

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la
Propiedad Intelectual
Oficina internacional



(10) Número de Publicación Internacional
WO 2017/149189 A1

(43) Fecha de publicación internacional
8 de septiembre de 2017 (08.09.2017) **WIPO | PCT**

(51) Clasificación Internacional de Patentes:
C08G 8/10 (2006.01)

NACIONAL DEL CARBÓN (INCAR), C/ Francisco
Pintado Fe, 26, 33011 Oviedo (Asturias) (ES).

(21) Número de la solicitud internacional:
PCT/ES2017/070120

(74) Mandatario: **PONS ARIÑO, Ángel**; Glorieta de Rubén
Dario, 4, 28010 Madrid (ES).

(22) Fecha de presentación internacional:
3 de marzo de 2017 (03.03.2017)

(81) Estados designados (a menos que se indique otra cosa,
para toda clase de protección nacional admisible): 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, DJ, 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, KH, KN, KP, KR, KW, 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.

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(30) Datos relativos a la prioridad:
P 201630261 4 de marzo de 2016 (04.03.2016) ES

(71) Solicitante: **CONSEJO SUPERIOR DE
INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS (CSIC)** [ES/ES];
C/ Serrano, 117, 28006 Madrid (ES).

(84) Estados designados (a menos que se indique otra cosa,
para toda clase de protección regional admisible):
ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW,
SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ,
BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europea (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) Inventores: **MENÉNDEZ DÍAZ, J. Ángel**; INSTITUTO
NACIONAL DEL CARBÓN (INCAR), C/ Francisco
Pintado Fe, 26, 33011 Oviedo (Asturias) (ES).
ARENILLAS DE LA PUENTE, Ana; INSTITUTO
NACIONAL DEL CARBÓN (INCAR), C/ Francisco
Pintado Fe, 26, 33011 Oviedo (Asturias) (ES). **DÍAZ
ALONSO-BUENAPOSADA, Isabel**; INSTITUTO
NACIONAL DEL CARBÓN (INCAR), C/ Francisco
Pintado Fe, 26, 33011 Oviedo (Asturias) (ES). **GÓMEZ
CALVO, Esther**; INSTITUTO NACIONAL DEL
CARBÓN (INCAR), C/ Francisco Pintado Fe, 26, 33011
Oviedo (Asturias) (ES). **REY-RAAP, Natalia**;
INSTITUTO NACIONAL DEL CARBÓN (INCAR), C/
Francisco Pintado Fe, 26, 33011 Oviedo (Asturias) (ES).
MONTES MORÁN, Miguel Ángel; INSTITUTO

Publicada:

— con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))

(54) Title: USE OF AN ORGANIC XEROGEL AS A DESICCANT

(54) Título : USO DE UN XEROGEL ORGÁNICO COMO DESECANTE

(57) Abstract: The invention relates to the use of an organic xerogel as a highly porous desiccant with a high oxygen content.

(57) Resumen: La presente invención se refiere al uso de un xerogel orgánico como desecante de alta porosidad y alto contenido de oxígeno.



WO 2017/149189 A1

USO DE UN XEROGEL ORGÁNICO COMO DESECANTE

DESCRIPCIÓN

5 La presente invención se refiere al uso como desecante de un xerogel orgánico, preferiblemente un xerogel de resorcinol/formaldehído (xerogel RF), de alta porosidad y alto contenido de oxígeno.

ESTADO DE LA TÉCNICA

10

Los geles orgánicos son materiales nanoporosos obtenidos por la polimerización de bencenos hidroxilados y aldehídos en presencia de un disolvente (ver Pekala, R. Organic aerogels from the polycondensation of resorcinol with formaldehyde. *Journal of Materials Science* **1989**, 24, 3221-3227).

15

Los materiales desecantes son sólidos higroscópicos que inducen o mantienen un estado de sequedad del medio que les rodea. Con el fin de ser considerado como un buen material desecante poroso, no sólo tiene que ser un material hidrófilo sino que además es necesario que posea una alta capacidad de adsorción de agua (ver Ng, E.-P.; Mintova, S. Nanoporous materials with enhanced hydrophilicity and high water sorption capacity. *Microporous and Mesoporous Materials* **2008**, 114, 1-26). La capacidad hidrófila hace referencia a su afinidad por el agua, mientras que su capacidad de adsorción depende principalmente de la porosidad. Por ejemplo, algunos materiales basados en carbono considerados como hidrófilos muestran una alta capacidad de adsorción de agua debido a su química superficial rica en grupos oxigenados, pero su velocidad de adsorción es baja debido a que su porosidad no es la adecuada, por lo que no pueden ser considerados como desecantes.

