



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2015/08/28
 (87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2016/03/03
 (85) Entrée phase nationale/National Entry: 2017/02/27
 (86) N° demande PCT/PCT Application No.: EP 2015/069762
 (87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2016/030513
 (30) Priorité/Priority: 2014/08/28 (FR1458092)

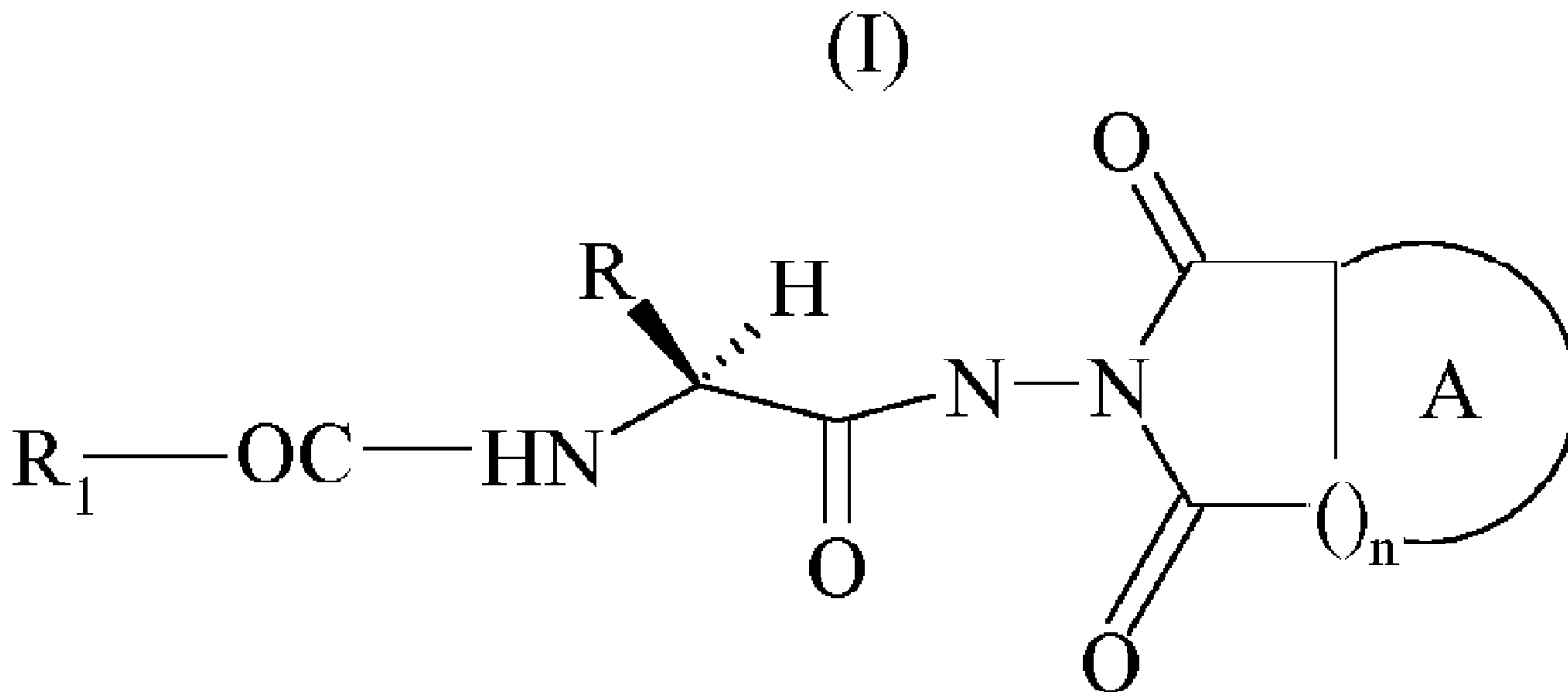
(51) Cl.Int./Int.Cl. *B27K 3/34* (2006.01),
D06M 13/342 (2006.01), *D06M 13/35* (2006.01),
D06M 13/422 (2006.01), *E04B 1/76* (2006.01)

(71) Demandeurs/Applicants:
 UNIVERSITE DE LORRAINE, FR;
 CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE
 SCIENTIFIQUE, FR

(72) Inventeurs/Inventors:
 JAMART, BRIGITTE, FR;
 DEGIOVANNI, ALAIN, FR;
 SON, SEBASTIEN, FR;
 JANNOT, YVES, FR;
 PICKAERT, GUILLAUME, FR

(74) Agent: NA

(54) Titre : MATERIAU ISOLANT THERMIQUE A BASE D'AEROGEL
 (54) Title: HEAT INSULATION MATERIAL BASED ON AEROGEL



(57) **Abrégé/Abstract:**

L'invention concerne un matériau isolant thermique obtenu par séchage d'une matrice fibreuse imprégnée par une solution de pseudopeptides de formule (I), dans laquelle : - R représente une chaîne latérale d'un acide aminé naturel ou synthétique, - R₁ représente soit un groupe (C₁-C₈)alkyle droit ou ramifié, soit un groupe (C₁-C₈)alcoxy droit ou ramifié, soit un groupe aryle, soit un groupe aryle(C₁-C₄)alkyle, soit un groupe aryloxy, soit un hétérocycle saturé ou insaturé, n = 1 ou 2 et - A représente un groupe aromatique ou hétéroaromatique à un ou plusieurs cycles.

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international(43) Date de la publication internationale
3 mars 2016 (03.03.2016)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2016/030513 A1(51) Classification internationale des brevets :
B27K 3/34 (2006.01) D06M 13/422 (2006.01)
D06M 13/342 (2006.01) E04B 1/76 (2006.01)
D06M 13/35 (2006.01)(74) Mandataire : PONTET ALLANO & ASSOCIES; Parc
Les Algorithmes, Bâtiment Platon, CS 70003 Saint-Aubin,
F-91192 Gif Sur Yvette cedex (FR).(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2015/069762(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR,
KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG,
MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,
PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,
SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN,
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.(22) Date de dépôt international :
28 août 2015 (28.08.2015)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

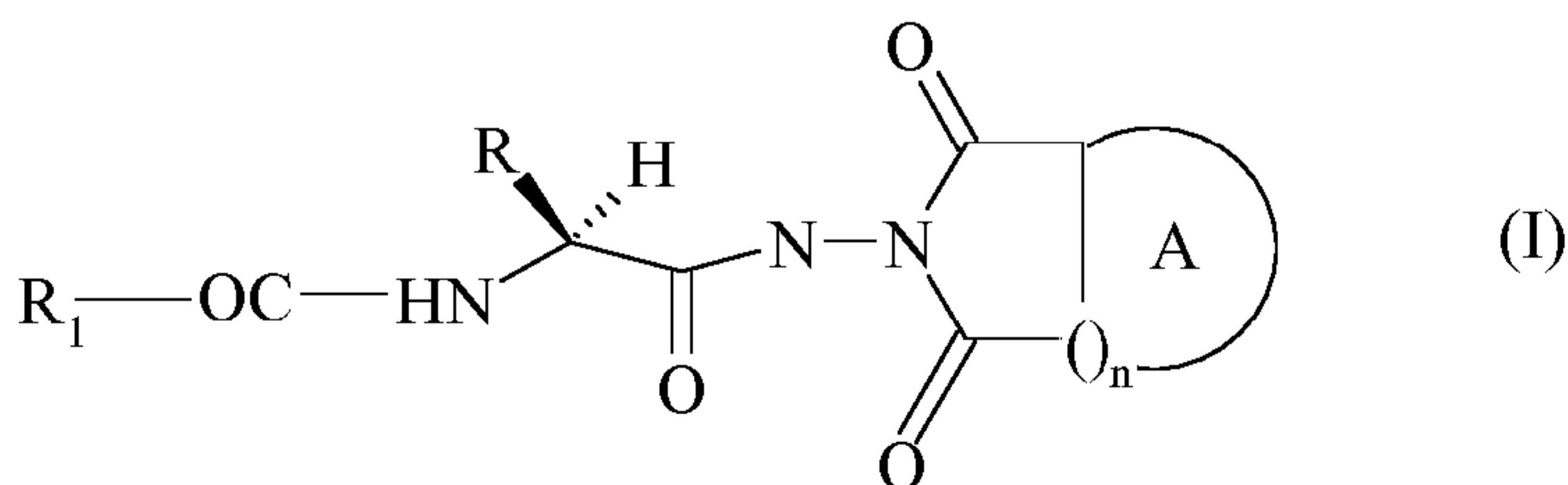
(30) Données relatives à la priorité :
1458092 28 août 2014 (28.08.2014) FR(71) Déposants : UNIVERSITE DE LORRAINE [FR/FR]; 34
Cours Léopold, CS 25233, F-54052 Nancy Cedex (FR).
CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE [FR/FR]; 3 rue Michel-Ange, F-75016 Paris
(FR).(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ,
TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,
TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU,
LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).(72) Inventeurs : JAMART, Brigitte; 9, rue de Malines, F-
54500 Vandoeuvre (FR). DEGIOVANNI, Alain; 121 rue
L. Bourcier, F-54000 Nancy (FR). SON, Sébastien; 6, rue
Pierre de Blarru, F-54000 Nancy (FR). JANNOT, Yves;
34 Grande Rue, F-55190 Troussay (FR). PICKAERT,
Guillaume; 34 rue Palissot, F-54000 Nancy (FR).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : HEAT INSULATION MATERIAL BASED ON AEROGEL

