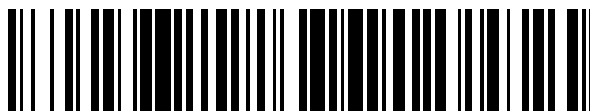


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 776 901**

51 Int. Cl.:

C04B 30/00 (2006.01)

C04B 18/02 (2006.01)

C04B 20/10 (2006.01)

C04B 111/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.07.2017 PCT/EP2017/067660**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.02.2018 WO18019599**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.07.2017 E 17737829 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.02.2020 EP 3490954**

54 Título: **Procedimiento para la producción de un material termoaislante que contiene ácido silícico hidrófobo**

30 Prioridad:

29.07.2016 EP 16181905

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.08.2020

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**SCHULTZ, THORSTEN;
GEISLER, MATTHIAS;
OLEK, MACIEJ;
TSCHERNJAEW, JURI;
ASBAHR, HARK-OLUF y
GÄRTNER, GABRIELE**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 776 901 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

Procedimiento para la producción de un material termoaislante que contiene ácido silícico hidrófobo

5 La invención se refiere a un procedimiento para la producción de un material termoaislante, hidrófobo.

En el documento WO2006/097668 se da a conocer un granulado termoaislante, que se obtiene mediante el mezclado de un ácido silícico hidrófobo y de un opacificante, posterior compresión y granulación.

10 En el documento WO2013/013714 se da a conocer un procedimiento para la producción de un cuerpo moldeado termoaislante, hidrófobo, en el que en una cámara, que contiene un cuerpo moldeado termoaislante, que presenta ácido silícico hidrófilo, microporoso, se introducen organosilanos en forma de vapor, hasta que la diferencia de presión asciende a $\Delta p \geq 20$ mbar. El procedimiento puede ejecutarse de tal manera que la presión en la cámara antes de la introducción del organosilano es o bien menor o bien mayor que la presión atmosférica.

15 En el documento EP-A-1988228 se da a conocer un procedimiento para la producción de placas termoaislantes, hidrófobas, en el que se añaden organosilanos en forma líquida durante la operación de mezclado de una mezcla termoaislante, hidrófila, que comprende ácido silícico pirógeno y opacificante y a continuación se comprimen. A este respecto, la reacción de los organosilanos con el ácido silícico debe tener lugar durante la operación de prensado o directamente después. Se ha mostrado que en función del organosilano utilizado y de la temperatura que prevalece apenas pueden obtenerse placas termoaislantes, hidrofobizadas de manera continua. Los puntos de ebullición de los organosilanos que pueden utilizarse se encuentran entre 40 y 130°C.

20 En el documento WO2011/069923 se da a conocer un procedimiento para la producción de placas termoaislantes, hidrófobas, en el que a diferencia del documento EP-A-1988228 se utilizan organosilanos líquidos con un punto de ebullición de más de 130°C. En este procedimiento resulta desventajosa la difícil eliminación de organosilanos que no han reaccionado.

25 En el documento WO2016/020215 se da a conocer un procedimiento para la producción de un cuerpo moldeado termoaislante, hidrófobo, en el que se pone en contacto un cuerpo moldeado termoaislante que contiene ácido silícico altamente disperso, hidrófilo, con un agente de hidrofobización en forma de vapor formándose un cuerpo moldeado recubierto con agente de hidrofobización, a continuación se comprime y durante la compresión y/o a continuación de la compresión se hace reaccionar con el agente de hidrofobización formándose el cuerpo moldeado termoaislante, hidrófobo. Para ello es necesario que el cuerpo moldeado termoaislante, hidrófilo al ponerlo en contacto con el agente de hidrofobización presente una densidad, que ascienda al menos al 50% de la densidad del cuerpo moldeado termoaislante, hidrófobo, tras la compresión y tras la reacción con el agente de hidrofobización. La densidad del cuerpo moldeado termoaislante, hidrófobo, asciende a 100 - 250 kg/m³.

30 El documento DE 10 2010 029513 A1 describe un procedimiento para la producción de una mezcla de polvo termoaislante, que puede comprimirse para dar un cuerpo sólido, mediante el mezclado intenso de un ácido silícico pirógeno hidrófilo, de un ácido silícico pirógeno hidrófobo, de un aerogel, fibra de celulosa y polvo de grafito. A este respecto, el ácido silícico pirógeno hidrófobo está recubierto previamente con un polidimetilsiloxano (PDMS, punto de ebullición > 200°C), antes de que se mezcle este con otros componentes de la mezcla. No se añade a la mezcla ningún silano o polisiloxano capaz de reaccionar.