20

25

30

En términos generales, existen dos tipos de materiales desecantes: (i) sustancias cuyo comportamiento como desecante se debe a una reacción química de hidratación, tales como P_4O_{10} , $MgSO_4$; y (ii) sustancias cuyo comportamiento desecante se basa en interacciones de superficie, como procesos de adsorción, tales como tamices moleculares, geles de sílice, arcillas y almidones (ver por ejemplo, Iler, R. The chemistry of silica; solubility, polymerization, colloid and surface chemistry, and

biochemistry. John Wiley & Sons, New York: 1979; y Breck, D.W. Zeolite molecular sieves: Structure. *Chemistry and Use*, Wiley, New York **1974**, 636).

5 Los desecantes se han utilizado durante las últimas décadas en una amplia gama de aplicaciones, con el objetivo de controlar la humedad en el aire cuando es necesario un ambiente libre de humedad, para controlar el nivel de agua en las corrientes de gas industriales, en los sistemas de aire acondicionado, para almacenar y proteger las mercancías en contenedores de transporte contra el daño de la humedad (Mathiowitz, E.; Jacob, J.S.; Jong, Y.S.; Hekal, T.M.; Spano, W.; Guemonprez, R.; Klibanov, A.M.;
10 Langer, R. Novel desiccants based on designed polymeric blends. *Journal of applied polymer science* **2001**, 80, 317-327).

15 Un desecante de uso generalizado es el gel de sílice. Su buena capacidad de adsorción de humedad se debe a sus propiedades porosas y la presencia de grupos hidroxilo en la superficie que dota a estos materiales de naturaleza hidrófila. Las moléculas de agua son atraídas por esta química superficial rica en oxígeno y almacenadas en los poros del material.

20 La gel de sílice no puede ser utilizada para eliminar humedad en medios ácidos por presentar una estructura sensible a éstos.

25 Por tanto, sería deseable disponer de un agente desecante que permita eliminar la humedad de una forma rápida y que, por tanto, presente una alta velocidad de absorción de humedad además de una alta capacidad de absorción de humedad; que sea resistente a los ácidos que puedan estar presentes en los fluidos a tratar; y que sean modificables estructuralmente para poder eliminar otros componentes aparte de la humedad.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

30

Como se ha mencionado anteriormente, la presente invención se refiere al uso como desecante de un xerogel orgánico, preferiblemente un xerogel RF, de alta porosidad y gran cantidad de grupos superficiales oxigenados.

Así, en un primer aspecto, la presente invención se refiere al uso de un xerogel orgánico como desecante, donde:

- el tamaño medio de poro de dicho xerogel orgánico es de entre 2 nm y 50 nm; y
- el contenido de oxígeno de dicho xerogel orgánico es de al menos el 25% en peso.

5

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde la porosidad total está comprendida entre el 60% y el 70%.

10 En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde al menos el 55 % de dicha porosidad se debe a poros cuyo tamaño de poro está comprendido entre los 2 nm y los 50 nm.

15 En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el 58% de dicha porosidad se debe a poros cuyo tamaño de poro está comprendido entre los 2 nm y los 50 nm.

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde la porosidad total es del 61%.

20 En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde:

- la porosidad total está comprendida entre el 60% y el 90%; y
- al menos el 50 %, preferiblemente el 58%, de dicha porosidad se debe a poros cuyo tamaño de poro está comprendido entre los 2 nm y los 50 nm.

25 En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde:

- la porosidad total está comprendida entre el 60% y el 70%; y
- al menos el 55 % de dicha porosidad se debe a poros cuyo tamaño de poro está comprendido entre los 2 nm y los 50 nm.

30 En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde:

- la porosidad total es del 61%; y
- el 58 % de dicha porosidad se debe a poros cuyo tamaño de poro está comprendido entre los 2 nm y los 50 nm.