(54) Titre : MATERIAU ISOLANT THERMIQUE A BASE D'AEROGEL

(57) Abstract : The invention relates to a heat insulation material produced by drying a fibrous matrix impregnated with a solution of pseudo-peptides of formula (I), wherein: R is a side-chain of a natural or synthetic amino acid, R1 is either a linear or branched (C₁-C₈)alkyl group, or a linear or branched (C₁-C₈)alcoxy group, or an aryl group, or an aryl(C₁-C₄)alkyl group, or an aryloxy group, or a saturated or unsaturated heterocycle, n = 1 or 2, and A is an aromatic or heteroaromatic group with at least one cycle.(57) Abrégé : L'invention concerne un matériau isolant thermique obtenu par séchage d'une matrice fibreuse imprégnée par une solution de pseudopeptides de formule (I), dans laquelle : - R représente une chaîne latérale d'un acide aminé naturel ou synthétique, - R1 représente soit un groupe (C₁-C₈)alkyle droit ou ramifié, soit un groupe (C₁-C₈)alcoxy droit ou ramifié, soit un groupe aryle, soit un groupe aryle(C₁-C₄)alkyle, soit un groupe aryloxy, soit un hétérocycle saturé ou insaturé, n = 1 ou 2 et - A représente un groupe aromatique ou hétéroaromatique à un ou plusieurs cycles.

MATERIAU ISOLANT THERMIQUE A BASE D'AEROGEL

La présente invention concerne un matériau isolant thermique à base d'aérogel.

5 Les aérogels sont définis comme des gels secs possédant généralement des pores de volume nanométrique. Ce genre de matériaux est obtenu par séchage supercritique d'organogels ce qui permet d'éliminer le solvant tout en conservant la texture poreuse du gel humide.

Les Inventeurs ont décrit précédemment dans la demande
10 WO2010/133798 une série d'organogélateurs dérivés d'acides aminés naturels, permettant de former des gels physiques organiques de faible masse moléculaire. Les aérogels obtenus à partir de ces organogélateurs par extraction du solvant sont des matériaux nanostructurés et méso-poreux qui
15 présentent des propriétés remarquables en termes notamment de surface spécifique, de très faible contribution du solide et de stabilité thermique dans le temps en raison de sa très grande hydrophobicité.

Cependant, les aérogels décrits dans la demande WO2010/133798 n'ont pas la résistance mécanique ni la densité requises pour être utilisés seuls pour certaines applications, notamment comme matériau isolant dans le bâtiment.

20 Il existe par conséquent le besoin de développer des matériaux isolants thermiques ayant à la fois les propriétés des aérogels décrits dans WO2010/133798, notamment l'hydrophobicité, et une meilleure rigidité et résistance physique.

La demande US2002/0094426 décrit un composite comprenant un
25 aérogel et une matrice de support, par exemple une ouate, obtenu par la mise en œuvre de l'extraction au CO₂ supercritique sur ladite matrice de support imprégnée d'une solution d'un matériau capable de former un gel inorganique, tel qu'un gel de silice, ou un gel de polymère.

Etant donné que ces gels sont des gels chimiques maintenus par liaisons
30 covalentes et irréversibles, leur utilisation pour imprégner une matrice présente certains inconvénients. En effet, une fois que la gélification est faite, il n'est plus possible de corriger le défaut survenu lors de l'imprégnation de la matrice de support. Par ailleurs, les composites décrits dans cette demande ont besoin d'un traitement chimique supplémentaire pour rendre les produits

finaux hydrophobes. De plus, la polymérisation des gels de polymère nécessite également l'ajout de compléments chimiques.

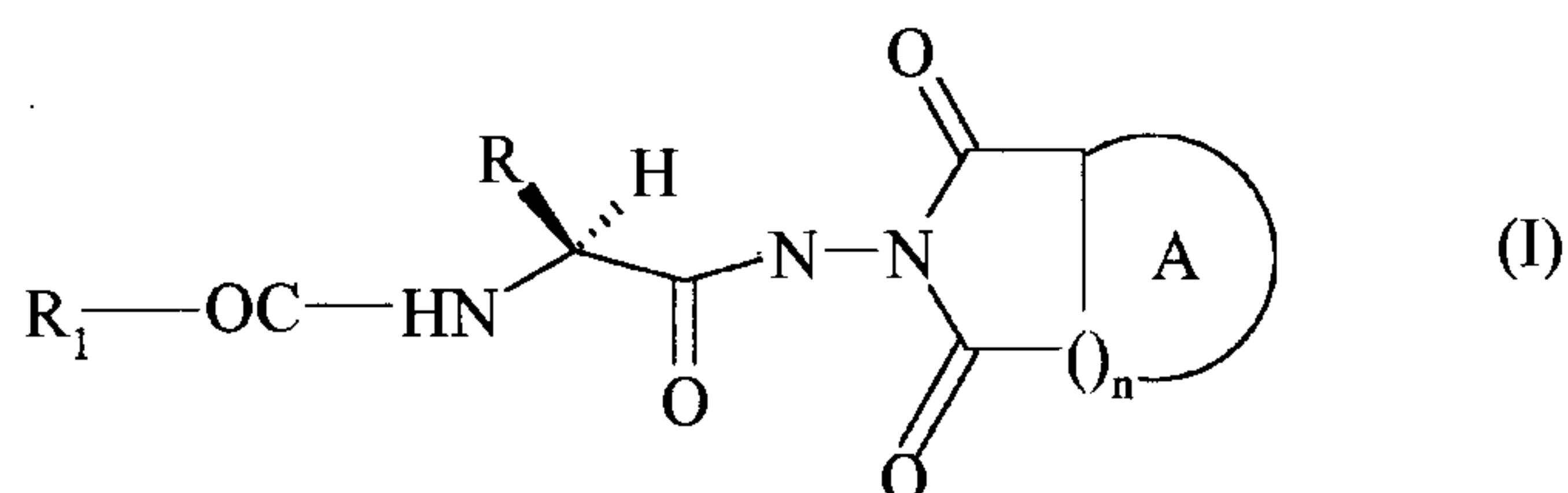
Il y a donc un intérêt industriel de proposer des matériaux isolants thermiques qui puissent être fabriqués plus facilement.

