



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 307 049**

(51) Int. Cl.:
C04B 30/02 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **04767513 .7**

(86) Fecha de presentación : **29.06.2004**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1641726**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **05.04.2006**

(54) Título: **Materiales de aislamiento térmico y/o acústico a base de sílice y procedimiento para su obtención.**

(30) Prioridad: **30.06.2003 FR 03 07903**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.11.2008

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.11.2008

(73) Titular/es: **RHODIA CHIMIE**
26, quai Alphonse Le Gallo
92512 Boulogne-Billancourt, FR

(72) Inventor/es: **Hernandez, Julien y**
Enjalbert, Catherine

(74) Agente: **Ponti Sales, Adelaida**

ES 2 307 049 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Materiales de aislamiento térmico y/o acústico a base de sílice y procedimiento para su obtención.

5 La presente invención se refiere a materiales porosos a base de sílice seca, generalmente en forma de paneles, que están especialmente adaptados como materiales de aislamiento térmico y/o acústico. La invención también se refiere a un procedimiento de obtención de estos materiales de aislamiento.

10 Se conocen actualmente muchos tipos de materiales destinados a asegurar un aislamiento térmico y/o acústico. Estos materiales, que se presentan generalmente en forma de paneles de forma rectangular o cuadrada, se emplean especialmente en el sector de la construcción de edificios y de viviendas habitables, donde se emplean en especial para asegurar el aislamiento térmico y/o la insonorización de los muros y los techos.

15 Generalmente, estos paneles de efecto termo-aislante y/o insonorizante son materiales a base de un aglomerado poroso de partículas finamente divididas, que esencialmente contienen partículas que tienen una conductividad térmica reducida, tales como, por ejemplo, partículas de negro de carbón, de sulfato de calcio, de carbonato de calcio, de sílice generada por pirolisis y/o de sílice de precipitación en forma de polvo.

20 En especial, con el fin de asegurar una retención mecánica suficiente de estos paneles aislantes, que permiten en especial prever su manipulación en la práctica, se incorporan clásicamente en su estructura unas cargas de refuerzo, como por ejemplo materiales fibrosos.

25 Otra utilización más específica de los paneles termo-aislantes es el aislamiento térmico de recintos llevados a alta temperatura, tales como los recintos térmicos industriales (hornos o estufas, por ejemplo) o bien recintos térmicos de tipo doméstico (como los hornos de pirólisis, en especial). Otra aplicación de los paneles de aislamiento térmico, en este marco, es la fabricación de puertas o paredes cortafuegos, destinadas en particular a limitar la propagación de focos de incendio o a contener incendios.

30 En estas aplicaciones particulares, el material se ve sometido, en general, a temperaturas muy variables, como por ejemplo a ciclos de subida y bajada de temperatura en el seno de un horno o de una estufa. Estas variaciones térmicas tienen tendencia a inducir en el seno del material fenómenos de dilatación y de contracción, que pueden ser inaceptables en ciertas aplicaciones, y que además se traducen generalmente en tensiones mecánicas considerables que pueden fragilizar la estructura del material a más o menos largo plazo. En general, la incorporación de cargas de refuerzo permite limitar estos fenómenos, pero no siempre resulta suficiente para inhibirlos y asegurar una retención mecánica satisfactoria del material.

35 Además, en el marco del aislamiento térmico de recintos llevados a alta temperatura, se requieren en general unas propiedades de aislamiento térmico muy específicas. Para obtener unos paneles aislantes con cualidades de aislamiento térmico adaptadas a este tipo de utilización, se recomienda en general introducir en el seno de su estructura unos agentes llamados "opacificantes", como por ejemplo partículas de dióxido de titanio. Estos agentes opacificantes reflejan, absorben y/o dispersan al menos una parte de la radiación infrarroja, y consolidan así el efecto de barrera térmica del material. Sin embargo, solamente con la presencia de estos agentes opacificantes no se consigue siempre obtener unas cualidades de aislamiento térmico óptimas.

40 Un procedimiento clásico de preparación de los paneles de aislamiento térmico y/o fónico mencionados consiste en realizar un compactado en seco de sus constituyentes, a saber un sometimiento a presión de las partículas de conductividad térmica reducida, generalmente en asociación con cargas de refuerzo, y eventualmente de agentes opacificantes. En general, este procedimiento se lleva a cabo introduciendo estos constituyentes en forma de una mezcla de partículas finamente divididas y/o de polvos en una envoltura porosa, por ejemplo un saco o un cojín de lana de vidrio, y aplicando una presión elevada (típicamente del orden de 10 bar o más a dicha envoltura, para unir entre ellas las partículas con el fin de obtener un material comprimido que tiene una cierta retención mecánica.

45 En general, los paneles obtenidos según este procedimiento de compactado en seco presentan unas propiedades físicas y/o mecánicas insuficientes. De esta manera, las propiedades de aislamiento térmico y acústico de los materiales realizados resultan a menudo mediocres, en especial cuando las partículas de conductividad térmica reducida que son parte de su constitución son partículas de negro de carbón, de sulfato de calcio o de carbonato de calcio. Pueden obtenerse propiedades de aislamiento más aceptables empleando partículas de sílice, pero sin embargo, con estas partículas, se obtienen materiales con propiedades mecánicas insuficientes, que resultan especialmente quebradizos y proclives a las grietas.