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el xerogel orgánico resulta de la polimerización, preferiblemente de la polimerización en microondas, entre un aldehído y un benceno hidroxilado.

- 5 En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el aldehído se selecciona de formaldehído y furfural.

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el benceno hidroxilado se selecciona de resorcinol, fenol y catecol.

10

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde:

- el aldehído se selecciona de formaldehído y furfural; y
- el benceno hidroxilado se selecciona de resorcinol, fenol y catecol.

- 15 En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el xerogel orgánico se selecciona de xerogel resorcinol/formaldehído y xerogel fenol/formaldehído.

- 20 En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el xerogel orgánico es un xerogel resorcinol/formaldehído.

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde la polimerización se lleva a cabo a un pH comprendido entre 4 y 8, y preferiblemente a un pH de 5,8.

25

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el xerogel resorcinol/formaldehído se obtiene mediante una etapa de polimerización en microondas de una mezcla de resorcinol (R), formaldehído (F), agua y un catalizador.

- 30 En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el xerogel resorcinol/formaldehído se obtiene mediante una etapa de polimerización en microondas de una mezcla de resorcinol (R), formaldehído (F), agua y un catalizador de naturaleza básica.

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el xerogel resorcinol/formaldehído se obtiene mediante una etapa de polimerización en microondas de una mezcla de resorcinol (R), formaldehído (F), agua y un catalizador de naturaleza básica; y dicho catalizador de naturaleza básica es inorgánico, y
5 preferiblemente se selecciona de Na(OH), Na₂CO₃, NaHCO₃, NH₄NO₃ y NH₄Cl.

El otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el xerogel resorcinol/formaldehído se obtiene mediante una etapa de polimerización en microondas de una mezcla de resorcinol (R), formaldehído (F), agua y un catalizador de naturaleza básica; y dicho catalizador de naturaleza básica es orgánico, y
10 preferiblemente se selecciona de urea, melamina, pirona, piridina, metil-amina y dimetil-amina.

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde la relación molar entre el resorcinol (R) y el formaldehído (F) es de entre el 0,5 y el 0,7, y
15 preferiblemente de 0,5.

En otra realización la invención se refiere al uso definido anteriormente, donde el xerogel orgánico se obtiene tras un post-tratamiento en aire a una temperatura de entre 100 °C y 300 °C, y preferiblemente a una temperatura de 100 °C.
20

A lo largo de la presente invención, el término “desecante” se refiere a una sustancia que se usa para eliminar humedad del aire u otro medio gaseoso o de alguna otra sustancia.

25 El término “gel orgánico” se refiere a un polímero sólido de naturaleza orgánica que se obtiene mediante un proceso sol-gel de polimerización de uno o varios precursores (monómeros) de naturaleza orgánica, y posterior eliminación del disolvente en el que se ha llevado a cabo la polimerización.

30 El término “xerogel orgánico” se refiere un tipo de gel orgánico que se obtiene a presión atmosférica y a temperaturas próximas a las ambientales (nunca negativas y como máximo a unos 100 °C). Ejemplos incluyen cualquier xerogel resultante de la polimerización entre un aldehído y un benceno hidroxilado (un anillo de benceno sustituido en cualquiera de sus posiciones disponibles por de uno a cuatro grupos

hidroxilo). Ejemplos de aldehído incluyen entre otros resorcinol, fenol y cocatecol. Ejemplos de aldehído incluyen entre otros furfural y formaldehído.

5 El término "xerogel RF" o "xerogel resorcinol/formaldehído" se refiere a un gel orgánico obtenido a partir de la polimerización de resorcinol (R) y formaldehído (F) en el que el disolvente es eliminado por evaporación, y preferiblemente eliminando el disolvente por evaporación en horno microondas.

10 Los xerogeles a los que se refiere la invención presentan una cinética, o velocidad de adsorción, superior a la del gel de sílice, por lo que puede considerarse que es un desecante que actúa de una forma rápida.

15 El término "porosidad" o "fracción de huecos", se refiere a la medida de los espacios vacíos en un material, y es una fracción del volumen de huecos sobre el volumen total del material, expresado como un porcentaje entre 0% y 100%. La porosidad de los xerogeles de la invención es de entre el 60% y el 90%, preferiblemente de entre el 60% y 70% y más preferiblemente del 61%.