5 L'invention a pour objectif de pallier ces manques techniques et de proposer un tel matériau isolant thermique.

En menant des recherches sur les aérogels décrits dans WO2010/133798, les Inventeurs ont constaté que, contre toute attente, un matériau isolant thermique satisfaisant à ces exigences peut être obtenu par séchage d'une
10 matrice fibreuse imprégnée par les organogélateurs décrits dans cette demande.

Le matériau de l'invention obtenu après le séchage est très hydrophobe et exempté des traitements supplémentaires qui sont nécessaires pour le composite décrit dans US2002/0094426. C'est d'autant plus surprenant que
15 le matériau de l'invention présente une meilleure résistance physique et une plus grande densité par rapport à la susdite matrice fibreuse non imprégnée.

L'invention concerne un matériau isolant thermique obtenu par séchage d'une matrice fibreuse imprégnée par une solution de pseudopeptides de formule (I),



20

dans laquelle :

- R représente une chaîne latérale d'un acide aminé naturel ou synthétique,

- R₁ représente soit un groupe (C₁-C₈)alkyle droit ou ramifié, soit un
25 groupe (C₁-C₈)alcoxy droit ou ramifié, soit un groupe aryle, soit un groupe aryle(C₁-C₄)alkyle, soit un groupe aryloxy, soit un hétérocycle saturé ou insaturé, n = 1 ou 2 et

- A représente un groupe aromatique ou hétéroaromatique à un ou plusieurs cycles,

30 ladite matrice fibreuse ayant une faible conductivité thermique inférieure à 0,05 W/m/K et une densité inférieure à 50kg/m³.

La conductivité thermique du produit final est mesurée par des méthodes bien connues de l'homme du métier, en utilisant par exemple, la méthode du plan chaud centré (Y. Jannot, V. Felix, A. Degiovanni, Measurement Science and Technology 2010, 21, n° 035106) ou la méthode du tricouche (Y. Jannot, G. Payet, A. Degiovanni, IJHMT 2009, 52, 1105-1111), complétée par une mesure au plan chaud centré (Y. Jannot, V. Felix, A. Degiovanni, Measurement Science and Technology 2010, 21, n° 035106).

La préparation du matériau de l'invention repose sur la pénétration totale de la solution de pseudopeptides de formule (I) dans la matrice fibreuse et la formation préalable d'un produit intermédiaire « organogel/matrice », dans lequel toutes les cavités de la matrice fibreuse sont comblées par l'organogel formé par les pseudopeptides de formule (I).

Etant donné que ces organogels sont des gels physiques et thermoréversibles, une fois que la matrice fibreuse est imprégnée de la solution de pseudopeptides de formule (I), le produit intermédiaire « organogel/matrice » peut être obtenu simplement par refroidissement. Par ailleurs, le défaut de l'imprégnation apparu sur le produit intermédiaire peut être corrigé facilement par réchauffement.

Au sens de la présente invention, on entend par (C₁-C₈)alkyle droit ou ramifié une chaîne hydrocarbonée de 1 à 8 atomes de carbone, notamment de 1 à 6 atomes de carbone. Comme par exemple les groupes : méthyle, éthyle, propyle, isopropyle, butyle, isobutyle, sec-butyle, tert-butyle, pentyle, isopentyle, néopentyle, tert-pentyle, hexyle, isohexyle, 1,1-diméthylbutyle, 2,2-diméthylbutyle, 3,3- diméthylbutyle and 2-éthylbutyle.

Au sens de la présente invention, on entend par acide aminé naturel ou synthétique, notamment les acides aminés suivants : l'acide aspartique (Asp ou D), l'asparagine (Asn ou N), la thréonine (Thr ou T), la sérine (Ser ou S), l'acide glutamique (Glu ou E), la glutamine (Gln ou Q), la glycine (Gly ou G), l'alanine (Ala ou A), la cystéine (Cys ou C), la valine (Val ou V), la méthionine (Met ou M), l'isoleucine (Ile ou I), la leucine (Leu ou L), la tyrosine (Tyr ou Y), la phénylalanine (Phe ou F), l'histidine (His ou H), la lysine (Lys ou K), le tryptophane (Trp ou W), la proline (Pro ou P) et l'arginine (Arg ou R).

Au sens de la présente invention, on entend par aryle, un groupe choisi dans le groupe comprenant phényle, benzyle, tolyle, xyle et naphyle.

Au sens de la présente invention, on entend par hétérocycle saturé ou insaturé ou par hétéroromatique un groupe choisi dans le groupe comprenant oxiranyle, azétidinyle, oxétanyle, thiétanyle, pyrrolidinyle, tétrahydrofuryle, thiolanyle, pipéridyle, tétrahydropyranyle, morpholinyle, thiomorpholinyle et
5 pipérazinyle, pyridyle, pyrimidinyle, pyridazinyle, pyrrolyle, furanyle, thiophényle, imidazolyle, pyrazolyle, isoxazolyle, isothiazolyle, thiazolyle, oxazolyle, 1,2,4-oxadiazolyle, 1,2,3-oxadiazolyle, 1,3,4-oxadiazolyle, 1,2, 3-thiadiazolyle, 1,2, 4-thiadiazolyle, 1,3, 4-thiadiazolyle, 1,2, 4-triazolyle, 1,3, 4-triazolyle, 1,2,3-triazolyle et tétrazolyle; benzofuranyle, isobenzofuranyle,
10 benzo[b]thiényle, indolye, isoindolye, 1H-indazolyle, benzimidazolyle, benzoxazolyle, benzisoxazolyle, benzothiazolyle, benzisothiazolyle, benzodioxolyle, 1H-benzotriazolyle, quinolye, isoquinolye, cinnolinyle, quinazolinyle, quinoxalinyle et phthalazinyle.

Les pseudopeptides de formule (I) peuvent être synthétisés en trois
15 étapes à partir d'acides aminés naturels ou synthétiques et de réactifs commerciaux peu coûteux selon des techniques classiques connues de l'homme du métier ou décrites dans la littérature.

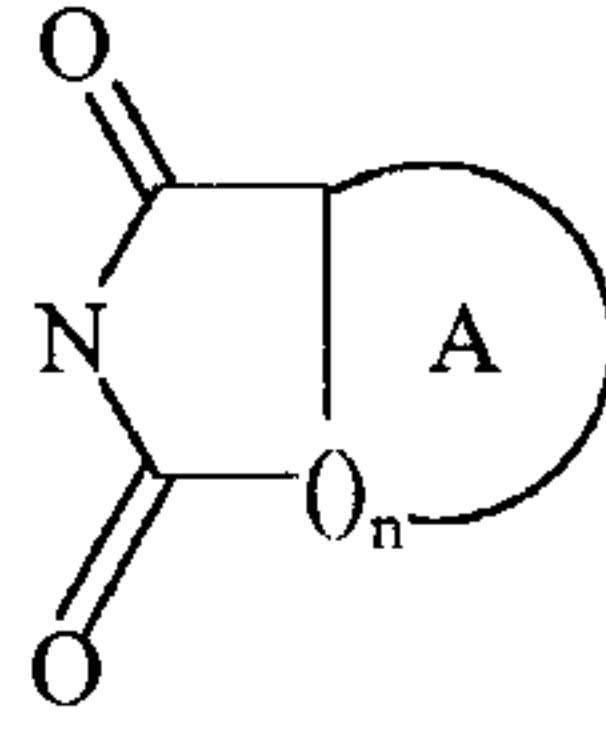
Les organogels peuvent également être obtenus selon des techniques classiques connues de l'homme du métier ou décrites dans la littérature. A
20 titre d'exemple, ils peuvent être préparés par chauffage d'un pseudopeptide de formule (I) à reflux dans un solvant connu de l'homme du métier dans des proportions comprises entre 0,01 et 5%, avantageusement entre 0,2 et 2% en poids d'organogélateurs par rapport au solvant puis refroidissement.

Selon la structure et la densité de la matrice fibreuse et les propriétés
25 recherchées pour les produits finaux, la concentration des pseudopeptides de formule (I) dans la solution peut varier de 1% à 70% en poids.