35 En los procedimientos según el estado de la técnica se utilizan organosilanos o bien líquidos o bien en forma de vapor. En el suministro en forma de vapor del organosilano resultan desventajosos las operaciones que requieren mucho tiempo y costosas, tal como el cambio de presión y de temperatura cíclico u operaciones de lavado. Además se necesitan aparatos caros, tales como reactores de vacío o de presión, bombas de vacío, compresores y evaporadores.

40 En el caso del suministro del organosilano a través de la fase líquida debe considerarse desventajoso el aseguramiento de una hidrofobización homogénea. Igualmente, una formación de gas no homogénea puede conducir a formaciones de grietas/burbujas locales en el cuerpo moldeado y así perjudicar su estabilidad.

45 Por tanto, el objetivo de la presente invención era proporcionar un procedimiento mejorado con respecto al estado de la técnica para la producción de materiales termoaislante, hidrófobos.

50 El objeto de la invención es un procedimiento para la producción de una mezcla termoaislante, que contiene ácido silícico hidrófobo, al

a) recubrir un material de soporte en forma de polvo seleccionado del grupo compuesto por ácidos silícicos de precipitación, aerogeles de SiO₂, perlitas y mezclas de los mismos con un compuesto que contiene silicio, líquido,

presentando el compuesto que contiene silicio, líquido, al menos un grupo alquilo y un punto de ebullición de menos de 200°C, y

- b) mezclar el material de soporte en forma de polvo, recubierto así con el compuesto que contiene silicio, líquido, con una composición que comprende un ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, y tratar térmicamente la mezcla a más de 40°C
- c) eliminar a continuación el compuesto que contiene silicio que dado el caso no ha reaccionado de la mezcla tratada térmicamente y obtenerse así la mezcla termoaislante, que contiene ácido silícico hidrófobo.

A este respecto, el recubrimiento puede variarse en límites amplios y solo está limitado por el recubrimiento máximo posible del material de soporte en forma de polvo. El recubrimiento máximo está definido de tal manera que el material de soporte recubierto sea un polvo que todavía puede fluir. Habitualmente se selecciona una carga alta, por ejemplo, el 50% o más de la carga máxima para garantizar que la carga esté distribuida de la manera más homogénea posible por todas las partículas del material de soporte. En una forma de realización preferida, la proporción de compuesto que contiene silicio, líquida, es de 10-300 g por 100 g de material de soporte en forma de polvo. Se prefiere especialmente un intervalo de 50 - 200 g por 100 g de material de soporte en forma de polvo.

La relación de ácido silícico pirógeno con respecto a material de soporte recubierto en primer lugar ni siquiera está limitada. Debido a las peores propiedades de aislamiento térmico de los materiales de soporte ácido silícico de precipitación y perlita se procurará mantener su proporción lo más reducida posible. El material de soporte en forma de polvo aerogel de SiO₂ presenta propiedades de aislamiento térmico muy buenas, en este caso se intentará desde puntos de vista económicos mantener la proporción reducida. Se prefiere la proporción del material de soporte en forma de polvo recubierto con el compuesto que contiene silicio, líquido, de 1 - 50 g por 100 g de ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo. Se prefiere especialmente un intervalo de desde 3 hasta 15 g de material de soporte en forma de polvo, recubierto, por 100 g de ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo.

Por regla general, la cantidad de compuesto que contiene silicio, líquido, se selecciona de tal manera que el ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, y, en el caso de que se parta de un material de soporte en forma de polvo, hidrófilo, también el material de soporte se hidrofobice completamente.

En una forma de realización especial se parte de un aumento de masa de desde el 1 hasta el 10% en peso, que es necesario para una hidrofobización completa del ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, y dado el caso del material de soporte en forma de polvo, hidrófilo. Para ello se seleccionan 1-20 g de compuesto que contiene silicio, líquido/100 g (de ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo + material de soporte hidrófilo, en forma de polvo).

El recubrimiento del material de soporte con el compuesto que contiene silicio, líquido, se realizará preferiblemente a una temperatura lo más baja posible, que se encuentra por debajo del punto de ebullición del compuesto que contiene silicio líquido. Además se seleccionará la temperatura durante el recubrimiento de manera que no tenga lugar ninguna reacción destacable del compuesto que contiene silicio, líquido, con el material de soporte en forma de polvo. Un intervalo de temperatura adecuado, que cumple ambos criterios, es 0-40°C.