20 El término "catalizador de naturaleza básica" se refiere a una sustancia de naturaleza orgánica o inorgánica cuyo pH en disolución acuosa es superior a 7. Ejemplos de catalizador de naturaleza inorgánica incluyen, entre otros, Na(OH), Na₂CO₃, NaHCO₃, NH₄NO₃ y NH₄Cl. Ejemplos de catalizador de naturaleza orgánica incluyen, entre otros urea, melamina, pirona, piridina, metil-amina y dimetil-amina.

25 El término "post-tratamiento en aire" se refiere a un tratamiento a temperatura superior a 100 °C e inferior a 300 °C, presión atmosférica y atmósfera de aire, que se hace después de la síntesis del xerogel. Este post-tratamiento puede llevarse a cabo en una estufa convencional o en cualquier otro tipo de dispositivo capaz de elevar la temperatura del material hasta la temperatura del post-tratamiento.

30

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la

invención. Los siguientes ejemplos y figuras se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

5

FIG. 1 muestra las isotermas de adsorción de vapor de agua obtenidas a 25 °C y a una humedad relativa (del aire) del 100%

EJEMPLOS

10

A continuación se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que ponen de manifiesto la efectividad del producto de la invención.

Síntesis de xerogeles orgánicos

15

Los xerogeles orgánicos utilizados en este estudio fueron sintetizados mediante la polimerización de resorcinol (R) y formaldehído (F), utilizando agua desionizada como disolvente y NaOH como catalizador de la reacción. En primer lugar, resorcinol (Indspec, 99,6%) se disolvió en agua desionizada usando un vaso de vidrio sin sellar y agitación magnética hasta su completa disolución. Después, se añadió una solución de formaldehído hasta obtener una solución homogénea. Se añadió una solución de NaOH (0,1 M, Titripac, Merck) gota a gota para ajustar el pH deseado. La proporción de cada reactivo se selecciona de tal manera que se obtienen dos porosidades diferentes (Tabla 1). Las soluciones precursoras se colocaron en un horno microondas a 85 °C durante aproximadamente 3 horas. Durante este tiempo tiene lugar la polimerización y curado de los xerogeles. Posteriormente, los polímeros se secaron por calentamiento en un horno microondas hasta registrar una pérdida de masa de más de 50%, lo que se corresponde con la eliminación total del disolvente, siendo el tiempo total de síntesis inferior a 5 h. Como resultado se obtuvieron dos geles orgánicos diferentes (Tabla 2). Finalmente los xerogeles se sometieron a un post-tratamiento en aire a una temperatura de 100 °C durante una hora.

20

25

30

Caracterización de las muestras

Antes de que cualquier caracterización, los xerogeles se desgasificaron (Micromeritics VacPrep 0,61) a 0,1 mbar y 120 °C durante una noche, con el fin de eliminar la humedad y otros gases adsorbidos.

35

Propiedades porosas

La porosidad de las muestras estudiadas se caracterizó por medio de isothermas de adsorción-desorción de nitrógeno y porosimetría de mercurio.

5 Las isothermas de adsorción-desorción de nitrógeno se midieron a -196°C en un Tristar 3020 (Micromeritics). La superficie BET se determinó a partir de la rama de adsorción de N_2 y, en todos los casos el número de puntos utilizados para aplicar la ecuación BET fue superior a 5. El volumen de microporos (V_{micro}) se estimó por el método de Dubinin-Raduskevich. Este método sólo incluye superficies de microporos. Por lo
10 tanto, ambas técnicas son complementarias. Las isothermas de adsorción-desorción de N_2 solamente se utilizaron para obtener información acerca de microporosidad (superficie BET, V_{micro}). Parámetros tales como la porosidad (%), la distribución de tamaño de poro (PSD), densidad aparente y volúmenes de mesoporos y macroporos (V_{meso} , V_{macro}), se determinaron mediante porosimetría de mercurio, con el equipo
15 AutoPore IV 9500 (Micromeritics), que es capaz de medir desde la presión atmosférica hasta 228 MPa. En el caso de la caracterización de los mesoporos el límite inferior de este equipo es de 5,5 nm. Del mismo modo, en este estudio, el V_{macro} se refiere a la porosidad que oscila desde 50 hasta 10000 nm. La tensión superficial y ángulo de contacto que se tomaron para el mercurio fueron de 485 mN m^{-1} y 130°
20 respectivamente, y el volumen de llenado del vástago estuvo entre 45-58% en todos los análisis realizados. Inicialmente, en la etapa de baja presión, las muestras fueron evacuadas a 6,7 Pa y el tiempo de equilibrio utilizado fue de 10 segundos. Posteriormente, la presión se aumentó gradualmente hasta el valor máximo, evaluándose la intrusión de mercurio.