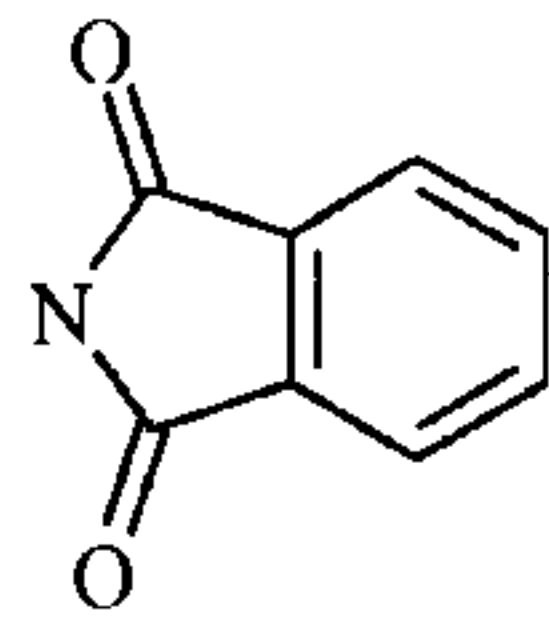
Dans un mode de réalisation avantageux du matériau isolant thermique selon l'invention, la susdite matrice fibreuse est une matrice d'origine végétale, animale, minérale, en polymère naturel ou synthétique, ou une matrice
30 obtenue par leurs mélanges.

Dans un mode de réalisation plus avantageux, ladite matrice est notamment choisie parmi le groupe comprenant un panneau en fibre de bois, un matelas en fibre de bois, une matrice en coton, en laine, en laine minérale, en polystyrène, en polyuréthane, en polyisocyanate, ou en polyisocyanurate.

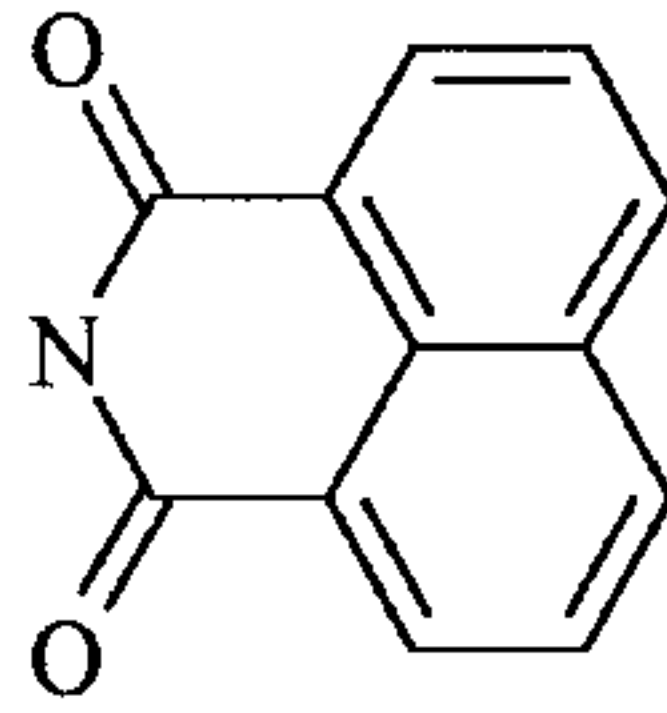
Dans un autre mode de réalisation avantageux du matériau isolant thermique selon l'invention, le pseudopeptide de formule (I) est choisi parmi ceux dans lesquels le groupe



5 représente soit un groupe



soit un groupe

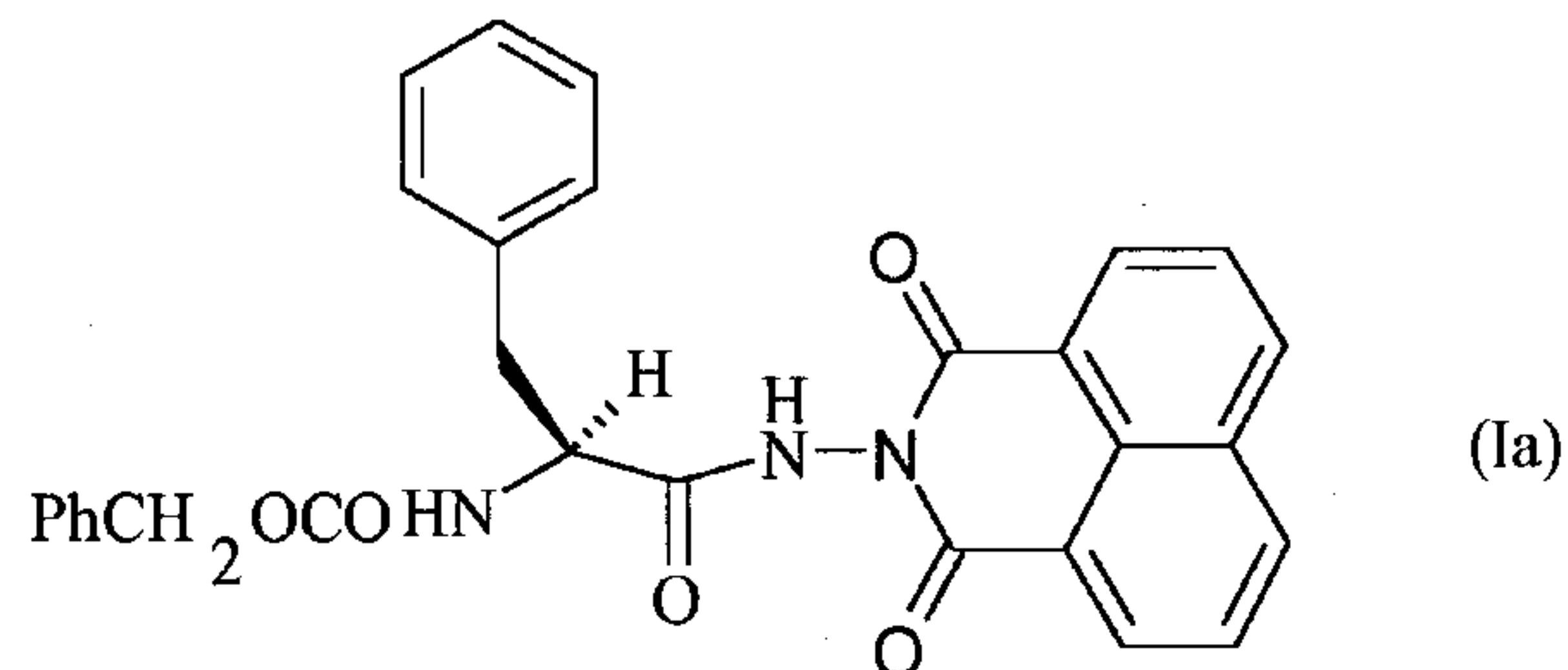


10

Dans un mode de réalisation plus avantageux du matériau isolant thermique selon l'invention, le pseudopeptide de formule (I) est choisi parmi ceux dans lesquels R représente soit $-\text{CH}_2\text{Ph}$, soit $-\text{CH}(\text{CH}_3)_3$, soit $-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ et R_1 représente soit $\text{PhCH}_2\text{OCO}-$, soit $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{OCO}-$.