50 Para resolver este problema, y para obtener materiales que presentan tanto una buena retención mecánica como propiedades de aislamiento térmico y fónico interesantes, se han desarrollado procedimientos que consisten en aplicar, en lugar de una compresión de los constituyentes en seco, un secado de una pasta acuosa que contiene partículas de sílice y eventuales aditivos. En particular, la patente EP 0 594 469 describe un procedimiento de preparación de paneles aislantes a base de sílice seca, que consiste en realizar el secado de una composición acuosa, obtenida por mezclado de una torta de sílice de precipitación por capas, a la que se le añade al menos una carga de refuerzo, y eventualmente un agente opacificante. Los materiales obtenidos según el procedimiento de EP 0 594 469 presentan una retención mecánica satisfactoria, asociada a unas propiedades de aislamiento térmico y fónico al menos similares a las de los

materiales obtenidos por compactado en seco, y generalmente superiores. Al respecto, parece que se pueda anticipar que la aplicación del secado a una pasta acuosa en lugar de a un compactado en seco permite en especial aumentar el volumen poroso del material finalmente obtenido. Además, el procedimiento de EP 0 594 469 resulta económicamente más interesante que el compactado en seco, en especial en la medida en que permite deshacerse de fases pesadas y costosas de mezclas de polvos y de compactado a presión elevada.

En los procesos de preparación de paneles aislantes a base de sílice seca del tipo como los descritos en EP 0 594 469, la composición acuosa que se somete al secado es en general una pasta cuya concentración de materia seca es de al menos 10%, que se fluidifica antes de ser introducida en un molde, y que luego se seca.

Sin embargo, los inventores acaban de descubrir que es posible mejorar aún más las propiedades de los materiales de aislamiento obtenidos por secado de composiciones acuosas a base de partículas de sílice de precipitación, realizando el secado de una composición acuosa previamente compactada, tal como una torta obtenida por filtración de una dispersión de sílice de precipitación en filtro a presión.

En este marco, los trabajos realizados por los inventores han permitido más específicamente establecer que resulta más ventajoso llevar a cabo una etapa de secado de una torta obtenida filtrando en un filtro a presión una dispersión acuosa de partículas de sílice de precipitación, antes que de una torta como esta sometida a una etapa ulterior de deposición por capas como en la aplicación del procedimiento de EP 0 594 469.

En otros términos, sorprendentemente, los inventores han descubierto que es posible perfeccionar el procedimiento de EP 0 594 469, en especial prescindiendo de una de las etapas de este procedimiento, lo que permite por lo tanto realizar materiales más interesantes mediante un procedimiento menos costoso. Además, realizando directamente el secado de una torta de sílice compactada resultado de un filtro de presión, ya no es necesaria la aplicación de un molde para la etapa de secado, puesto que la torta compactada ya toma forma en el filtro de presión, lo cual limita aún más los costes de producción del material.

Sin pretender asociarlo a ninguna teoría en particular, parece que puede anticiparse que el secado de una composición acuosa compactada, en lugar de una composición obtenida por deposición por capas tal como la utilizada en EP 0 594 469, permite, en especial, reducir el tamaño de los poros del material, en general sin reducir por ello el volumen poroso total, lo que induce, en particular, un aumento de las propiedades de aislamiento térmico y fónico.

Los materiales obtenidos por los inventores han resultado además estar especialmente adaptados a una aplicación en vacío, donde presentan en especial una buena retención mecánica y unas propiedades de aislamiento térmico interesantes.

Sobre la base de los diferentes elementos mencionados, la presente invención se propone suministrar un procedimiento de preparación de materiales de aislamiento de tipo paneles de sílice seca que tiene unas propiedades de retención mecánicas y de aislamiento térmico y/o fónico al menos similares, y preferentemente superiores, a las de los paneles de sílice actualmente conocidos, y ello con un coste de producción reducido con respecto a los procedimientos del estado de la técnica.

La invención también se fija como objetivo proporcionar nuevos materiales a base de sílice seca adaptados al aislamiento térmico y/o fónico, y preferentemente adaptados a un aislamiento térmico a alta temperatura. En este marco, la invención se propone en particular suministrar tales materiales en forma de paneles de sílice seca que tienen en especial una retención mecánica suficiente para permitir su manipulación. La invención también se propone, de manera específica, suministrar tales materiales, que estén adaptados a una aplicación en vacío, en especial para realizar un aislamiento térmico en vacío.

Así, según un primer aspecto, la presente invención tiene como objeto un procedimiento de preparación de un material de aislamiento térmico y/o fónico a base de sílice de precipitación secada, que comprende las etapas que consisten en:

(A) filtrar en un filtro a presión una dispersión acuosa D que contiene partículas de sílice de precipitación, a partir de la cual se obtiene una torta de filtración compactada; y a continuación

(B) secar la torta de filtración en el estado compactado como la que se ha obtenido como resultado de la etapa (A).

Por “material de aislamiento térmico y/o fónico”, se entiende, en el sentido de la presente descripción, un sólido poroso que presenta una retención mecánica suficiente para ser manipulable, y que tiene unas propiedades de absorción, de reflexión, y/o de dispersión de la radiación térmica y/o de las ondas acústicas.

