

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 04.07.16.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 05.01.18 Bulletin 18/01.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : KEEY AEROGRL — FR.

72 Inventeur(s) : RUIZ FRANCISCO et CLAVIER JEAN
YVES.

73 Titulaire(s) : KEEY AEROGRL.

74 Mandataire(s) : HEGE FREDERIC.

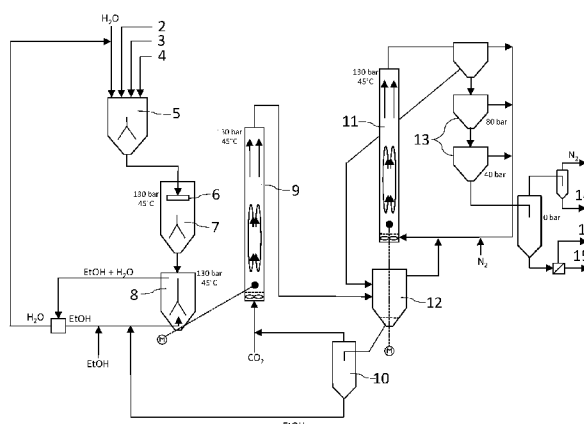
54 PROCÉDE CONTINU DE FABRICATION D'UN AEROGEL.

57 La présente invention concerne un procédé de fabri-
cation d'un aérogel (1) en granulés à partir d'un précurseur
(2), comportant les étapes suivantes:

- mélange du précurseur (2) avec un solvant de syn-
thèse (3) et un agent d'hydrolyse tel que l'eau, et le cas
échéant un catalyseur (4), pour obtenir un gel,
- granulation du produit obtenu, en particulier par dé-
coupe d'un jet dudit gel, pour obtenir des granulés,
- maintien des granulés en contact avec le solvant de
synthèse (3) et l'agent d'hydrolyse,
- lavage des granulés par ajout d'un solvant de lavage
pour en extraire notamment l'agent d'hydrolyse et le cas
échéant le catalyseur (4),
- séchage des granulés pour en extraire les solvants de
synthèse (3) et/ou de lavage par envoi en excès de CO₂ su-
percritique,

les étapes de granulation, maintien, lavage et séchage
étant opérées à une pression supérieure au point critique du
CO₂, et ces conditions étant maintenues entre ces étapes.

La présente invention concerne encore une installation
spécialement configurée pour mettre en oeuvre le procédé
selon l'invention.



Procédé continu de fabrication d'un aérogel

La présente invention se situe dans le domaine des matériaux. Elle concerne plus particulièrement un procédé continu de fabrication d'un aérogel.

5 L'aérogel est un matériau solide dont la structure consiste en une matrice poreuse dans laquelle une majorité de pores présentent un diamètre compris entre 2 et 50 nm (mésopores). Grâce à cela, on peut espérer obtenir des propriétés exceptionnelles, tel qu'une porosité élevée (~95%), une surface spécifique élevée (jusqu'à 1000 m² / g), une faible conductivité thermique (~ 0,01
10 W / m.K), un faible indice de réfraction (~ 1,05), et une transmission optique élevée (90%). Il est par exemple très performant comme isolant thermique. La production d'aérogel est basée sur la transformation d'une solution colloïdale moléculaire ou similaire en un gel réticulé. En fonction de la nature des précurseurs, les aérogels peuvent être inorganiques (p. ex. précurseurs à base
15 d'oxydes de silicium, zirconium ou titane), organiques (à savoir à base de polymères de résorcinol-formaldéhyde, de polyuréthane ou de cellulose) ou hybrides (obtenus à partir de précurseurs organo-minéraux ou par combinaison).