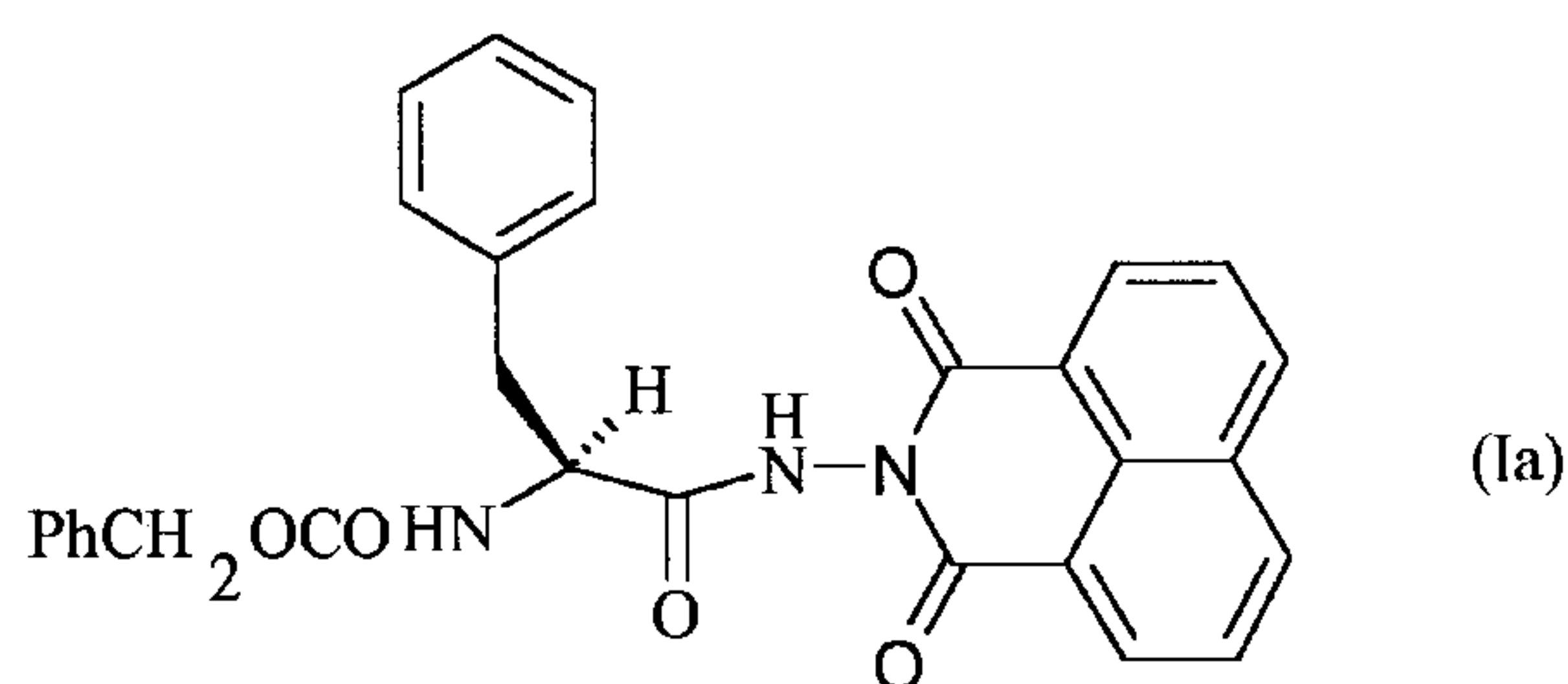
15

Dans un mode de réalisation particulièrement avantageux, le matériau isolant thermique selon l'invention est obtenu par séchage d'un panneau en fibre de bois imprégné par une solution de pseudopeptides de formule (Ia)



20

Dans un mode de réalisation particulièrement avantageux, le matériau isolant thermique selon l'invention est obtenu par séchage d'un matelas en fibre de bois imprégné par une solution de pseudopeptides de formule (Ia)



L'invention a aussi pour but de mettre à disposition un procédé de préparation d'un susdit matériau isolant thermique.

5 Ledit procédé comprend les étapes suivantes :

(i) la préparation d'une solution liquide de pseudopeptides de formule (I), en particulier de formule (Ia), dans un solvant ;

(ii) la mise en contact d'une matrice fibreuse susmentionnée avec la solution obtenue dans l'étape (i) jusqu'à que ladite matrice soit imprégnée
10 totalement par ladite solution et atteigne sa capacité maximale d'absorption de ladite solution;

(iii) la formation d'un complexe organogel/matrice par refroidissement ;

(iv) l'extraction du solvant contenu dans ledit complexe organogel/matrice pour obtenir le susdit matériau isolant thermique.

15 L'extraction du solvant dans le complexe « organogel/matrice » peut être effectuée par toutes méthodes connues dans l'art, notamment par séchage en milieu CO₂ supercritique par des techniques classiques connues de l'homme du métier ou décrites dans la littérature, comme par exemple celle décrite dans la demande WO2010/133798.

20 L'invention concerne également un matériau isolant thermique susceptible d'être obtenu par un susdit procédé.

Un autre aspect de l'invention concerne l'utilisation d'une solution de pseudopeptides de formule (I), notamment de formule (Ia), pour améliorer l'hydrophobicité d'une matrice fibreuse, notamment l'hydrophobicité d'une
25 matrice fibreuse ayant une faible conductivité thermique et une densité inférieure à 50kg/m³.

L'invention est illustrée plus en détail par l'exemple ci-après.

Exemple 1 : Préparation d'un matériau de l'invention

Cet exemple illustre la préparation d'un matériau de l'invention obtenu par séchage d'un panneau en fibre de bois imprégné par une solution de pseudopeptides de formule (Ia).

5

1. Matériels et méthodes

1.1. Caractéristique du panneau en fibre de bois

Le panneau en fibre de bois utilisé dans l'exemple a une densité de 43 kg/m³ et se présente sous forme d'échantillons carrés de 5 x 5 cm de chaque côté.

10

1.2. Préparation de la solution de pseudopeptides de formule (Ia)

Une solution de pseudopeptides de formule (Ia) à 14,9% dans le 3-pentanol est préparée comme suit :

2,14g du composé de formule (Ia) ont été dissous à chaud dans 15 mL de 3-pentanol pour obtenir une solution de composé de formule (Ia) à 14,9% en masse. La solubilisation se fait pendant 2 minutes sous agitation dans un ballon placé dans un four à micro-ondes offrant la possibilité de travail en réacteur ouvert. La température de travail du four à micro-ondes est réglée à 100°C sous une puissance maximale de 150 Watt. Le ballon est équipé d'un système réfrigérant à eau pour condenser les vapeurs de solvant et maintenir la concentration de la solution.

15

20

25

La solution est maintenue à une température supérieure à la température de transition sol-gel, soit environ 100°C pour une solution à 14,9%.

1.3. Préparation du composite « panneau en fibre de bois/organogel »

Le panneau en fibre de bois est placé dans un moule en acier inoxydable de même dimension préalablement chauffé pour éviter tout choc thermique. La solution du composé de formule (Ia) dans le 3-pentanol maintenue à 100°C est ensuite coulée sur le panneau en fibre de bois. L'ensemble est refroidi à température ambiante jusqu'à gélification du gel. Le composite « panneau en fibre de bois/organogel » obtenu est ensuite extrait du moule.

30

1.4. Séchage du système composite « panneau en fibre de bois/organogel »

35

Le composite obtenu est séché selon le procédé de séchage par CO₂ supercritique décrit dans la demande WO2010/133798.

Ledit procédé est mis en œuvre dans un autoclave (8 cm de hauteur, 100 ml de volume) se composant d'un cylindre creux à double parois et de
5 deux extrémités amovibles composées de frittés métalliques permettant le passage des fluides.

Le composite « panneau en fibre de bois/organogel » est placé dans un autoclave disposant d'un lit de billes recouvert de 0,5g de 3-pentanol et maintenu à 15°C. Après la fermeture de l'autoclave, le CO₂ préalablement
10 refroidi à 4°C est introduit dans le réacteur sous une pression de 50 bars (5x10⁶Pa). La pression est ensuite portée à 90 bars (9x10⁶Pa) par injection de CO₂ à l'aide d'une pompe à membrane. La pression du premier séparateur est réglée à 50 bars (5x10⁶Pa) et celle du deuxième séparateur à 20 bars (2x10⁶Pa). Le débit de CO₂ est réglé à 400g/h. La température des éléments
15 de séparation est maintenue à 20°C durant tout le procédé de séchage.