25

Análisis elemental

La determinación de C, H y N se llevó a cabo en un analizador LECO CHNS-932. El contenido de oxígeno se determinó usando el analizador LECO VTF-900.

30 Experimentos de adsorción de vapor de agua

El procedimiento para medir la capacidad de adsorción de vapor de agua y la cinética consistió en colocar de 0,6 a 0,8 g de muestra dentro de un recipiente hermético a 25°C y 100% de humedad relativa del aire y registrar los cambios de masa con el tiempo hasta valores constantes.

35

El xerogel RF se obtiene en un proceso que comprende dos etapas. La primera consiste en la polimerización en microondas de una mezcla de resorcinol, formaldehído, agua y un catalizador. La obtención del xerogel orgánico en microondas está descrita en ES 2354782 "Procedimiento de obtención de xerogeles orgánicos de porosidad controlada". No obstante, la mezcla precursora que se somete a este tratamiento posee unas características particulares (pH superior a 5,5, relación molar disolvente/reactivos entre 5 y 9 y relación molar resorcinol/formaldehído menor de 0,7). De otra manera, los xerogeles resultantes no poseen la porosidad adecuada (superior al 60% y con tamaños medios de poro situados entre 2 y 50 nm, es decir mesoporos) que les dota de gran capacidad de adsorción de la humedad ambiental.

Estas características de la disolución precursora han sido optimizadas y no son, por tanto, evidentes a priori. Por ejemplo, si el tratamiento se lleva a cabo fuera de los rangos de pH, relación resorcinol/formaldehído y/o dilución, la porosidad resultante no sería adecuada y la capacidad de adsorción de humedad disminuiría notablemente. Por ejemplo, en la Figura 1 se presentan las capacidades desecantes de los xerogeles denominados A y B, así como la del gel de sílice tomado como referencia. Estas capacidades desecantes se expresan como la variación de los milimoles de agua adsorbidos por gramo de material con el tiempo; a una temperatura de 25 °C y en unas condiciones de humedad relativa del aire del 100%. En la mencionada Figura puede verse que el xerogel B, a pesar de poseer una porosidad mayor que el xerogel A, su capacidad de adsorción de vapor de agua es ligeramente superior a los 10 milimoles por gramo (18% en peso), frente a los casi 30 milimoles por gramo (54 % en peso) del xerogel A; es decir, éste último presenta prácticamente el triple de capacidad de adsorción. Se ve, por tanto, que si el xerogel se sintetiza fuera de las condiciones anteriormente descritas su capacidad desecante es notablemente inferior.

La segunda etapa del procedimiento de obtención consiste en un post-tratamiento en aire a una temperatura comprendida entre 100 y 300 °C; aunque preferiblemente de 100 °C. Este tratamiento tiene por objeto estabilizar el xerogel. Adicionalmente, también contribuye a generar grupos superficiales oxigenados que aumentan la capacidad de adsorción de agua.

El material presenta una capacidad desecante (adsorción de humedad del ambiente) superior a la del gel de sílice (material tomado como desecante comercial de

referencia). Por ejemplo, en la Figura 1 puede verse como el xerogel orgánico denominado A posee una capacidad de adsorción próxima a los 30 milimoles por gramo (54% en peso), mientras que la capacidad de adsorción del gel de sílice en las mismas condiciones es de tan solo 14 milimoles por gramo (25% en peso). Es decir, la capacidad desecante del xerogel orgánico duplica la del material de referencia.