L'aérogel est obtenu en remplaçant la partie liquide d'un gel par du gaz, au cours d'une étape dite de séchage. Cette transformation nécessite un procédé et une
20 installation très lourds, et donc un coût de production élevé. En effet, afin de produire un aérogel de qualité, l'étape de séchage doit être réalisée sans générer un système biphasique avec ses forces capillaires associées, qui causeraient la destruction partielle ou totale de la nanostructure du gel. C'est pourquoi elle doit avoir lieu dans un environnement supercritique (SCD,
25 supercritical drying), à température et pression élevées. Ceci n'est pas adapté à une production industrielle efficace, notamment parce que l'introduction du produit dans le module de séchage supercritique se fait par lots (batches). Afin de produire des quantités industrielles d'aérogel à un coût raisonnable, l'étape de séchage peut être réalisée à pression ambiante (APD, Ambient Pressure
30 Drying), mais du fait de l'évaporation du solvant, la qualité du produit est alors compromise, et cela provoque d'autres difficultés liées à la nécessaire modification chimique du produit. De plus, la production d'aérogel à partir d'un précurseur nécessitant différentes étapes, elles sont souvent effectuées

individuellement, et parfois par différents acteurs, dans des lieux différents, ce qui augmente encore les délais et coûts de production.

5 Le document US6670402B1 propose une méthode de production d'aérogel accélérée, grâce à l'injection de CO₂ supercritique lors de l'étape de séchage, l'envoi d'ondes de pression, et l'utilisation d'un gaz non réactif et non condensable (NRNC) lors de la dépressurisation. Cependant la méthode décrite utilise un extracteur, qui fonctionne par lots de façon discontinue.

10 La présente invention a pour objet de pallier au moins en partie à ces inconvénients. A cet effet, elle propose un procédé de fabrication d'un aérogel en granulés à partir d'un précurseur, comportant les étapes suivantes :

- mélange du précurseur avec un solvant de synthèse et un agent d'hydrolyse tel que l'eau, et le cas échéant un catalyseur, pour obtenir un gel,
- 15 - granulation du produit obtenu, en particulier par découpe d'un jet dudit gel, pour obtenir des granulés,
- maintien des granulés en contact avec le solvant de synthèse et l'agent d'hydrolyse,
- lavage des granulés par ajout d'un solvant de lavage pour en extraire notamment l'agent d'hydrolyse et le cas échéant le catalyseur,
- 20 - séchage des granulés pour en extraire les solvants de synthèse et/ou de lavage par envoi en excès de CO₂ supercritique,

Ce procédé est particulier en ce que les étapes de granulation, maintien, lavage et séchage sont opérées à une pression supérieure au point critique du CO₂, et ces conditions sont maintenues entre ces étapes.

25 Grâce à ces dispositions, le procédé de fabrication d'aérogel peut se dérouler en continu, l'entrée en pression pouvant se faire à une étape où les produits sont encore des fluides. La durée de fabrication ainsi que les coûts en sont nettement réduits.

Selon d'autres caractéristiques :

- 30
- l'étape de mélange peut être également opérée à une pression supérieure au point critique du CO₂, ce qui permet une légère accélération de cette étape,

- lors de l'étape de séchage, les granulés chargés de solvant peuvent être soumis à un jet de CO₂ supercritique de sorte à les mettre dans des conditions de lit fluidisé, dans des conditions de température et de pression telles que le CO₂ est supercritique, et que les particules chargées de solvant sont plus lourdes que les particules chargées de CO₂, ceci permettant d'effectuer l'étape de séchage en continu, et d'accélérer l'étape de séchage,
 - le solvant de synthèse et/ou de lavage peut être un solvant organique et l'étape de séchage être réalisée sous une pression comprise entre 100 et 200 bars et une température comprise entre 35 et 50°C, l'éthanol étant un produit peu cher et convenant au procédé, et les conditions entre 100 et 200 bars et 35 et 50 °C permettant qu'à certaines vitesses d'injection de CO₂ dans le lit fluidisé, les particules comprenant de l'éthanol ne s'envolent pas, alors que celles ne contenant que du CO₂ supercritique s'envolent par le haut de la tour, et peuvent être récupérées pour la suite du procédé,
 - le procédé de fabrication d'aérogel peut comprendre, après l'étape de séchage, une étape de remplacement du CO₂ supercritique par un gaz inerte, de préférence l'azote, puis une étape de décompression, de préférence par paliers, cette étape supplémentaire permettant d'effectuer une décompression rapide, sans endommager les granulés d'aérogel,
 - lors de l'étape de remplacement du CO₂ supercritique par un gaz inerte, les granulés chargés de CO₂ supercritique peuvent être soumis à un jet dudit gaz inerte, de sorte à les mettre dans des conditions de lit fluidisé, dans des conditions de température et de pression telles que le CO₂ est supercritique, et que les particules chargées de CO₂ supercritique sont plus lourdes que les particules chargées du gaz inerte, ceci permettant d'effectuer l'étape de remplacement du CO₂ supercritique par un gaz inerte en continu et d'accélérer cette étape.
- La présente invention concerne également une installation pour la fabrication d'un aérogel en granulés à partir d'un précurseur, comportant :
- un réacteur de mélange,

