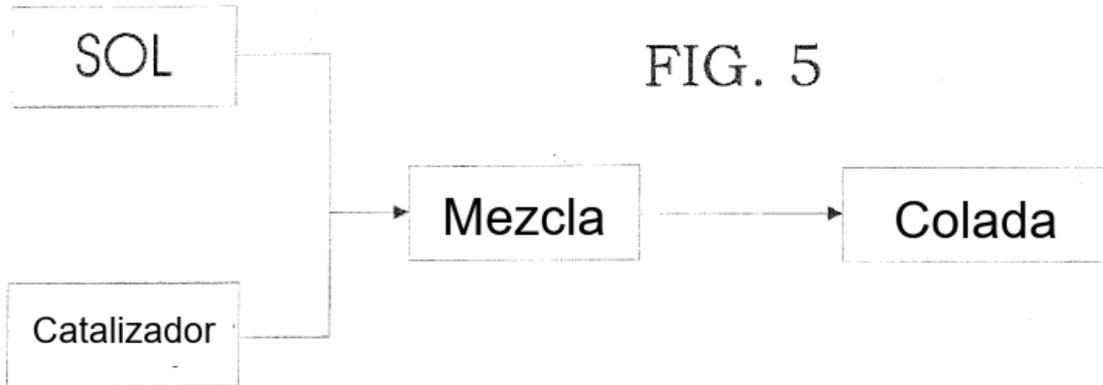
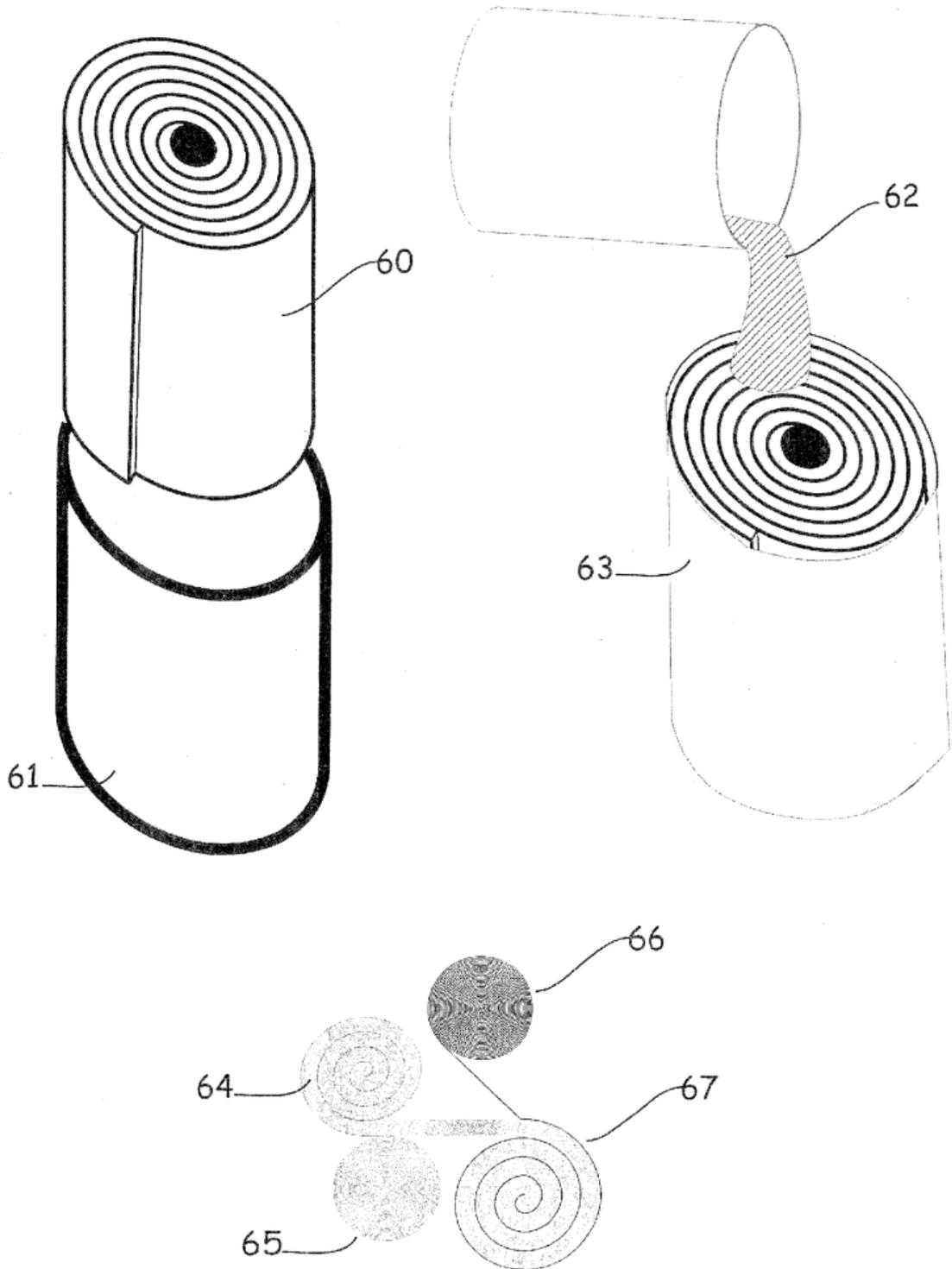