La température de l'autoclave est ensuite portée à 45°C afin de faire passer le système CO₂/3-pentanol en phase supercritique. Après 20 minutes, les vannes de sortie de l'autoclave et du dernier séparateur sont ouvertes.

L'extraction du 3-pentanol en continu pendant 4h avec un débit de CO₂
20 400g/h permet l'obtention du composite « panneau en fibre de bois/aérogel » attendu.

2. Caractéristiques du produit « panneau en fibre de bois/aérogel »

Le produit final « panneau en fibre de bois/aérogel » obtenu a une
25 densité de 183 Kg/m³.

La conductivité thermique du produit final est mesurée par la méthode du tricouche (Y. Jannot, G. Payet, A. Degiovanni, IJHMT 2009, 52, 1105-1111), complétée par une mesure au plan chaud centré (Y. Jannot, V. Felix, A. Degiovanni, Measurement Science and Technology 2010, 21, n° 035106).

30 La conductivité thermique dudit produit final mesurée à température ambiante d'environ 25°C est de 0,026 W/m/K.

Ledit produit final présente une meilleure résistance mécanique comparée à l'aérogel organique seul décrit dans la demande WO2010/133798 et au panneau en fibre de bois.

La densité du produit final, qui est d'environ 183 kg/m³, est nettement supérieure à celle de l'aérogel organique seul décrit dans la demande WO2010/133798 (2,83kg/m³) et celle du panneau en fibre de bois (43kg/m³).

Par ailleurs, ledit produit présente une meilleure hydrophobicité que le
5 panneau en fibre de bois et proche de celle de l'aérogel décrit dans la demande WO2010/133798.

Exemple 2 : Préparation d'un matériau de l'invention

Cet exemple illustre la préparation d'un matériau de l'invention obtenu
10 par séchage d'un panneau en fibre de bois imprégné par une solution de pseudopeptides de formule (Ia).

1. Matériels et méthodes

1.1. Caractéristique du panneau en fibre de bois

15 Le panneau en fibre de bois utilisé dans l'exemple a une densité de 43 kg/m³ et se présente sous forme d'échantillons carrés de 5 x 5 cm de chaque côté.

1.2. Préparation de la solution de pseudopeptides de formule (Ia)

20 Une solution de pseudopeptides de formule (Ia) à 14,9% dans le 3-pentanol est préparée comme suit :

2,14g du composé de formule (Ia) ont été dissous à chaud dans 15 mL de 3-pentanol pour obtenir une solution de composé de formule (Ia) à 14,9% en masse. La solubilisation se fait pendant 2 minutes sous agitation dans un
25 ballon placé dans un four à micro-ondes offrant la possibilité de travail en réacteur ouvert. La température de travail du four à micro-ondes est réglée à 100°C sous une puissance maximale de 150 Watt. Le ballon est équipé d'un système réfrigérant à eau pour condenser les vapeurs de solvant et maintenir la concentration de la solution.

30 La solution est maintenue à une température supérieure à la température de transition sol-gel, soit environ 100°C pour une solution à 14,9%.

1.3. Préparation du composite « panneau en fibre de bois/organogel »

Le panneau en fibre de bois est placé dans un moule en acier inoxydable de même dimension préalablement chauffé pour éviter tout choc thermique. La solution du composé de formule (Ia) dans le 3-pentanol maintenue à 100°C est ensuite coulée sur le panneau en fibre de bois. L'ensemble est refroidi à température ambiante jusqu'à gélification du gel. Le composite « panneau en fibre de bois/organogel » obtenu est ensuite extrait du moule.

1.4. Séchage du système composite « panneau en fibre de bois/organogel »

Le composite obtenu est séché selon le procédé de séchage par CO₂ supercritique décrit dans la demande WO2010/133798.

Ledit procédé est mis en œuvre dans un autoclave (8 cm de hauteur, 100 ml de volume) se composant d'un cylindre creux à double parois et de deux extrémités amovibles composées de frittés métalliques permettant le passage des fluides.

Le composite « panneau en fibre de bois/organogel » est placé dans un autoclave disposant d'un lit de billes recouvert de 3,5g de 3-pentanol et maintenu à 15°C. Après la fermeture de l'autoclave, le CO₂ préalablement refroidi à 4°C est introduit dans le réacteur sous une pression de 50 bars (5x10⁶Pa). La pression est ensuite portée à 90 bars (9x10⁶Pa) par injection de CO₂ à l'aide d'une pompe à membrane. La pression du premier séparateur est réglée à 50 bars (5x10⁶Pa) et celle du deuxième séparateur à 20 bars (2x10⁶Pa). Le débit de CO₂ est réglé à 400g/h. La température des éléments de séparation est maintenue à 20°C durant tout le procédé de séchage.

La température de l'autoclave est ensuite portée à 45°C afin de faire passer le système CO₂/3-pentanol en phase supercritique. Après 20 minutes, les vannes de sortie de l'autoclave et du dernier séparateur sont ouvertes.

L'extraction du 3-pentanol en continu pendant 4h avec un débit de CO₂ 400g/h permet l'obtention du composite « panneau en fibre de bois/aérogel » attendu.

2. Caractéristiques du produit « panneau en fibre de bois/aérogel »

Le produit final « panneau en fibre de bois/aérogel » obtenu a une densité de 183 Kg/m³.

La conductivité thermique du produit final est mesurée par la méthode du tricouche (Y. Jannot, G. Payet, A. Degiovanni, IJHMT 2009, 52, 1105-1111), complétée par une mesure au plan chaud centré (Y. Jannot, V. Felix, A. Degiovanni, Measurement Science and Technology 2010, 21, n° 035106).

5 La conductivité thermique dudit produit final mesurée à température ambiante d'environ 25°C est de 0,026 W/m/K.

Ledit produit final présente une meilleure résistance mécanique comparée à l'aérogel organique seul décrit dans la demande WO2010/133798 et au panneau en fibre de bois.

10 La densité du produit final, qui est d'environ 183 kg/m³, est nettement supérieure à celle de l'aérogel organique seul décrit dans la demande WO2010/133798 (2,83kg/m³) et celle du panneau en fibre de bois (43kg/m³). Par ailleurs, ledit produit présente une meilleure hydrophobicité que le panneau en fibre de bois et proche de celle de l'aérogel décrit dans la demande
15 WO2010/133798.

Exemple 3 : Préparation d'un matériau de l'invention

Cet exemple illustre la préparation d'un matériau de l'invention obtenu par séchage d'un matelas de fibres de bois brutes imprégnées par une solution
20 de pseudopeptides de formule (Ia).

1. Matériels et méthodes

1.1. Caractéristique des fibres de bois brutes

Les fibres de bois utilisées dans l'exemple sont fines et brutes de
25 défibrage industriel du bois.

1.2. Préparation de la solution de pseudopeptides de formule (Ia)

Une solution de pseudopeptides de formule (Ia) à 13% dans le 3-pentanol est préparée comme suit :

1,23 g du composé de formule (Ia) ont été dissous à chaud dans 10 mL
30 de 3-pentanol pour obtenir une solution de composé de formule (Ia) à 13% en masse. La solubilisation se fait pendant 2 minutes sous agitation dans un ballon placé dans un four à micro-ondes offrant la possibilité de travail en réacteur ouvert. La température de travail du four à micro-ondes est réglée à 100°C sous une puissance maximale de 150 Watt. Le ballon est équipé d'un

système réfrigérant à eau pour condenser les vapeurs de solvant et maintenir la concentration de la solution.

La solution est maintenue à une température supérieure à la température de transition sol-gel, soit environ 100°C pour une solution à
5 13%.

1.3. Préparation du composite « matelas de fibres de bois/organogel »

Des fibres de bois brutes sont placées et tassées dans un moule en aluminium de dimension 45 mm x 45 mm x 5 mm préalablement chauffé pour
10 éviter tout choc thermique. La solution du composé de formule (Ia) dans le 3-pentanol maintenue à 100°C est ensuite injectée dans le moule, imprégnant ainsi le matelas de fibres de bois. L'ensemble est refroidi à température ambiante jusqu'à gélification du système. Le composite « matelas de fibres de bois/organogel » obtenu est ensuite extrait du moule.