- un dispositif de granulation, apte à former des granulés à partir d'un jet de liquide gélifié venant du réacteur de mélange, le cas échéant situé à l'intérieur du réacteur de vieillissement,
- un réacteur de vieillissement,
- 5 - un réacteur de lavage,
- un dispositif de séchage,
- un dispositif de décompression.

10 Cette installation est particulière en ce que le réacteur de vieillissement, le réacteur de lavage et le réacteur de séchage, ainsi que les moyens de transfert de produits entre ces réacteurs, sont configurés pour fonctionner et permettre le maintien desdits produits d'un réacteur à l'autre à une pression supérieure au point critique du CO₂.

15 Grâce à ces dispositions, l'installation permet de fabriquer des granulés d'aérogel en continu, l'entrée en pression pouvant se faire à une étape où les produits sont encore des fluides.

Selon d'autres caractéristiques :

- le réacteur de mélange peut également être configuré pour fonctionner et permettre le maintien desdits produits d'un réacteur à l'autre à une pression supérieure au point critique du CO₂ ; ceci permet notamment de
- 20 réduire encore le temps de réaction,
- l'installation peut comporter en outre une première tour à lit fluidisé configurée pour permettre le remplacement du solvant contenu dans les granulés par du CO₂ supercritique, ceci permettant d'effectuer le séchage des granulés en continu, et d'accélérer l'étape de séchage,
- 25 - l'installation peut comporter en outre une seconde tour à lit fluidisé configurée pour permettre le remplacement du CO₂ supercritique contenu dans les granulés par un gaz inerte pressurisé, de préférence de l'azote, permettant d'effectuer une décompression rapide, sans endommager les granulés d'aérogel.

30 La présente invention sera mieux comprise à la lecture de la description détaillée qui fait suite, en référence aux figures annexées dans lesquelles :

- La figure 1 est un diagramme illustrant une installation apte à mettre en œuvre le procédé selon l'invention.

Le procédé selon l'invention consiste en la production d'un aérogel 1 d'une façon continue. Pour ce faire, toutes les étapes de fabrication de l'aérogel 1 ont lieu sous une pression supérieure au point critique du CO₂ requise pour l'étape de séchage, depuis l'étape de granulation, à partir de laquelle l'aérogel devient solide, jusqu'au séchage. La production du précurseur, si elle est incluse au procédé, peut également être réalisée à une pression supérieure au point critique du CO₂. L'étape de mélange peut être ou non réalisée sous une pression supérieure au point critique du CO₂. Le point critique du CO₂ est situé à une température de l'ordre de 31°C, et une pression de l'ordre de 73 bars. Les produits de base de la production d'aérogel étant liquides, il est possible de les faire entrer sous pression d'une façon continue par exemple par le moyen d'une pompe. On évite ainsi de devoir mettre le gel (solides) sous pression à l'étape de séchage, ce qui ne peut se faire que par lots (procédé par « batchs »).

Le produit de base permettant de produire l'aérogel 1 est le précurseur. Pour la production d'un aérogel 1 de silice, le précurseur peut être produit à partir d'une source riche en silice telle que du sable. Il peut s'agir d'un alcoxysilane, et plus particulièrement du TMOS (orthosilicate de tétraméthyle) ou du TEOS (orthosilicate de tétraéthyle), qui peuvent être préférés à cause de la production annexe de méthanol et d'éthanol lors de leurs réactions respectives ; ou encore à partir d'un acide siliceux aqueux et ses oligomères (acides polysiliceux), encore appelés silicates de sodium. D'autres types de précurseurs peuvent être utilisés sans sortir du cadre de l'invention, afin de produire par exemple des aérogels 1 de carbone, d'alumine, d'oxyde de métal ou encore des précurseurs organiques comme de la cellulose, du polyuréthane ou des produits qui en sont dérivés.