Ventajosamente, el material de aislamiento térmico y/o fónico preparado según la invención tiene la forma de un panel de partículas, preferentemente de forma rectangular o cuadrada. En el procedimiento de la invención, el secado de la etapa (B) consiste en eliminar sustancialmente el agua contenida en la torta compactada resultado de la etapa (A), eventualmente después de un desmoldado de la torta compactada obtenida con el filtro de presión. En la medida en que esta torta se seca en el estado compactado, la etapa (B) conduce en general esencialmente a la obtención de un

monobloque sólido, cuya forma está condicionada por el filtro de presión utilizado en la etapa (A), que hace de molde para la torta compactada realizada.

Consecuentemente, cuando se desea obtener un panel de aislamiento de forma determinada, es generalmente ventajoso realizar la etapa (A) en el seno de un filtro de presión que tiene esta forma, por ejemplo en un filtro de presión que tiene una forma rectangular o cuadrada.

Como alternativa, la torta compactada obtenida en la etapa (A) puede, en algunos casos, ser desmoldada del filtro a presión, y recortada según la forma deseada, previamente al secado de la etapa (B). En este caso, conviene sin embargo modificar lo menos posible el estado de compactado de la torta realizada en la etapa (A). Para ello, el recortado debe en particular ser realizado con las mínimas vibraciones posibles.

Cualquiera que sea la forma del material de aislamiento preparado, una de las etapas esenciales del procedimiento de la invención es la etapa (A), que se propone suministrar una torta de filtración compactada. Los trabajos realizados por los inventores parecen indicar que, cuanto mayor es el compactado de la torta realizado en la etapa (A), más se observa una reducción del tamaño de los poros presentes en el material obtenido tras el secado de la etapa (B), lo cual mejora las cualidades de aislamiento. Sin embargo, un compactado excesivo conduce, en cambio, a un volumen poroso reducido del material, lo cual es perjudicial para las propiedades de aislamiento. Por lo tanto, en general conviene realizar el compactado de la torta de la etapa (A) bajo una presión moderada. Así, preferentemente, la filtración en un filtro a presión de la etapa (A) comprende un compactado bajo una presión comprendida entre 2 y 10 bar (es decir entre 2.105 Pa y 10.105 Pa). Ventajosamente, la presión aplicada es superior o igual a 3 bar, y más preferentemente superior o igual a 4 bar. Además, en especial para limitar al máximo la disminución del volumen poroso del material finalmente obtenido, resulta a menudo ventajoso que esta presión sea inferior o igual a 8 bar, preferentemente inferior o igual a 7 bar, y más preferentemente inferior a 6 bar. De manera especialmente ventajosa, la presión bajo la cual se realiza el compactado de la etapa (a) está así comprendida entre 2 y 7 bar, y está preferentemente comprendida entre 4,5 y 5,5 bar (típicamente del orden de 5 bar).

En general, la torta de filtración compactada obtenida tras la etapa (A) tiene una concentración de materia seca de al menos 10% en masa, y preferentemente del 15% en masa, siendo esta concentración en general inferior a 35% en masa. Generalmente, se prefiere que esta concentración de materia seca esté comprendida entre 20 y 30% (típicamente del orden de 25%). Para ello, la filtración bajo presión de la etapa (A) se lleva a cabo generalmente durante al menos igual 10 minutos, típicamente comprendida entre 10 y 40 minutos, y preferentemente durante al menos 20 minutos, en especial para permitir el establecimiento de una porosidad óptima en el seno del material.

Según un modo ventajoso, la filtración bajo presión de la etapa (A) comprende dos etapas sucesivas, a saber:

(A1) una filtración bajo presión moderada (por ejemplo entre 0,5 bar y 2 bar, y típicamente a una presión del orden de 1 bar), en general realizada entre 5 a 10 minutos ; y a continuación

(A2) un compactado de la torta de filtración obtenida a una presión más elevada que la de la etapa (A1) (generalmente entre 2 y 10 bar, preferentemente entre 3 y 8 bar, y ventajosamente a una presión del orden de 5 bar, en especial entre 4 y 6 bar), en general durante al menos 2 minutos (ver ejemplo 1), y generalmente durante 5 a 30 minutos, y ventajosamente durante al menos 15 minutos).

Por regla general, la aplicación de las etapas (A1) y (A2) mencionadas permite en particular reducir el riesgo de formación de fisuras durante la etapa de secado ulterior (B).

Cualquiera que sea el modo de realización exacto de la etapa (A), esta etapa se aplica en general a temperatura ambiente (típicamente a una temperatura comprendida entre 10 y 30°C). Sin embargo, según ciertos modos de realización, se pueden prever temperaturas más elevadas (en especial temperaturas de entre 30 y 80°C), por ejemplo para permitir aumentar la velocidad de la filtración.

La dispersión acuosa D a base de sílice de precipitación sometida a la filtración en un filtro a presión de la etapa (A) puede, en general, ser cualquier dispersión a base de partículas de sílice de precipitación. El término “sílice de precipitación”, se refiere, en el sentido de la presente descripción, a cualquier sílice obtenida por reacción de un silicato con un ácido, mediante cualquier modo de preparación, en especial por adición de un ácido a un pie de cuba de silicato, o bien por adición simultánea, total o parcial, de ácido y de silicato a un pie de cuba de agua, o de silicato. La suspensión D es en general una pasta de sílice como la que se obtiene de este tipo de reacciones, a la cual se puede eventualmente añadir diferentes aditivos.