El material de soporte recubierto con el compuesto que contiene silicio, líquido, se mezcla a continuación con el ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, utilizándose métodos de mezclado cuidadosos, habituales, por ejemplo, por medio de una mezcladora de reja de arado. A continuación se trata térmicamente la mezcla a más de 40°C, preferiblemente 60-200°C, de manera especialmente preferible 80 - 150°C. Durante el tratamiento térmico tiene lugar una hidrofobización del ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, y, en el caso de partir de un material de soporte en forma de polvo, hidrófilo, también del material de soporte. A este respecto se parte de que el compuesto que contiene silicio, líquido, del material de soporte recubierto se evapora sucesivamente, el vapor se extiende y provocado por la mezcla homogénea en la medida de lo posible cerca del sitio de reacción reacciona con grupos silanol del ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo. Esta reacción tiene lugar normalmente a presión normal. Los productos de reacción formados, por ejemplo, NH₃ o HCl, abandonan la mezcla debido a su presión de vapor y el gradiente de concentración. El compuesto que contiene silicio en exceso puede expulsarse completamente. Para ello puede ser suficiente un almacenamiento suficiente largo, también a temperatura ambiente.

La capacidad de absorción de ácido silícico se determina frente a DOA, adipato de di-(2-etilhexilo), según la norma ISO19246: 2016 (en), (<https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:19246:ed-1:v1:en>).

En la presente invención puede utilizarse preferiblemente un material de soporte en forma de polvo, que un cociente de absorción de DOA/densidad batida de 0,005 - 0,1 l/g, indicándose la absorción de DOA en g por 100 g de material de soporte y la densidad batida en g/l. Se prefiere especialmente un intervalo de 0,01 - 0,05 l/g.

El ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, presenta preferiblemente un cociente de absorción de DOA/densidad batida de 0,02 - 0,1 l/g, de manera especialmente preferible 2,5 - 10.

Los mejores resultados se obtienen cuando el cociente de absorción de DOA/densidad batida del ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, es mayor que el cociente correspondiente del material de soporte en forma de polvo.

5 Materiales de soporte

Los aerogeles de SiO₂ se producen mediante el secado de un gel. Dentro del término aerogel se pretende que se encuentren también los xerogeles. A este respecto, un gel secado se denomina aerogel, cuando el líquido del gel se elimina a temperaturas por encima de la temperatura crítica y partiendo de presiones por encima de la presión crítica. Por el contrario, si el líquido del gel se elimina por debajo de la temperatura crítica, entonces el gel generado se denomina con frecuencia también xerogel. Los aerogeles pueden encontrarse tanto en forma hidrófila como hidrófoba. Presentan propiedades de aislamiento térmico muy buenas y propiedades buenas como soportes para los compuestos que contienen silicio, líquidos utilizados en el procedimiento según la invención. Ejemplos de aerogeles de SiO₂ se encuentran en el documento DE-A-19506141 o EP-A-810822.

Los ácidos silícicos de precipitación se obtienen mediante la reacción de un vidrio soluble alcalino con ácido sulfúrico. El precipitado se filtra, se lava y se seca. La superficie BET del ácido silícico precipitado utilizado preferiblemente en el procedimiento según la invención asciende a 150- 750 m²/g. Los ácidos silícicos de precipitación presentan una buena acción de soporte con respecto al volumen. Ácidos silícicos de precipitación adecuados se dan a conocer en los documentos EP-A-647591, EP-A-798348, EP-A-937755, WO2004/014795, WO2004/065299 y WO2010/012638. Ácidos silícicos de precipitación adecuados pueden obtenerse, por ejemplo, con la marca SIPERNAT® de Evonik Industries.

Además de ácidos silícicos de precipitación y aerogeles de SiO₂ también pueden utilizarse polvos de perlita expandidos. Debido a las propiedades de aislamiento térmico en comparación algo peores, se tiene en cuenta la utilización de polvos de perlita expandidos principalmente en mezclas con ácidos silícicos de precipitación y/o aerogeles de SiO₂.

Una forma de realización preferida de la invención prevé además que el material de soporte en forma de polvo presente una absorción de DOA de 200 - 300 g/100 g. Además se prefiere que la densidad batida del material de soporte ascienda a 90 - 300 g/l.

Ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo

Los ácidos silícicos pirógenos se producen por medio de hidrólisis con llama u oxidación con llama. A este respecto se oxidan sustancias de partida hidrolizables u oxidables por regla general en una llama de hidrógeno-oxígeno, o se hidroliza. Como sustancias de partida para procedimientos pirógenos pueden utilizarse sustancias orgánicas e inorgánicas. Es especialmente adecuado el tetracloruro de silicio. El ácido silícico hidrófilo así obtenido es amorfo. Los ácidos silícicos pirógenos se encuentran por regla general en forma agregada. Por "agregada" debe entenderse que las denominadas partículas primarias, que se generan en primer lugar durante la génesis, se unen en el transcurso de reacción adicional de manera firme entre sí formando una red tridimensional. Las partículas primarias están en la medida de lo posible libres de poros y presentan en su superficie grupos hidroxilo libres. La superficie BET del ácido silícico pirógeno utilizado preferiblemente en el procedimiento según la invención asciende a 150 - 500 m²/g. Según la norma DIN 53206, los agregados presentan por regla general diámetros de desde 100 hasta 1000 nm.

Ácidos silícicos, pirógenos, hidrófilos adecuados pueden obtenerse, por ejemplo, con la marca AEROSIL® de Evonik Industries.

Una forma de realización preferida de la invención prevé que el ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, presente una absorción de DOA de 200 - 300 g/100 g y una densidad batida de 30-70 g/l.

En el caso del compuesto que contiene silicio utilizado en el procedimiento según la invención se trata de un compuesto líquido con al menos un grupo alquilo y un punto de ebullición de menos de 200°C. Se selecciona preferiblemente del grupo compuesto por CH₃-Si-Cl₃, (CH₃)₂-Si-Cl₂, (CH₃)₃-Si-Cl, C₂H₅-Si-Cl₃, (C₂H₅)₂-Si-Cl₂, (C₂H₅)₃-Si-Cl, C₃H₇-Si-Cl₃, CH₃-Si-(OCH₃)₃, (CH₃)₂-Si-(OCH₃)₂, (CH₃)₃-Si-OCH₃, C₂H₅-Si-(OCH₃)₃, (C₂H₅)₂-Si-(OCH₃)₂, (C₂H₅)₃-Si-OCH₃, C₈H₁₅-Si-(OC₂H₅)₃, C₈H₁₅-Si-(OCH₃)₃, (H₃C)₃-Si-NH-Si(CH₃)₃ y mezclas de los mismos. Se prefiere especialmente (H₃C)₃-Si-NH-Si(CH₃)₃.

La composición que comprende ácido silícico pirógeno, hidrófilo, puede contener además al menos un opacificante IR y dado el caso fibras orgánicas o inorgánicas. La proporción de ácido silícico pirógeno, hidrófilo, asciende preferiblemente al 60 - 90% en peso y de opacificante IR al 10-30% en peso, en cada caso con respecto a la composición. Preferiblemente, en el caso del opacificante IR se trata de óxidos de titanio, óxidos de circonio, ilmenitas, titanatos de hierro, óxidos de hierro, silicatos de circonio, carburos de silicio, óxidos de manganeso, grafitos y/o negros de carbón. El tamaño de partícula de los opacificantes se encuentra por regla general entre 0,1 y 25 µm.

Un perfeccionamiento del procedimiento según la invención prevé que antes del tratamiento térmico tenga lugar una compactación de la mezcla.

5 A este respecto, el periodo de tiempo entre la compactación y el tratamiento térmico debería estar dimensionado lo más corto posible para minimizar una evaporación del compuesto que contiene silicio. Preferiblemente, este periodo de tiempo debería ascender a no más de 3 horas, de manera especialmente preferible no más de 1 hora y de manera muy especialmente preferible a 1 - 30 minutos.

10 A este respecto, la temperatura entre la compactación y el tratamiento térmico debería ser lo más baja posible para minimizar una evaporación del compuesto que contiene silicio. Preferiblemente esta debería ascender a 0-40°C.

Así, la mezcla puede compactarse para dar un granulado. La densidad batida del granulado asciende preferiblemente a 100 - 400 g/l. La compactación puede tener lugar, por ejemplo, por medio de un compactador de rodillos de vacío.

15 Igualmente, la mezcla puede comprimirse antes del tratamiento térmico para dar una placa, cuya densidad se encuentra preferiblemente en el intervalo de densidad de 140-200 kg/m³.