La description qui suit fait référence à la production d'aérogel 1 de silice, mais il est facile pour l'homme du métier de transposer ces méthodes à la production d'autres types d'aérogel 1.

Le procédé selon l'invention peut comprendre la production d'un précurseur 2, auquel cas les produits nécessaires à la production du précurseur 2 sont introduits à l'aide d'une pompe.

Le précurseur 2 peut également être produit hors du procédé, auquel cas le précurseur 2 est introduit avant de subir le mélange.

Le précurseur 2 est alors mélangé avec un agent hydrolysant tel que l'eau, un solvant de synthèse 3 tel que l'éthanol, par exemple à 95%, le méthanol ou l'acétone, et le cas échéant un catalyseur 4. Ce mélange est opéré dans un réacteur de mélange 5. Deux réactions ont lieu : l'hydrolyse et la condensation.

5 L'hydrolyse est provoquée par la présence de l'agent hydrolysant, et permet de former, à partir du précurseur 2, par exemple du dioxyde de silicium. Le dioxyde de silicium forme une solution colloïdale avec le solvant de synthèse 3. La condensation consiste en l'agglomération des particules colloïdale dans un réseau continu tridimensionnel, appelé gel ; on parle donc de gélification. Les
10 vitesses relatives des réactions de condensation et d'hydrolyse peuvent être contrôlées par l'introduction du catalyseur 4. Le type de catalyseur 4 choisi, et plus précisément son pH, influe sur le type de réseau produit par condensation, et donc sur le type d'aérogel 1 comme produit final. De l'ammoniaque par exemple peut être choisi comme catalyseur 4 basique. Les réactions d'hydrolyse
15 et de condensation peuvent avoir lieu simultanément, en mélangeant tous les produits, ou successivement, en préparant des solutions intermédiaires puis en mélangeant ces solutions intermédiaires ensemble ; on parle de synthèse en une étape ou en deux étapes.

Après le mélange survient l'étape de granulation. Le gel, lorsque sa viscosité a
20 suffisamment augmenté, est coupé afin d'obtenir des granulés. Ceci est réalisé par un dispositif de granulation 6, comme par exemple un découpeur de jet (« jet cutter »), ou par une autre solution connue de l'homme du métier, par exemple en formant un goutte à goutte ou spray. Le type de dispositif de granulation 6 peut avoir une influence sur la granulométrie des granulés obtenus, le découpeur
25 de jet produisant notamment des granulés plus gros, typiquement au-dessus de 50 microns et jusqu'au millimètre ou même au-dessus, et le spray des granulés plus fins, jusqu'à des dimensions de l'ordre de 5 microns ou même moins ; de tels granulés fins sont parfois aussi qualifié de poudre, mais ils seront également qualifiés de granulés dans le cadre de la présente invention.

30 Dans le cadre de la présente invention, l'étape de mélange peut être, ou non, réalisée sous une pression supérieure au point critique du CO₂ mais l'étape de granulation doit être réalisée sous une pression supérieure au point critique du CO₂. Ceci n'empêche pas leur bon déroulement, et tend à légèrement accélérer

cette opération. La granulation sous haute pression est connue de l'homme du métier, elle ne pose pas de problème particulier.

5 L'étape suivant la granulation est l'étape de vieillissement. Après que le gel soit formé, il reste un grand nombre de particules qui n'ont pas encore terminé leur réaction. L'étape de vieillissement peut par exemple consister en une longue macération du gel dans une solution, dans un réacteur de vieillissement 7 qui peut comporter les mêmes solvant, agent hydrolysant et catalyseur qu'au cours de la synthèse. Après l'étape de vieillissement, sensiblement la totalité des
10 particules a réagi, toutes les connexions entre molécules sont finalisées et le gel est alors plus solide. Le type de structure ainsi obtenue varie selon différents paramètres tels que le temps, le pH de la solution, le type de solvant de synthèse et la température.