Preferentemente, la sílice de precipitación presente en la dispersión acuosa D es una sílice de precipitación que, una vez secada, tiene una superficie específica BET comprendida entre 80 y 400 m²/g, y preferentemente entre 100 y 350 m²/g, y una superficie específica CTAB comprendida entre 80 y 350 m²/g, y preferentemente entre 100 y 250 m²/g.

Entre las sílices de precipitación especialmente adaptadas a la aplicación del procedimiento de la invención, se pueden en especial citar las sílices de precipitación obtenidas según los procesos descritos por ejemplo en EP 0 520 862, WO 95/09127, WO 95/09128, o WO 03/016215.

La concentración inicial de materia seca de la suspensión D sometida a la filtración bajo presión de la etapa (A) puede variar bastante. Sin embargo, es preferible que esta concentración de materia seca inicial antes de filtración esté comprendida entre 5 y 30% , y preferentemente entre 15 y 25% en masa. Preferentemente, en la dispersión acuosa D, la sílice de precipitación es el compuesto sólido mayoritario. Así, se prefiere que, en la dispersión D, la sílice de precipitación esté presente a razón de al menos 50% en masa, preferentemente a razón de al menos 75% en masa, y ventajosamente de al menos 80% en masa, con respecto a la masa total de la materia seca de la dispersión.

Generalmente, la dispersión acuosa D aplicada en la etapa (A) contiene, además de la sílice de precipitación, una carga de refuerzo. Esta carga está en general destinada a reforzar la retención mecánica del panel de aislamiento obtenido como resultado del procedimiento. En su defecto, esta carga de refuerzo contiene preferentemente unas fibras de refuerzo seleccionadas del grupo constituido por las fibras de silicato de aluminio, las fibras de alumina, las fibras de lana mineral, las fibras de vidrio, las fibras de cuarzo, las fibras cerámicas, las fibras de polímeros y las fibras de celulosa, siendo dichas fibras de refuerzo preferentemente fibras de vidrio o fibras de polímero tales como unas fibras de poliamida.

Cualquiera que sea la naturaleza de la carga de refuerzo aplicada, se prefiere, cuando hay una tal carga, que, en la dispersión acuosa D de la etapa (A), la relación másica (sílice/ carga de refuerzo) esté comprendida entre 75:25 y 99:1, y preferentemente entre 85:15 y 98:2.

En particular, cuando se desea preparar materiales adaptados al aislamiento térmico a alta temperatura, la dispersión acuosa D aplicada en la etapa (A) puede contener, además de sílice de precipitación y de una eventual carga de refuerzo, un agente opacificante, a saber un compuesto capaz de reflejar, absorber y/o dispersar al menos una parte de la radiación infrarroja. En su defecto, este agente opacificante que hace de barrera anti-infrarroja se selecciona ventajosamente del grupo que consiste en óxido de cromo, óxido de circonio, óxido de hierro, dióxido de titanio, dióxido de manganeso, ilmenita, polvo de cuarzo, carburo de silicio, carburo de boro, carburo de tantalio, el negro de carbón, y el grafito, en general en forma de partículas. Las partículas de dióxido de titanio y de minerales que contienen dióxido de titanio, especialmente las partículas de ilmenita, constituyen agentes opacificantes especialmente adaptados en el marco de la presente invención.

Cuando un agente opacificante está presente en la dispersión D aplicada en la etapa (A), se prefiere en general que la relación másica (sílice/ agente opacificante) en el seno de la dispersión acuosa D esté comprendida entre 50:50 y 99:1, y preferentemente entre 70:30 y 90:10.

Cualquiera que sea la composición exacta de la dispersión D, la etapa (A) consiste en realizar una filtración bajo presión de esta dispersión, para obtener una torta compactada cuya fase sólida tiene sensiblemente la misma composición que la fase sólida de la suspensión D.

En particular, cuando la suspensión D contiene compuestos disueltos (como por ejemplo ácidos o sales resultado de la reacción de precipitación de la sílice, por ejemplo), puede resultar interesante que la etapa (A) comprenda uno o varios lavados (con agua y/o disolventes). Sin embargo, en su defecto, el o los lavados realizados deben ser realizados teniendo cuidado con no obtener una torta desagregada tras la etapa (A). Efectivamente, de manera característica, la etapa (B) del procedimiento de la invención debe llevarse a cabo en una torta de filtración en el estado compactado. Por ello, cuando se llevan a cabo las etapas de lavado, es en general preferible que se hagan en el filtro de presión, y ventajosamente bajo presión, para obtener efectivamente, previamente al secado, una torta compactada.

La etapa de secado (B) del procedimiento de la presente invención consiste, en general, en eliminar sustancialmente el agua presente en la torta compactada obtenida tras la etapa (A), en general para obtener una concentración de agua en el material inferior o igual a 15%, y típicamente comprendida entre 1 y 10% en masa. Este secado se realiza en general de manera lenta, en especial para optimizar la cohesión de las diferentes partículas y para evitar la formación de fisuras o de grietas, que podrían afectar a las propiedades aislantes del material, e incluso a su retención mecánica.

El secado de la etapa (B) puede ser realizado dejando la torta compactada obtenida de la etapa (A) en el filtro de presión empleado para la filtración. Sin embargo, la torta compactada obtenida tras la etapa (A) presenta en general un compactado suficiente para que se pueda desmoldar del filtro de presión sin afectar de manera sensible a su carácter compactado.