La velocidad promedio a la que se produce esta adsorción puede llegar a representar, dependiendo de las condiciones de humedad y temperatura, 2 veces la del gel de sílice. Así por ejemplo, en la Figura 1 puede observarse como el tiempo necesario para adsorber 10 milimoles de agua es de 75 horas para el xerogel A, mientras que el gel de sílice tarda 140 horas en adsorber la misma cantidad de agua. Es decir, el xerogel A es casi 2 veces más rápido que el gel de sílice.

Es un material orgánico resistente al ataque de ácidos, lo que le diferencia de la mayoría de materiales desecantes que son de naturaleza inorgánica, por ejemplo el gel de sílice.

El material presenta una porosidad superior al 60 % mientras que la porosidad del gel de sílice, por ejemplo, está en torno al 30%. Estos datos se muestran en la Tabla 2. Esta diferencia en porosidad total da lugar a un material con mayor capacidad desecante en el caso del xerogel tipo A, como se muestra en el ejemplo de la Figura 1. Esta porosidad está compuesta mayoritariamente por poros cuyos tamaños están comprendidos entre 2 nm y 50 nm, también denominados mesoporos. Por ejemplo, en la Tabla 2 se muestra como en el caso del xerogel A el 58% de la porosidad total son mesoporos. Un porcentaje inferior de mesoporos, aunque la porosidad total sea superior, da lugar a un material con una capacidad desecante notablemente inferior a la del material descrito en esta patente. Caso, por ejemplo del xerogel B. Esto se ilustra en el ejemplo que se presenta en la Figura 1.

La microporosidad, aun siendo un factor con cierta influencia, no es un factor relevante para un buen desecante, ya que el gel tipo A y el gel de sílice presentan similares valores de volumen de microporos y superficie específica: 0,1 cm³/g y 300 m²/g para ambos materiales.

Tabla 1. Condiciones de síntesis de los xerogeles A y B

Xerogel	pH	relación molar disolvente/reactivos	relación molar resorcinol/formaldehído	Capacidad desecante
A	5,8	6,4	0,5	> gel de sílice
B	4,8	8,0	0,70	< gel de sílice

Tabla 2. Características porosas y químicas del xerogel desecante (A), un xerogel que no es un buen desecante (B), un material desecante de referencia (gel de sílice)

Material	% Porosidad	% de poros con tamaños entre 2 nm y 50 nm	%C	%H	%O	% Impurezas inorgánicas
A	61	58	64,8	4,9	30,3	< 0,1
B	69	0	66,3	4,5	29,2	< 0,1
Gel de sílice	31	50	-	-	53,3	No aplicable

- 5 El material está compuesto mayoritariamente por carbono, que se encuentra siempre en una proporción superior al 60%. Posee, además una cantidad importante de grupos superficiales oxigenados, con un contenido en oxígeno siempre superior al 25 % en peso. Esa característica favorece la adsorción de moléculas de agua. El material también presenta un pequeño contenido en hidrógeno, en cantidades comprendidas entre el 4 y el 5%. Es importante mencionar que no se han detectado ningún tipo de restos inorgánicos, por lo que el nivel de impurezas de este material es menor de 0,1% en peso. En la Tabla 2 se muestran las características químicas del xerogel denominado A. Las características químicas del xerogel denominado B son similares; sin embargo su textura porosa diferente hace que este material no sea un buen desecante. Por tanto, para que el material presente buenas características como desecante es necesaria la adecuada combinación de propiedades químicas y porosas.

El material presenta una buena consistencia y puede obtenerse en forma granular o incluso en forma de monolitos conformados. También puede molerse y presentarse en forma de polvo fino, pudiendo de esta manera ser incorporado a tintas, pinturas u otros medios que permitan su aplicación a superficies o incluso ser usado en fabricación aditiva.