Dans un mode préféré de réalisation de l'invention, les étapes de granulation et de vieillissement ont lieu dans le même réacteur de vieillissement 7. Le gel est
15 alors introduit par le haut de le réacteur de vieillissement 7, ou il est coupé en granulés, avant de tomber dans le réacteur de vieillissement 7, où les réactions d'hydrolyse et de condensation peuvent se poursuivre.

Après l'étape de vieillissement, l'étape de lavage intervient afin d'éliminer des granulés les impuretés et les résidus de composés n'ayant pas réagi. La grande
20 partie des impuretés est constituée de catalyseur et d'eau. L'étape de lavage est importante car la présence d'eau ou d'autres composants à l'étape de séchage peut causer une dégradation du réseau de l'aérogel 1 étant donné que le mélange pourrait ne pas être entièrement soluble dans le CO₂ supercritique, et donc un produit final de mauvaise qualité. Le lavage peut être effectué par
25 immersion dans une solution de solvant de lavage dans un réacteur de lavage 8. Le solvant utilisé pour l'étape de lavage peut être de l'éthanol, ou un autre solvant soluble dans le CO₂ supercritique comme par l'exemple l'acétone, l'isopropanol ou le méthanol.

L'étape de lavage peut être l'occasion d'introduire un agent hydrophobisant,
30 comme par exemple de l'hexaméthylidisiloxane (HMDSO) ou de l'hexaméthylidisilazane (HMDZ). Cet agent interagit avec la surface du gel afin de la rendre hydrophobe. Ceci est nécessaire pour certaines applications afin que l'aérogel 1 finalement produit ne se dégrade pas au contact de l'humidité de l'air.

L'agent hydrophobisant peut également être introduit à l'étape de séchage ou même après.

5 Finalement, le solvant présent dans les granulés, par exemple l'éthanol, doit être retiré du gel afin d'obtenir un aérogel 1. Un séchage par simple évaporation ne produit pas un aérogel 1 de bonne qualité, car l'évaporation peut détruire les liaisons entre molécules à l'intérieur du réseau du gel du fait des tensions capillaires créées par un état biphasique. Afin de produire un aérogel 1 de bonne qualité, le procédé selon l'invention comprend une étape de séchage supercritique. Ce type de séchage permet d'éviter d'endommager l'aérogel pendant le séchage du fait qu'on évite un système biphasique et les forces capillaires qui y sont associées, et qui sinon causeraient la destruction partielle ou totale de la nanostructure du gel.

10 Plusieurs techniques de séchage par du CO₂ supercritique sont connues de l'homme du métier. Selon un mode préféré du procédé selon l'invention il est proposé le procédé suivant :

15 Dans la première phase du séchage supercritique, les granulés sont introduits par le bas dans une première tour à lit fluidisé 9 dans laquelle on injecte également par le bas du CO₂ à l'état supercritique. Le CO₂ est choisi car ses pression et température supercritiques sont relativement basses, et le solvant, par exemple de l'éthanol, se dissout dans le CO₂. L'utilisation d'un lit fluidisé permet un séchage rapide, où chaque particule est directement confrontée au jet de CO₂ venant dissoudre le solvant à évacuer.

20 Dans un lit fluidisé, on règle la vitesse de l'injection du gaz. Tant que cette vitesse est inférieure à une vitesse de fluidisation, les particules restent tassées les unes sur les autres. A partir de cette vitesse, et jusqu'à une vitesse de volatilisation, les particules sont soulevées par le jet de gaz, mobiles, mais ne s'envolent pas. C'est cet état qui permet au CO₂ d'entrer très rapidement en contact avec chacune des particules. Au delà de la vitesse de volatilisation, les particules sont entraînées par le jet de gaz, et s'évacuent par le haut de la tour.

25 La vitesse de volatilisation n'est pas la même si la particule contient de l'éthanol ou du CO₂ supercritique, à la température et la pression choisies pour le lit fluidisé. Pour la fabrication d'un aérogel 1 de silice, et un éthanol comme solvant, une pression de 130 bars et une température de 45°C conviennent. On utilise

cette différence de vitesse de volatilisation pour régler la vitesse du lit fluidisé de telle sorte que les particules comprenant de l'éthanol ne s'envolent pas, alors que celles ne contenant que du CO₂ s'envolent par le haut de la tour, et peuvent être récupérées pour la suite du procédé. Le CO₂ supercritique est évacué vers
5 un décanteur puis un séparateur d'avec le solvant. Les granulés contenant l'éthanol restent dans le premier lit fluidisé 9, et continuent à être confrontées au jet de CO₂, jusqu'à ce que l'éthanol soit remplacé par du CO₂, puis elles s'envolent.