Cuando se desea realizar un desmoldado de la torta compactada de la etapa (A) previamente al secado de la etapa (B), es en general ventajoso recubrir la superficie interna del filtro de presión con un agente de desmoldado, como por ejemplo, un aceite orgánico o un aceite de silicona, previamente a la filtración bajo presión de la etapa (A). La presencia de un tal agente de desmoldado permite desmoldar aún más fácilmente la torta compactada, y por lo tanto perturbar aún menos su estado de compactación previamente al secado.

Según un primer modo de realización, la etapa (B) del procedimiento de la invención se lleva a cabo dejando secar la torta de filtración compactada obtenida tras la etapa (A) a temperatura ambiente, a saber a una temperatura comprendida entre 10 y 30°C, preferentemente entre 15 y 25°C. En función de la concentración inicial de agua de la torta compactada y de su composición, la duración de la evaporación puede variar bastante según este primer modo de realización. Sin embargo, generalmente se obtiene un secado tras una duración del orden de 10 a 20 días, e incluso una duración inferior.

Según otro modo de realización, la etapa (B) se lleva a cabo sometiendo la torta de filtración compactada tal como se ha obtenido tras la etapa (A) a un aumento progresivo de la temperatura, generalmente de la temperatura ambiente (típicamente 20°C), hasta una temperatura al menos igual a 100°C, incluso hasta una temperatura de al menos 200°C, con una velocidad de aumento de la temperatura lo más lenta posible; preferentemente inferior a 2°C por minuto, y típicamente inferior o igual a 0,5°C por minuto. Preferentemente, cuando se lleva a cabo un aumento progresivo de la temperatura, el mantenimiento de uno, dos o varios “plató” de temperatura intermedias resulta ventajoso. Generalmente, la etapa (B) puede llevarse a cabo en las condiciones de secado descritas en la patente EP 0 594 469. Además, es a menudo ventajoso, en especial para limitar el riesgo de formación de fisuras, que la etapa (B) se realice controlando la humedad ambiente durante el secado.

Según otro aspecto, la presente invención también tiene por objeto los materiales porosos de aislamiento térmico y/o fónico a base de sílice de precipitación secada que pueden ser obtenidos según el procedimiento descrito previamente. Estos materiales se presentan generalmente bajo la forma de paneles, generalmente de forma rectangular o cuadrada.

Estos materiales se distinguen en especial de los materiales de aislamiento térmico y/o fónico actualmente conocidos por una porosidad particular, que les confiere unas propiedades aislantes especialmente pronunciadas, y en particular unas propiedades de aislamiento térmico considerables.

Por regla general, los materiales según la presente invención tienen una estructura porosa que presenta una un tamaño de poros reducido. El “tamaño de los poros” al cual se hace referencia aquí es el tamaño de los poros tal como se determina según el método de porosimetría al mercurio, por ejemplo mediante un porosímetro del tipo Micromeritics Autopore III 9420. En el método de porosimetría al mercurio, la preparación de las muestras porosas probadas se hace tal como se indica a continuación: la muestra se seca durante dos horas en recinto a 200°C, luego se coloca en un recipiente de ensayos los 5 minutos siguientes a su salida del recinto, y luego es desgasada en vacío, por ejemplo mediante una bomba de palas rotativas; los diámetros de los poros se calculan con la relación de Washburn con un ángulo de contacto theta de 140° y una tensión superficial gama igual a 484 N/m (o Dinas/cm).

Unas medidas de porosidad con mercurio según el método mencionado permiten poner de manifiesto que, en un material de aislamiento según la invención, una proporción considerable de los poros presentes son poros de tamaño inferior a 1000 nm.

Así, por regla general, se constata, mediante medidas de porosimetría con mercurio, que, en un material según la invención, el volumen poroso de los poros de tamaño inferior a 1000 nm representa al menos 40%, y generalmente al menos 50% del volumen poroso total del material. En la mayor parte de los casos, en los materiales obtenidos según el procedimiento de la presente invención, el volumen poroso de los poros de tamaño inferior a 1000 nm representa al menos 60%, incluso al menos 70% del volumen poroso total.

Además, se constata generalmente que entre los poros de tamaño inferior a 1000 nm presentes en un material según la invención, los poros de tamaño inferior a 100 nm son mayoritarios. Así, por porosimetría con mercurio, se observa que el volumen poroso de los poros de tamaño inferior a 100 nm representa al menos 50%, en general al menos 60%, y ventajosamente al menos 70% del volumen poroso de los poros de tamaño inferior a 1000 nm. Por regla general, esta proporción de poros de dimensión inferior a 100 nm es tanto más elevada cuanto mayor es la presión bajo la cual se lleva a cabo la filtración de la etapa (A).