FIG. 6



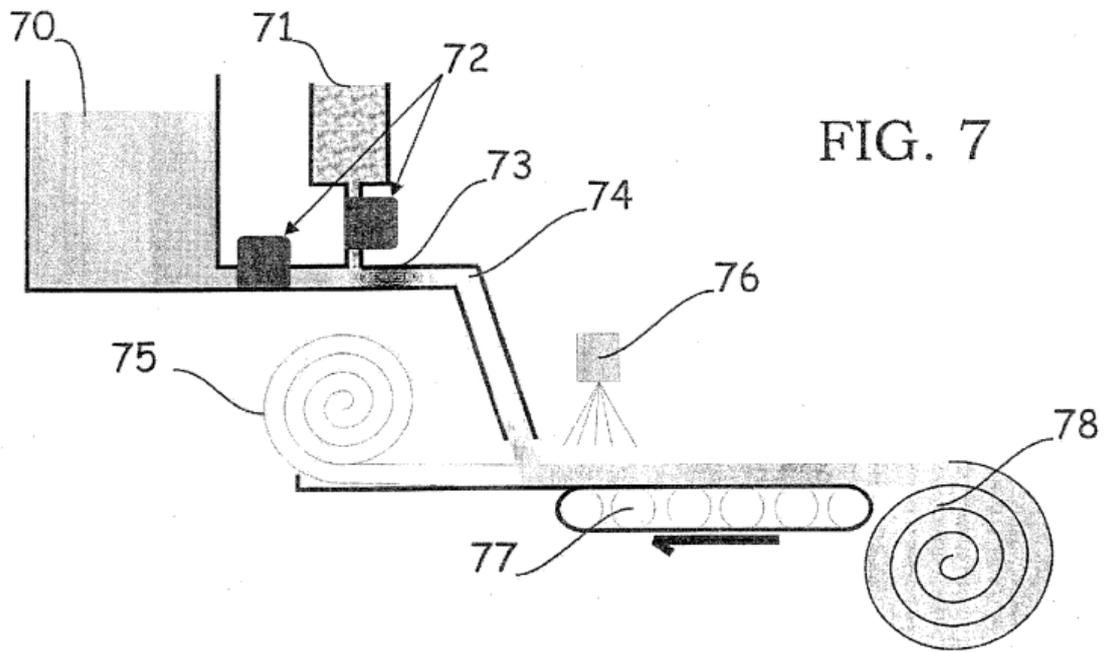


FIG. 7