Pour la fabrication d'un aérogel 1 de silice, et un éthanol comme solvant, le lit
10 fluidisé peut être réglé par exemple à 130 bars et 45°. De telles conditions permettent d'avoir une plage de vitesse favorable pour toutes les tailles de particules intéressant la production.

En sortie du premier lit fluidisé 9, le CO₂ supercritique mélangé à de l'éthanol entre dans un séparateur CO₂/éthanol 10, ce qui permet de réinjecter le CO₂
15 supercritique pur dans le lit fluidisé 9 et ainsi, de progressivement remplacer tout le solvant par du CO₂ supercritique. L'éthanol peut quant à lui être réinjecté dans l'étape de mélange ou de lavage.

Dans la seconde phase du séchage supercritique, les granulés sont injectés dans une seconde tour à lit fluidisé 11, dans lequel on injecte de l'azote à l'état
20 supercritique, ou tout autre gaz inerte, dans les conditions fixées, tel que l'air sec, l'argon, le krypton. Le second lit fluidisé 11 est paramétré de façon à ce que tout comme le CO₂ a remplacé l'éthanol dans le premier lit fluidisé 9, l'azote remplace le CO₂ dans le second lit fluidisé 11.

L'azote peut être produit avec de l'air dans une unité de production d'azote
25 faisant partie du procédé selon l'invention ; ou il peut être produit hors de l'installation. Il est décrit comme incompressible dans le cadre de la présente invention du fait qu'il est beaucoup moins compressible que le CO₂.

Un décanteur 12 peut être utilisé en sortie du premier lit fluidisé 9, afin de séparer le CO₂ supercritique, à renvoyer dans le premier lit fluidisé 9, des
30 granulés chargés en CO₂, à renvoyer dans le second lit fluidisé 11. Dans un mode préféré de réalisation de l'invention, ce même décanteur 12 est également utilisé pour séparer le CO₂ supercritique et l'azote supercritique en sortie du second lit fluidisé 11, à renvoyer respectivement dans le premier lit fluidisé 9 et

dans le second lit fluidisé 11. Dans les conditions de CO_2 supercritique, la densité de ces deux gaz est très différente et la décantation immédiate.

5 En sortie du second lit fluidisé 11, l'aérogel doit être dépressurisé. L'azote étant beaucoup moins compressible que le CO_2 , la dépressurisation n'endommage pas l'aérogel et peut se faire plus rapidement que si du CO_2 était encore présent dans les granulés. La phase de dépressurisation ne prend ainsi que quelques minutes, alors qu'une dépressurisation de l'aérogel comprenant encore du CO_2 prend plusieurs heures, puisque la vitesse de dépressurisation doit être inférieure à 0,3 bar par minute. La dépressurisation est faite dans un dispositif de
10 décompression 13. La dépressurisation peut être directe ou se faire en cascade dans des réacteurs de dépressurisation 13.

A chaque palier, l'azote peut être récupéré et envoyé dans le second lit fluidisé 11. En sortie du premier palier, le CO_2 résiduel peut être renvoyé dans le décanteur 12.