Además de los tamaños de poro relativamente reducidos mencionados, un material según la presente tiene en general un volumen poroso total relativamente importante. Por “volumen poroso”, se entiende aquí el volumen de la porosidad accesible del material, como la determinada por el método de porosimetría con mercurio mencionada. Este volumen poroso total está generalmente comprendido entre 1 y 5 cm³/g (entre 1 y 5 mUg), y generalmente entre 1,2 y 4 cm³/g, siendo este volumen poroso total preferentemente superior a 1,5 cm³/g, y ventajosamente al menos igual a 2 cm³/g, incluso al menos igual a 2,5 cm³/g. En general, el volumen poroso de los poros de tamaño inferior a 100 nm es por su lado al menos igual a 1 cm³/g, generalmente al menos igual a 1,1 cm³/g, y preferentemente al menos igual a 1 cm³/g. En general, se obtienen materiales con volúmenes porosos considerables cuando la presión bajo la cual se lleva a cabo la filtración de la etapa (A) es relativamente reducida, típicamente cuando esta presión es del orden de 5 bar o menos (por ejemplo entre 2 y 5,5 bar). Para obtener materiales de volumen poroso considerable, conviene sin embargo, generalmente, realizar la etapa (A) a una presión considerable, ventajosamente al menos igual a 3 bar, y preferentemente a 4 bar, en especial para obtener una retención mecánica del material lo más elevada posible.

En la medida en que es obtenido por secado de la torta de filtración obtenida por filtración de la dispersión D aplicada en la etapa (A), un material de aislamiento según la invención tiene en general una composición extremadamente similar, y generalmente idéntica, a la de la fase sólida de la dispersión acuosa D. Así, en general, un material según la invención está mayoritariamente constituido de sílice de precipitación seca, es decir a razón de al menos 50% en masa, preferentemente a razón de al menos 75% en masa, y ventajosamente de al menos 80% en masa, con respecto a la masa total del material.

Según la naturaleza de la dispersión D aplicada en su procedimiento de obtención, un material según la invención puede también comprender otros elementos aparte de sílice seca, y en particular aditivos tales como una carga de refuerzo y/o un agente opacificante.

ES 2 307 049 T3

Según un modo de realización ventajoso, un material según la invención es un material obtenido a partir de una dispersión D que comprende, además de sílice de precipitación, una carga de refuerzo. En general, un tal material comprende:

- 5 - de 75 a 99% en masa, y preferentemente de 85 a 98% en masa, de sílice seca ; y
- de 1 a 25% en masa y preferentemente de 1,5 a 10% en masa de carga de refuerzo.

10 Un material según este modo de realización está especialmente adaptado como material de aislamiento térmico y fónico de los muros o techos de edificios o de viviendas. Sus capacidades de aislamiento térmico lo hacen también adaptado como material cortafuegos.

15 Según otro modo de realización, un material según la invención es un material obtenido a partir de una dispersión D que comprende, además de sílice de precipitación, un agente opacificante, y eventualmente una carga de refuerzo.

En general, un tal material comprende:

- de 50 a 90% en masa, y preferentemente de 65 a 75% en masa, de sílice seca;
- 20 - de 9 a 50%, y preferentemente de 20 a 30% en masa de un agente opacificante; y
- de 0 a 15% en masa, preferentemente al menos 0,5% en masa, y ventajosamente entre 1 y 10% en masa de carga de refuerzo.

25 Un material según este modo de realización específico está especialmente destinado a realizar un aislamiento térmico a alta temperatura, en particular para el aislamiento de recintos llevados a altas temperaturas, o a materiales constitutivos de barreras cortafuegos. Estos materiales están también adaptados para sus utilizaciones de aislamiento térmico y fónico más usuales tales como el aislamiento de los muros y techos.

30 De manera más general, los materiales obtenidos según el procedimiento de la invención resultan útiles como materiales de aislamiento térmico y/o fónico, y en particular para el aislamiento térmico a baja presión.

35 Esta utilización general de los materiales según la invención así como los diferentes usos particulares de los materiales específicos mencionados constituyen otro objeto de la presente invención.

Diferentes características y ventajas de la invención aparecerán de manera aún más clara con los ejemplos ilustrativos ofrecidos a continuación.

Ejemplo 1

Fabricación de un panel de sílice aislante

45 En un reactor de acero inoxidable de 25 L, se han introducido 6,7 L de una solución acuosa de silicato de sodio que tiene un ratio másico $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ (Rp) igual a 3,48, y una concentración en SiO_2 igual a 5 g/L. A continuación la solución se ha agitado, y se ha llevado a 80°C. Manteniendo la temperatura a 80°C, se ha añadido una solución acuosa de ácido sulfúrico de concentración igual a 80 g/L hasta alcanzar el pH del medio un valor de 4.

Siguiendo con el medio a 80°C, se han introducido en el reactor, simultáneamente:

- 50 - una solución (S1) acuosa de silicato de sodio con una concentración 230 g/L y un RP igual a 3,48, con un caudal de 50 g/minuto; y
- una solución (S2) acuosa de ácido sulfúrico de concentración 80 g/L, con un caudal ajustado para mantener el pH del medio reactivo a un valor de 4 en toda la duración de la adición simultánea del silicato de sodio
- 55 y del ácido sulfúrico.

La adición simultánea de las soluciones (S1) y (S2) en las condiciones mencionadas se ha hecho durante 80 minutos.

60 Al finalizar los 80 minutos de adición simultánea, se ha parado la introducción de la solución (S)2 y se ha mantenido la introducción de la solución (S1) hasta que el pH del medio ha alcanzado un valor de 8.