20 Ejemplos

Ejemplo 1: A 60 g de SIPERNAT® 50 S se le dosifican lentamente a lo largo de un periodo de tiempo de 45 minutos con agitación 108 g de HMDS (hexametildisilazano). Se genera un polvo espolvoreable. A una temperatura de 20°C se añaden 9,5 g de este polvo a 50 g de una mezcla compuesta por el 80% en peso de AEROSIL® 300 y el 20% en peso de SiC (SILCAR G14 de la empresa ESK-SiC) y se mezcla 5 minutos a un número de revoluciones reducido. La densidad batida asciende aproximadamente a 60 g/l. La mezcla así obtenida se introduce en un horno precalentado a 150°C con cobertura de nitrógeno y succión de gas y se mantiene a esta temperatura 2 horas. Después se apaga el horno y se deja enfriar 12 horas.

30 **Ejemplo 2:** A 60 g de SIPERNAT® 50 S se le dosifican lentamente a lo largo de un periodo de tiempo de 45 minutos con agitación 108 g de HMDS. Se genera un polvo espolvoreable. A una temperatura de 20°C se añaden 9,5 g de este polvo a 50 g de una mezcla compuesta por el 80% en peso de AEROSIL® 300 y el 20% en peso de SiC (SILCAR G14 de la empresa ESK-SiC) y se mezcla 5 minutos por medio de una mezcladora de reja de arado. La densidad batida asciende aproximadamente a 60 g/l. Esta mezcla se compacta por medio de un rodillo compactador de vacío, Vacupress, hasta una densidad batida de 250 g/l. La mezcla así obtenida se introduce en el plazo de un periodo de tiempo de tres horas desde su producción en un horno precalentado a 150°C con cobertura de nitrógeno y succión de gas y se mantiene a esta temperatura 2 horas. Después se apaga el horno y se deja enfriar 12 horas.

40 **Ejemplo 3:** A 60 g de SIPERNAT® 50 S se le dosifican lentamente a lo largo de un periodo de tiempo de 45 minutos con agitación 108 g de HMDS. Se genera un polvo espolvoreable. A una temperatura de 20°C se añaden 9,5 g de este polvo a 50 g de una mezcla compuesta por el 80% en peso de AEROSIL® 300 y el 20% en peso de SiC (SILCAR G14 de la empresa ESK-SiC) y se mezcla 5 minutos por medio de una mezcladora de reja de arado. La densidad batida asciende aproximadamente a 60 g/l. La mezcla así obtenida se comprime por medio de una prensa ventilada para dar una placa. A este respecto se compacta la mezcla en el plazo de un minuto con al menos un factor de 2. Después se elimina la tensión de la placa.

La placa así obtenida se introduce en el plazo de un periodo de tiempo de tres horas desde su producción en un horno precalentado a 150°C con cobertura de nitrógeno y succión de gas y se mantiene a esta temperatura 2 horas. Después se apaga el horno y se deja enfriar 12 horas.

50 La densidad de la placa resultante asciende a 160 g/l.

Tabla: Sustancia utilizadas – valores fisicoquímicos

SIPERNAT® 50 S	
superficie BET	500 m ² /g
absorción de DOA	258 g/100 g
densidad batida	105 g/l
absorción de DOA/densidad batida	0,025 l/g
AEROSIL® 300	
superficie BET	300 m ² /g
absorción de DOA	235 g/100 g

densidad batida	50 g/l
absorción de DOA/densidad batida	0,047 l/g
Valores calculados	
g de HMDS/100 g de SIPERNAT® 50 S	180
g (de SIPERNAT® 50 S + HMDS)/100 g de AEROSIL® 300	23,8
g de HMDS/100 g (de SIPERNAT® 50 S + AEROSIL® 300)	14

El AEROSIL® 300 como ácido silícico pirógeno y el SIPERNAT® 50 S utilizado como material de soporte muestran una absorción de DOA comparable. La densidad batida mayor con un factor de 2 del material de soporte en comparación con AEROSIL® 300 conduce a que la proporción en volumen del material de soporte en un cuerpo termoaislante o granulado termoaislante sea menor con un factor de 2 en comparación con un cuerpo termoaislante o granulado termoaislante, en los que el ácido silícico pirógeno funciona como material de soporte. Esto resulta ventajoso con respecto a la conductividad térmica total, dado que el material de soporte por naturaleza aísla peor que el ácido silícico pirógeno. Si se utilizara el ácido silícico pirógeno como único material de soporte, se perdería su estructura de poros ventajosa debido a las fuerzas capilares, y por consiguiente el aislamiento térmico mejor de partida empeoraría igualmente.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la producción de una mezcla termoaislante, que contiene ácido silícico hidrófobo, caracterizado porque