REIVINDICACIONES

1. Uso de un xerogel orgánico como desecante, donde:
 - el tamaño medio de poro de dicho xerogel orgánico es de entre 2 nm y 50 nm; y
 - el contenido de oxígeno de dicho xerogel orgánico es de al menos el 25% en peso.
2. El uso según la reivindicación 1, donde:
 - la porosidad total está comprendida entre el 60% y el 90%; y
 - al menos el 50 % de dicha porosidad se debe a poros cuyo tamaño de poro está comprendido entre los 2 nm y los 50 nm.
3. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, donde la porosidad total está comprendida entre el 60% y el 70%.
4. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde al menos el 55 % de dicha porosidad se debe a poros cuyo tamaño de poro está comprendido entre los 2 nm y los 50 nm.
5. El uso según la reivindicación 4, donde el 58% de dicha porosidad se debe a poros cuyo tamaño de poro está comprendido entre los 2 nm y los 50 nm.
6. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde la porosidad total es del 61%.
7. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde el xerogel orgánico resulta de la polimerización entre un aldehído y un benceno hidroxilado.
8. El uso según la reivindicación 7, donde el aldehído se selecciona de formaldehído y furfural.
9. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, donde el benceno hidroxilado se selecciona de resorcinol, fenol y catecol.
10. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde el xerogel orgánico se selecciona de xerogel resorcinol/formaldehído y xerogel fenol/formaldehído.

11. El uso según la reivindicación 10, donde el xerogel orgánico es un xerogel resorcinol/formaldehído.
- 5 12. El uso según la reivindicación 7, donde la polimerización se lleva a cabo a un pH comprendido entre 4 y 8.
13. , El uso según la reivindicación 12, donde la polimerización se lleva a cabo a un pH de 5,8.
- 10 14. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 13, donde la relación molar entre el aldehído y el benceno hidroxilado es de entre el 0,5 y el 0,7.
- 15 15. El uso según la reivindicación 14, donde la relación molar entre el aldehído y el benceno hidroxilado es de 0,5.
16. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, donde el xerogel orgánico se obtiene tras un post-tratamiento en aire a una temperatura de entre 100 °C y 300 °C.
- 20 17. El uso según la reivindicación 16, donde el xerogel orgánico se obtiene tras un post-tratamiento en aire a una temperatura 100 °C.

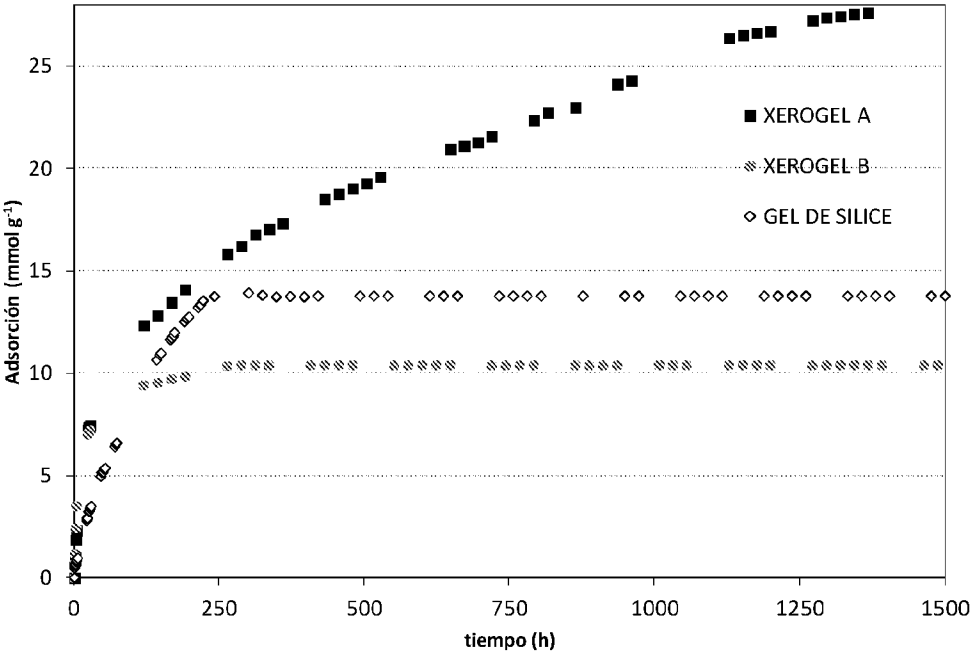


FIG 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ES2017/070120

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C08G8/10 (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C08G