15 Revenu dans les conditions atmosphériques, on sépare l'azote par des moyens connus, et on récupère l'aérogel 1. On peut séparer les poussières 14 ou granulés trop fins 15 et les utiliser pour certaines applications particulières. Il reste alors l'aérogel 1 en granulé dont la granulométrie correspond à celle qui est souhaitée.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un aérogel (1) en granulés à partir d'un précurseur (2), comportant les étapes suivantes :
 - 5 - mélange du précurseur (2) avec un solvant de synthèse (3) et un agent d'hydrolyse tel que l'eau, et le cas échéant un catalyseur (4), pour obtenir un gel,
 - granulation du produit obtenu, en particulier par découpe d'un jet dudit gel, pour obtenir des granulés,
 - 10 - maintien des granulés en contact avec le solvant de synthèse (3) et l'agent d'hydrolyse,
 - lavage des granulés par ajout d'un solvant de lavage pour en extraire notamment l'agent d'hydrolyse et le cas échéant le catalyseur (4),
 - 15 - séchage des granulés pour en extraire les solvants de synthèse (3) et/ou de lavage par envoi en excès de CO₂ supercritique,caractérisé en ce que les étapes de granulation, maintien, lavage et séchage sont opérées à une pression supérieure au point critique du CO₂, et ces conditions sont maintenues entre ces étapes.
2. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel l'étape de mélange
20 est également opérée à une pression supérieure au point critique du CO₂.
3. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel, lors de l'étape de séchage, les granulés chargés de solvant sont soumis à un jet de CO₂ supercritique de sorte à les mettre dans des conditions de lit fluidisé, dans des conditions de température et de pression telles que le CO₂ est
25 supercritique, et que les particules chargées de solvant sont plus lourdes que les particules chargées de CO₂.
4. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel le solvant de synthèse (3) et/ou de lavage est un solvant organique et l'étape de séchage est réalisée sous une pression comprise entre 100 et 200 bars et une
30 température comprise entre 35 et 50°C.
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant, après l'étape de séchage, une étape de remplacement du CO₂ supercritique par un

gaz inerte, de préférence l'azote, puis une étape de décompression, de préférence par paliers.

- 5 6. Procédé selon la revendication précédente, dans lequel, lors de l'étape de remplacement du CO₂ supercritique par un gaz inerte, les granulés chargés de CO₂ supercritique sont soumis à un jet dudit gaz inerte, de sorte à les mettre dans des conditions de lit fluidisé, dans des conditions de température et de pression telles que le CO₂ est supercritique, et que les particules chargées de CO₂ supercritique sont plus lourdes que les particules chargées du gaz inerte.
- 10 7. Installation pour la fabrication d'un aérogel (1) en granulés à partir d'un précurseur (2), comportant :
- un réacteur de mélange (5),
 - un dispositif de granulation (6), apte à former des granulés à partir d'un jet de liquide gélifié venant du réacteur de mélange (5), le cas échéant
 - 15 situé à l'intérieur du réacteur de vieillissement (7),
 - un réacteur de vieillissement (7),
 - un réacteur de lavage (8),
 - un dispositif de séchage,
 - un dispositif de décompression (13),
- 20 caractérisée en ce que le réacteur de vieillissement (7), le réacteur de lavage (8) et le dispositif de séchage, ainsi que les moyens de transfert de produits entre ces réacteurs, sont configurés pour fonctionner et permettre le maintien desdits produits d'un réacteur à l'autre à une pression supérieure au point critique du CO₂.
- 25 8. Installation selon la revendication précédente, dans laquelle le réacteur de mélange (5) est également configuré pour fonctionner et permettre le maintien desdits produits d'un réacteur à l'autre à une pression supérieure au point critique du CO₂.
9. Installation selon la revendication précédente, comportant en outre :
- 30 - une première tour à lit fluidisé (9) configurée pour permettre le remplacement du solvant contenu dans les granulés par du CO₂ supercritique.
10. Installation selon la revendication précédente, comportant en outre :

- une seconde tour à lit fluidisé (11) configurée pour permettre le remplacement du CO₂ supercritique contenu dans les granulés par un gaz inerte pressurisé, de préférence de l'azote.