65 Una vez que el pH ha alcanzado el valor de 8, se ha vuelto a realizar una adición conjunta de las soluciones (S1) y (S2), durante 20 minutos, siempre con un caudal de la solución S1 de 50 g/minuto y con un caudal de la solución (S2) ajustado para mantener el pH del medio reactivo constantemente en un valor de 8 durante toda la duración de esta segunda adición simultánea.

ES 2 307 049 T3

Al final de esta segunda adición simultánea de 20 minutos, se ha parado la adición de la solución (S1) y se ha llevado el medio reactivo a un pH de 4 por adición de solución (S2) de ácido sulfúrico. Durante todas estas etapas, el medio se ha mantenido a una temperatura de 80°C.

Como resultado de estas diferentes reacciones, se ha obtenido una pasta reactiva de la cual se han extraído 250 ml.

A estos 250 ml de pasta reactiva, se han añadido, bajo agitación, 2 ml de una solución de FA10 (polioxietileno de masa molar igual a $5 \cdot 10^6$ mol/g) con una concentración de 1% en masa. La mezcla obtenida se ha introducido en un filtro de presión de diámetro interno igual a 7 cm. Se ha aplicado una presión de 1 bar para realizar una primera contracción del agua contenida en la pasta reactiva. De esta manera se ha obtenido una torta que se ha lavado a continuación con dos veces 150 ml de agua desmineralizada con una presión ejercida durante el lavado de 1 bar. Tras estas etapas de lavado (hechas en el filtro a presión), se ha aumentado la presión del filtro de presión hasta 5 bar y se ha mantenido esta presión durante 2 minutos. De esta manera, se ha obtenido una torta de sílice caracterizada por un extracto seco de 22% en masa. Esta torta concentrada se ha desmoldado del filtro de presión y se ha puesto a secar. La torta así formada se ha puesto a secar a temperatura ambiente y se ha desmoldado.

Al cabo de 15 días, se ha obtenido una torta seca que tiene un extracto seco de 95%, constituyendo un panel de sílice que tiene las características siguientes:

- densidad: 0,27,
- volumen poroso total : 3,63 cm³/g, con la distribución porosa siguiente:
 - poros de tamaño superior a 100 mm: 31%
 - poros de tamaño comprendida entre 100 y 1000 mm: 29%
 - poros de tamaño inferior a 100 mm: 40%.

Ejemplo 2

Preparación de un panel de sílice aislante

Se ha realizado una torta de sílice según el procedimiento descrito en el ejemplo 1 de EP 520 862. La torta, tal como se ha obtenido como resultado de la etapa de filtración en un filtro a presión, con un extracto seco de 21%, se ha diluido con agua para obtener una suspensión de sílice (llamada pasta o "slurry") que tiene un extracto seco de 13,5% en masa, y el pH de esta suspensión de sílice se ha llevado a 5 por adición de ácido sulfúrico (solución acuosa a 80 g/L).

A 100 g de la suspensión de sílice como la preparada anteriormente (de extracto seco de 13,5% en masa, y de pH igual a 5), se ha añadido, bajo agitación, una dispersión de 1 g de fibras de poliamida, de longitud media igual a 4 mm y de diámetro medio igual a 200 micras.

A continuación, la mezcla obtenida se ha filtrado en el filtro de presión utilizado en el ejemplo 1 anterior (filtro de presión de diámetro interno igual a 7 cm). Se ha aplicado una presión de compactado de 5 bar, tras lo cual se ha obtenido una concentración compactada que tiene un extracto seco de 27% en masa. La torta formada así obtenida se ha desmoldado y se ha puesto a secar a temperatura ambiente, como en el ejemplo anterior. Al cabo de 10 días, se ha obtenido una torta seca de extracto seco igual a 95%. Se ha obtenido de esta manera un panel de sílice que tiene una buena retención mecánica y una densidad de 0,4 .

El panel de sílice obtenido presenta un volumen poroso total igual a 3,3 ml/g, con un volumen poroso de los poros de dimensiones inferiores a 100 nm igual a 1,2 ml/g.

Ejemplo 3

Medidas de conductividad térmica

Se han realizado medidas de conductividad térmica, mediante un CT-metro, en los dos paneles de sílice de los ejemplos 1 y 2. El principio utilizado es el llamado "de la sonda de choque térmico", que se asemeja al método utilizado según la norma ISO 8814-1.

Más concretamente, se ha medido el coeficiente de conductividad térmica de los paneles de sílice de los ejemplos 1 y 2 a diferentes presiones, de la manera siguiente: se ha colocado una sonda térmica en el seno del material a caracterizar.

Tras haber estabilizado térmicamente el medio a temperatura ambiente (20°C), se ha perturbado el equilibrio térmico del material generando un flujo de calor mediante el elemento calentador de la sonda.

ES 2 307 049 T3

Mediante un sensor de temperatura integrado en la sonda introducida en el material, se ha registrado la evolución de la temperatura del material. Se ha observado una evolución de la temperatura que responde a una ecuación del tipo

$$T(t) = Q/(4\pi\lambda) \times (\ln(t) + A)$$

en la cual:

T es la temperatura en °C registrada por el sensor de temperaturas,

t representa el tiempo en segundos,

Q representa el flujo de calor en W/m,

λ es la conductividad térmica del material en W/m/K,

A es una constante.

Por regresión lineal, se ha deducido la conductividad térmica del material a diferentes presiones.

Las medidas se han realizado sobre cada uno de los materiales a presión creciente, a 5 presiones diferentes, de 0,03 mbar (3 Pa) hasta la presión atmosférica.