15

1.4. Séchage du système composite « matelas de fibres de bois/organogel »

Le composite obtenu est séché selon le procédé de séchage par CO₂ supercritique décrit dans la demande WO2010/133798.

Ledit procédé est mis en œuvre dans un autoclave (8 cm de hauteur,
20 100 ml de volume) se composant d'un cylindre creux à double parois et de deux extrémités amovibles composées de frittés métalliques permettant le passage des fluides.

Le composite « matelas de fibres de bois/organogel » est placé dans un autoclave disposant d'un lit de billes recouvert de 3,5g de 3-pentanol et
25 maintenu à 15°C. Après la fermeture de l'autoclave, le CO₂ préalablement refroidi à 4°C est introduit dans le réacteur sous une pression de 50 bars (5x10⁶Pa). La pression est ensuite portée à 90 bars (9x10⁶Pa) par injection de CO₂ à l'aide d'une pompe à membrane. La pression du premier séparateur est réglée à 50 bars (5x10⁶Pa) et celle du deuxième séparateur à 20 bars
30 (2x10⁶Pa). Le débit de CO₂ est réglé à 400g/h. La température des éléments de séparation est maintenue à 20°C durant tout le procédé de séchage.

La température de l'autoclave est ensuite portée à 45°C afin de faire passer le système CO₂/3-pentanol en phase supercritique. Après 20 minutes, les vannes de sortie de l'autoclave et du dernier séparateur sont ouvertes.

L'extraction du 3-pentanol en continu pendant 4h avec un débit de CO₂ 400g/h permet l'obtention du composite « matelas de fibres de bois/aérogel » attendu.

5 2. Caractéristiques du produit « matelas de fibres de bois /aérogel »

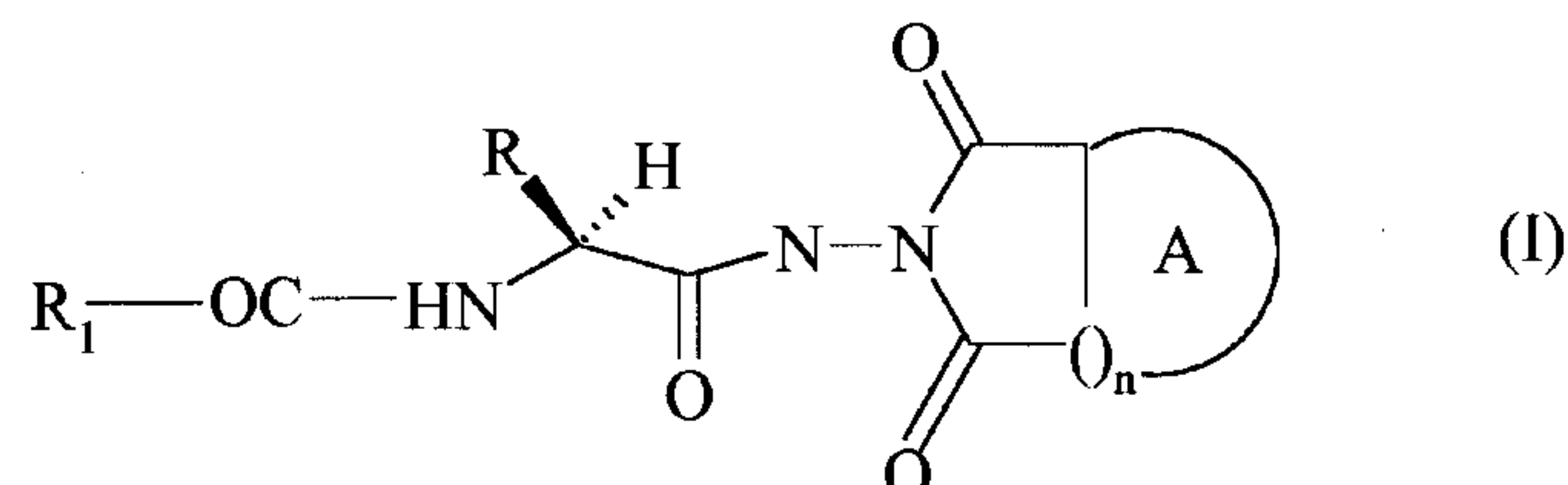
Le produit final « matelas de fibres de bois /aérogel » obtenu a une densité de 143 Kg/m³.

La conductivité thermique du produit final est mesurée par la méthode du plan chaud centré (Y. Jannot, V. Felix, A. Degiovanni, Measurement Science and Technology 2010, 21, n° 035106).

La conductivité thermique dudit produit final mesurée à température ambiante d'environ 25°C est de 0,025 W/m/K.

REVENDICATIONS

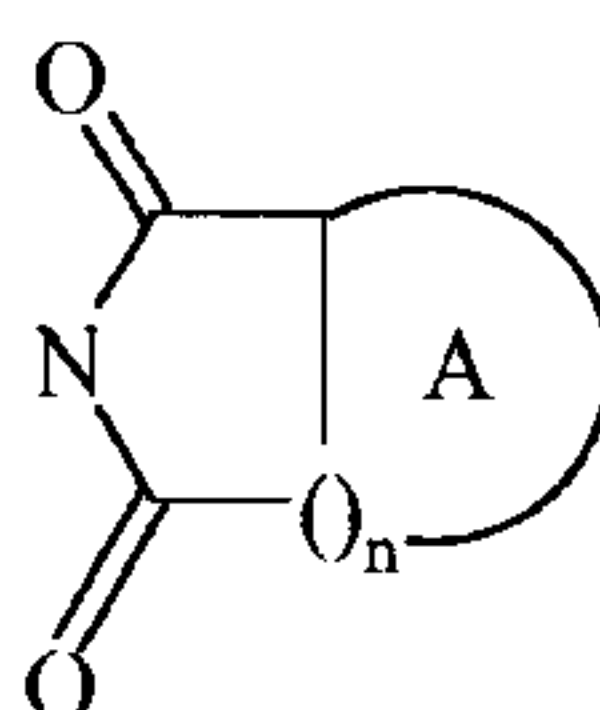
1. Matériau isolant thermique obtenu par séchage d'une matrice fibreuse imprégnée par une solution de pseudopeptides de formule (I),



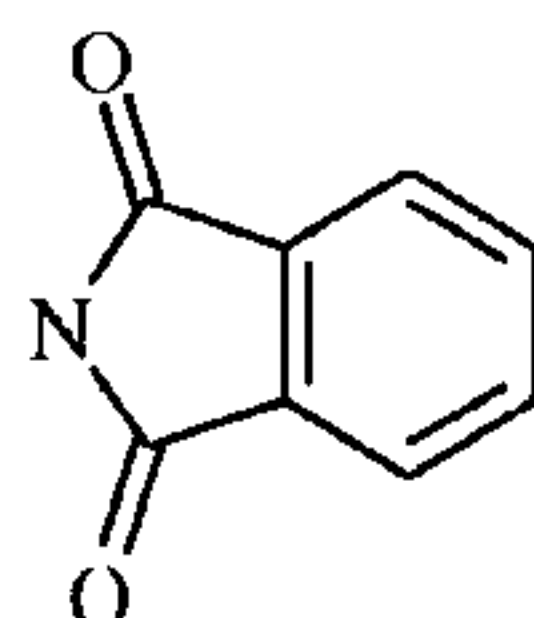
- 5 dans laquelle
- R représente une chaîne latérale d'un acide aminé naturel ou synthétique,
 - R₁ représente soit un groupe (C₁-C₈)alkyle droit ou ramifié, soit un groupe (C₁-C₈)alcoxy droit ou ramifié, soit un groupe aryle, soit un groupe aryle(C₁-C₄)alkyle, soit un groupe aryloxy, soit un hétérocycle saturé ou insaturé, n = 1 ou 2 et
 - 10 - A représente un groupe aromatique ou hétéroaromatique à un ou plusieurs cycles,
- ladite matrice fibreuse ayant une faible conductivité thermique inférieure à 0,05 W/m/K et une densité inférieure à 50kg/m³.