a) se recubre un material de soporte hidrófilo en forma de polvo seleccionado del grupo compuesto por ácidos silícicos de precipitación, aerogeles de SiO₂, perlitas y mezclas de los mismos con un compuesto que contiene silicio, líquido, presentando el compuesto que contiene silicio, líquido, al menos un grupo alquilo y un punto de ebullición de menos de 200°C, y

b) el material de soporte en forma de polvo, recubierto así con el compuesto que contiene silicio, líquido, se mezcla con una composición que comprende un ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, y la mezcla se trata térmicamente a más de 40°C y

c) a continuación se elimina el compuesto que contiene silicio que dado el caso no ha reaccionado de la mezcla tratada térmicamente y se obtiene así la mezcla termoaislante, que contiene ácido silícico hidrófobo.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la proporción del compuesto que contiene silicio, líquido, es de 10 - 300 g por 100 g de material de soporte en forma de polvo.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque la proporción del material de soporte en forma de polvo recubierto con el compuesto que contiene silicio, líquido, es de 1 - 50 g por 100 g de ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la proporción de compuesto que contiene silicio, líquido, es de 1 - 20 g por 100 g (de ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo + material de soporte hidrófilo, en forma de polvo).

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la temperatura durante el recubrimiento es de 0-40°C.

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el material de soporte en forma de polvo presenta un cociente de absorción de DOA/densidad batida de 0,005 - 0,1 l/g, indicándose la absorción de DOA en g por 100 g de material de soporte y la densidad batida en g/l.

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el material de soporte en forma de polvo presenta una absorción de DOA de 200 - 300 g/100 g.

8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el material de soporte en forma de polvo presenta una densidad batida de 90 - 300 g/l.

9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, presenta un cociente de absorción de DOA/densidad batida de 0,02 - 0,1 l/g, indicándose la absorción de DOA en g por 100 g de ácido silícico y la densidad batida en g/l.

10.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el cociente de absorción de DOA/densidad batida del ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, es mayor que el del material de soporte en forma de polvo.

11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el material de soporte en forma de polvo está hidrofobizado.

12.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el ácido silícico pirógeno, hidrófilo, en forma de polvo, presenta una absorción de DOA de 200 - 300 g/100 g y una densidad batida de 30-70 g/l.

13.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque el compuesto que contiene silicio, líquido, se selecciona del grupo compuesto por CH₃-Si-Cl₃, (CH₃)₂-Si-Cl₂, (CH₃)₃-Si-Cl, C₂H₅-Si-Cl₃, (C₂H₅)₂-Si-Cl₂, (C₂H₅)₃-Si-Cl, C₃H₈-Si-Cl₃, CH₃-Si-(OCH₃)₃, (CH₃)₂-Si-(OCH₃)₂, (CH₃)₃-Si-OCH₃, C₂H₅-Si-(OCH₃)₃, (C₂H₅)₂-Si-(OCH₃)₂, (C₂H₅)₃-Si-OCH₃, C₈H₁₅-Si-(OC₂H₅)₃, C₈H₁₅-Si-(OCH₃)₃, (H₃C)₃-Si-NH-Si(CH₃)₃ y mezclas de los mismos.

14.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque la composición que comprende el ácido silícico pirógeno, hidrófilo, contiene un opacificante IR y/o fibras inorgánicas.

15.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque la proporción del ácido silícico asciende al 60 - 90% en peso y del opacificante IR al 10-30% en peso, con respecto a la composición.

- 16.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque antes del tratamiento térmico tiene lugar una compactación de la mezcla.
- 5 17.- Procedimiento según la reivindicación 16, caracterizado porque el periodo de tiempo entre la compactación y el tratamiento térmico asciende a no más de 3 horas.
- 18.- Procedimiento según las reivindicaciones 16 o 17, caracterizado porque la temperatura entre la compactación y el tratamiento térmico asciende a 0-40°C.
- 10 19.- Procedimiento según las reivindicaciones 16 a 18, caracterizado porque se compacta la mezcla para dar un granulado.
- 20.- Procedimiento según las reivindicaciones 16 a 18, caracterizado porque se compacta la mezcla para dar una placa.