1/1

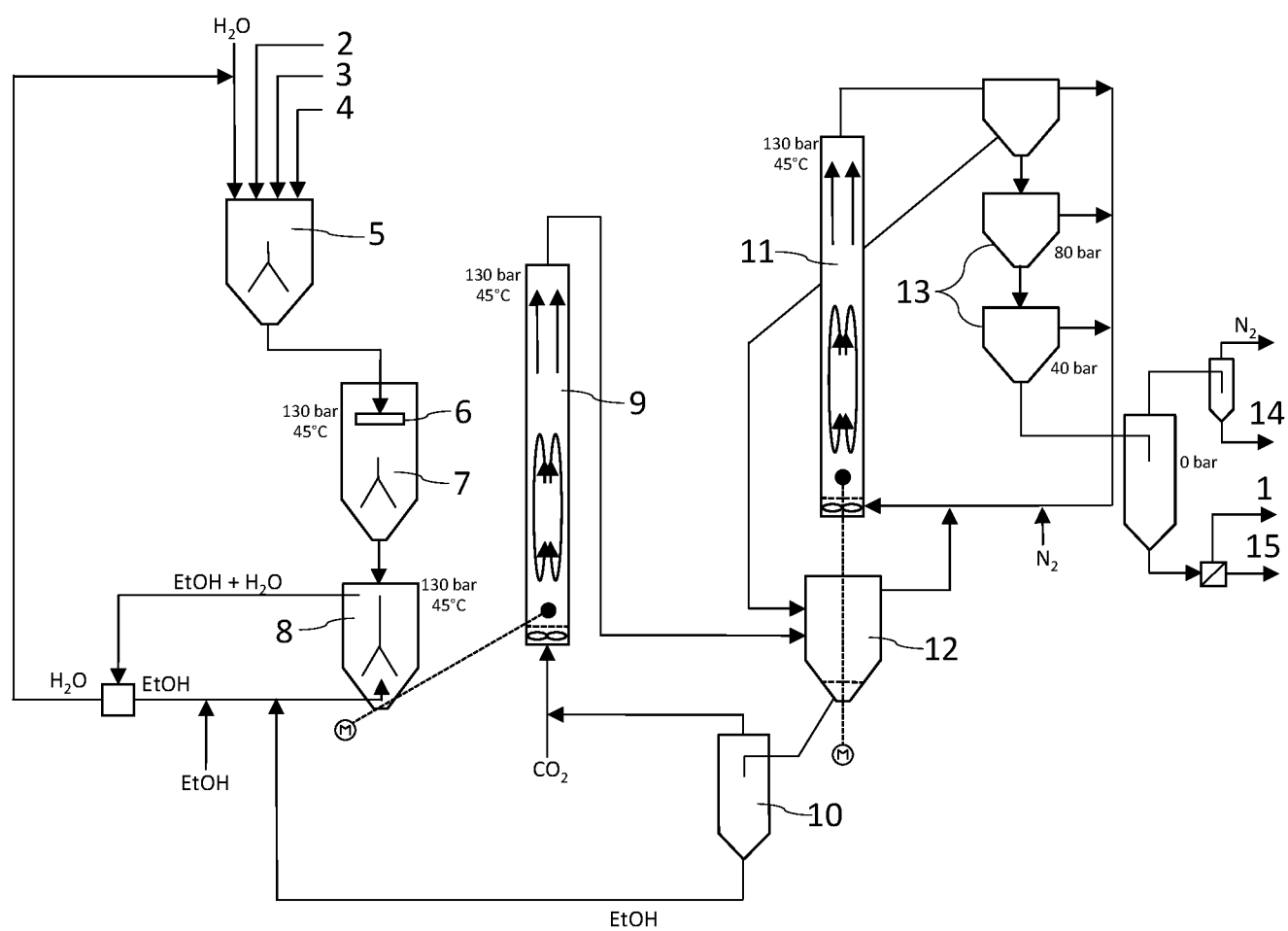


Fig. 1



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 827852
FR 1670366

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	WO 2006/016981 A2 (FERRO CORP [US]; CHATTOPADHYAY PRATIBHASH [US]; SHEKUNOV BORIS Y [US];) 16 février 2006 (2006-02-16) * alinéa [0019] - alinéa [0022]; revendication 1; figure 1; exemple 1 *	1-10	B01J13/00 B01J3/00 C01B33/158
A	US 2 463 467 A (MARISIC MILTON M) 1 mars 1949 (1949-03-01) * revendication 1; figure 1; exemples 1-6 *	1-10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			B01J
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
4 avril 2017		Gilliquet, J	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1670366 FA 827852**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **04-04-2017**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2006016981 A2	16-02-2006	US 2007267768 A1 WO 2006016981 A2	22-11-2007 16-02-2006

US 2463467 A	01-03-1949	AUCUN	