15

2. Matériau isolant thermique selon la revendication 1, caractérisé en ce que le pseudopeptide de formule (I) est choisi parmi ceux dans lesquels le groupe

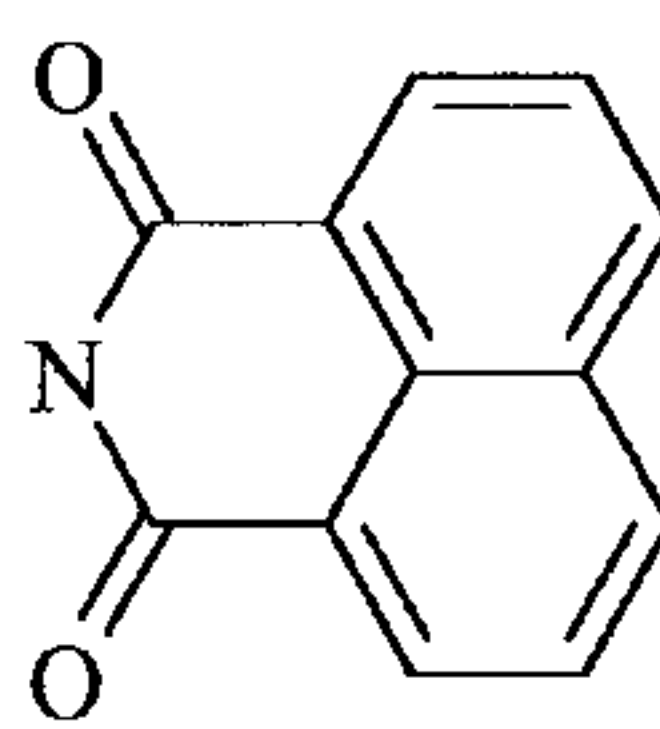


- 20 représente soit un groupe

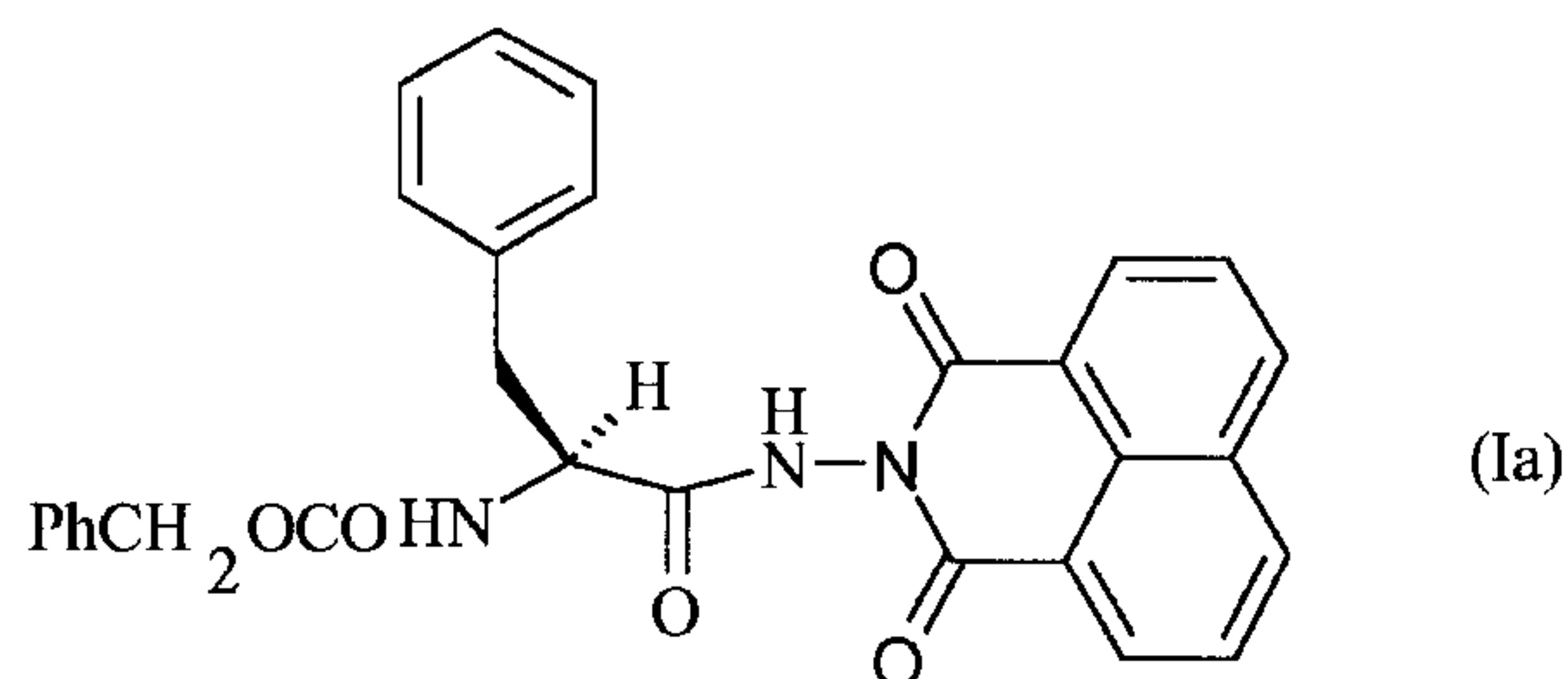


soit un groupe

15



3. Matériau isolant thermique selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le pseudopeptide de formule (I) est choisi parmi ceux dans lesquels R représente soit $-\text{CH}_2\text{Ph}$, soit $-\text{CH}(\text{CH}_3)_3$, soit $-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ et R1 représente soit $\text{PhCH}_2\text{OCO}-$, soit $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{OCO}-$.
- 5
4. Matériau isolant thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ladite matrice fibreuse est une matrice d'origine végétale, animale, minérale, en polymère naturel ou synthétique, ou une matrice obtenue par leurs mélanges.
- 10
5. Matériau isolant thermique selon la revendication 4, caractérisé en ce que ladite matrice est choisie parmi le groupe comprenant un panneau en fibre de bois, un matelas en fibre de bois, une matrice en coton, en laine, en laine minérale, en polystyrène, en polyuréthane, en polyisocyanate, ou en polyisocyanurate.
- 15
6. Matériau isolant thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ledit matériau est obtenu par séchage d'un panneau en fibre de bois imprégné par une solution de pseudopeptides de formule (Ia) ou d'un matelas en fibre de bois imprégné par une solution de pseudopeptides de formule (Ia)
- 20



7. Procédé de préparation d'un matériau isolant thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que ledit procédé comprend les étapes suivantes :
- 5 (i) la préparation d'une solution liquide de pseudopeptides de formule (I), en particulier de formule (Ia), dans un solvant ;
- (ii) la mise en contact d'une matrice telle que décrite selon l'une quelconque des revendications 1, 4 et 5 avec la solution obtenue dans l'étape (i) jusqu'à ce que ladite matrice soit imprégnée totalement par ladite solution et atteigne sa capacité maximale d'absorption de ladite solution;
- 10 (iii) la formation d'un complexe organogel/matrice par refroidissement ;
- (iv) l'extraction du solvant contenu dans ledit complexe organogel/matrice pour obtenir le susdit matériau isolant thermique.
8. Matériau isolant thermique susceptible d'être obtenu par un procédé selon
15 la revendication 7.
9. Utilisation d'une solution de pseudopeptides de formule (I) tels que décrits selon l'une quelconque des revendications 1-3 et 6, pour améliorer l'hydrophobicité d'une matrice fibreuse.