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI, EPODOC, INVENES, PUBMED, PUBCHEM, GOOGLE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	ES 2354782 A1 (CONSEJO SUPERIOR INVESTIGACION) 18/03/2011, the whole document	1-15
P,A	ALONSO-BUENAPOSADA ISABEL D et al.. Desiccant capability of organic xerogels: Surface chemistry vs porous texture. Microporous and Mesoporous Materials, 20160607 ELSEVIER, AMSTERDAM, NL. Oñativola Connor Andrea J; Vinu Ajayan, 07/06/2016, Vol. 232, Pages 70 - 76 [on line][retrieved the 30/05/2017]. ISSN 1387-1811, <DOI: doi:10.1016/j.micromeso.2016.06.007> the whole document	1-17
A	G. CALVO ESTHER . Designing nanostructured carbón xerogels. Nanomaterials, 22/12/2011 [on line][retrieved the 30/05/2017]. Retrieved from Internet <URL: https://www.intechopen.com/books/nanomaterials/designing-nanostructured-carbon-xerogels >, <DOI: 10.5772/17157 > the whole document	1-17

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.	
"E" earlier document but published on or after the international filing date	
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"O" document referring to an oral disclosure use, exhibition, or other means.	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
31/05/2017

Date of mailing of the international search report
(31/05/2017)

Name and mailing address of the ISA/

Authorized officer
E. Arias Perez-Illzarbe

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)
Facsimile No.: 91 349 53 04

Telephone No. 91 3493090

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ES2017/070120

C (continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of documents, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	ALONSO-BUENAPOSADA ISABEL D et al.. Efecto from proporción of metanol in disoluciones of formaldehído sobre the porosidad of xerogeles of carbono R/F. 01/07/2014 [on line][retrieved the 30/05/2017]. Retrieved from Internet <URL: http://digibuo.uniovi.es/dspace/bitstream/10651/27864/1/TFM_IsabelDiaz.pdf > the whole document	1-17

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ES2017/070120

Information on patent family members

Patent document cited in the search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
ES2354782 A1	18.03.2011	NONE	

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº

PCT/ES2017/070120

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

C08G8/10 (2006.01)

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

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

C08G

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

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

WPI, EPODOC, INVENES, PUBMED, PUBCHEM, GOOGLE

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
A	ES 2354782 A1 (CONSEJO SUPERIOR INVESTIGACION) 18/03/2011, Todo el documento	1-15
P,A	ALONSO-BUENAPOSADA ISABEL D et al.. Desiccant capability of organic xerogels: Surface chemistry vs porous texture. Microporous and Mesoporous Materials, 20160607 ELSEVIER, AMSTERDAM, NL. OğuzConnor Andrea J; Vinu Ajayan, 07/06/2016, Vol. 232, Páginas 70 - 76 [en línea][recuperado el 30/05/2017]. ISSN 1387-1811, <DOI: doi:10.1016/j.micromeso.2016.06.007> Todo el documento	1-17
A	G. CALVO ESTHER . Designing nanostructured carbón xerogels. Nanomaterials, 22/12/2011 [en línea][recuperado el 30/05/2017]. Recuperado de Internet <URL: https://www.intechopen.com/books/nanomaterials/designing-nanostructured-carbon-xerogels >, <DOI: 10.5772/17157 > Todo el documento	1-17

☒ En la continuación del recuadro C se relacionan otros documentos

☒ Los documentos de familias de patentes se indican en el anexo

* Categorías especiales de documentos citados:	"T"	documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.
"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.	"X"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.
"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.	"Y"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.
"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).	"&"	documento que forma parte de la misma familia de patentes.
"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.		
"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.		

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional.
31/05/2017

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional.
31 de mayo de 2017 (31/05/2017)

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional
OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)
Nº de fax: 91 349 53 04

Funcionario autorizado
E. Arias Perez-Illzarbe
Nº de teléfono 91 3493090

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº

PCT/ES2017/070120

C (Continuación). DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES		
Categoría *	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
A	ALONSO-BUENAPOSADA ISABEL D et al.. Efecto de la proporción de metanol en disoluciones de formaldehído sobre la porosidad de xerogeles de carbono R/F. 01/07/2014 [en línea][recuperado el 30/05/2017]. Recuperado de Internet <URL: http://digibuo.uniovi.es/dspace/bitstream/10651/27864/1/TFM_IsabelDiaz.pdf> Todo el documento	1-17

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Informaciones relativas a los miembros de familias de patentes

Solicitud internacional nº

PCT/ES2017/070120

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de Publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de Publicación
ES2354782 A1	18.03.2011	NINGUNO	