Los resultados obtenidos se recogen en las tablas 1 y 2 siguientes.

TABLA 1

Medida de la conductividad térmica para el material del ejemplo 1	
Presión (Pa)	Conductividad térmica (mW/m/K)
3	14,6
100	16,0
1010	1,1
20600	32,3
99600	38,8

TABLA 2

Medida de la conductividad térmica para el material del ejemplo 2	
Presión (Pa)	Conductividad térmica (mW/m/K)
3	12,7
100	22,3
1000	31,5
23200	39,4
99500	45,4

Referencias citadas en la descripción

Esta lista de referencias citadas por el solicitante se muestra únicamente para conveniencia del lector. No forma parte del documento de Patente Europea. Aunque se ha tenido una gran precaución a la hora de recopilar las referencias, no se pueden excluir errores u omisiones y la Oficina Europea de Patentes declina cualquier responsabilidad al respecto.

Documentos de la patente citados en la descripción

- EP 0594469 A [0010] [0010] [0010] [0011] [0013] [0015] [0043]
- EP 0520862 A [0031]
- WO 9509127 A [0031]
- WO 9509128 A [0031]
- WO 03016215 A [0031]
- EP 520862 A [0070].

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de un material de aislamiento térmico y/o fónico a base de sílice de precipitación secada, que comprende las etapas consistentes en:

(A) filtrar en un filtro a presión una dispersión acuosa D que contiene partículas de sílice de precipitación, con lo que se obtiene una torta de filtración compactada ; y

(B) secar la torta de filtración en el estado compactado tal como se ha obtenido tras la etapa (A).

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** por el hecho de que la filtración en un filtro a presión de la etapa (A) comprende un compactado bajo una presión comprendida entre 2 y 10 bar, y preferentemente entre 3 y 8 bar.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, **caracterizado** por el hecho de que la etapa (A) comprende:

(A1) una filtración bajo presión moderada; y

(A2) un compactado de la torta de filtración obtenida a una presión comprendida entre 2 y 10 bar, y preferentemente entre 3 y 8 bar.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** por el hecho de que la torta de filtración compactada obtenida tras la etapa (A) tiene una concentración de materia seca comprendida entre 10 y 35% en masa, y preferentemente entre 20 y 30% en masa.

5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** por el hecho de que la dispersión acuosa D aplicada en la etapa (A) contiene una sílice de precipitación que, una vez secada, tiene una superficie específica BET comprendida entre 80 y 400 m²/g y una superficie específica CTAB comprendida entre 80 y 350 m²/g.

6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** por el hecho de que la dispersión acuosa D aplicada en la etapa (A) contiene además una carga de refuerzo.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** por el hecho de que dicha carga de refuerzo contiene fibras de refuerzo escogidas del grupo constituido por las fibras de silicato de aluminio, las fibras de alumina, las fibras de lana mineral, las fibras de vidrio, las fibras de cuarzo, las fibras cerámicas, las fibras de polímero, y las fibras de celulosa.

8. Procedimiento según la reivindicación 6 o la reivindicación 7, **caracterizado** por el hecho de que la relación másica (sílice/ carga de refuerzo) en el seno de la dispersión acuosa D está comprendida entre 75:25 y 99:1 en masa.

9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** por el hecho de que la dispersión acuosa D aplicada en la etapa (A) contiene además un agente opacificante, capaz de reflejar, absorber y/o dispersar al menos una parte de la radiación infrarroja.

10. Procedimiento según la reivindicación 9, **caracterizado** por el hecho de que el agente opacificante se selecciona del grupo que consiste en óxido de cromo, óxido de circonio, óxido de hierro, el dióxido de titanio, el dióxido de manganeso, la ilmenita, el polvo de cuarzo, carburo de silicio, carburo de boro, carburo de tantalio, el negro de carbón, y el grafito, siendo el dióxido de titanio el preferido.

11. Procedimiento según la reivindicación 9 o según la reivindicación 10, **caracterizado** por el hecho de que la relación másica (sílice/ agente opacificante) está comprendida entre 50:50 y 99:1 en el seno de la dispersión acuosa D.

12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado** por el hecho de que la etapa (B) se lleva a cabo dejando secar la torta de filtración compactada obtenida tras la etapa (A) a una temperatura comprendida entre 10 y 30°C.

13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado** por el hecho de que la etapa (B) se lleva a cabo sometiendo la torta de filtración compactada como la obtenida tras la etapa (A) a un aumento progresivo de temperatura, desde la temperatura ambiente hasta una temperatura al menos igual a 100°C, con una velocidad de aumento de la temperatura inferior a 2°C por minuto, con preferentemente un mantenimiento de uno, dos o varios platós de temperatura intermedias.

14. Material poroso de aislamiento térmico y/o fónico a base de sílice de precipitación secada, que se puede obtener con el procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13.

15. Material según la reivindicación 14, **caracterizado** por el hecho de que tiene la forma de un panel, de forma rectangular o cuadrado.

ES 2 307 049 T3

16. Material según la reivindicación 14 o según la reivindicación 15, en el cual el volumen poroso de los poros de tamaño inferior a 1000 nm representa al menos 40%, y preferentemente al menos 50%, del volumen poroso total del material.

5 17. Material según la reivindicación 15 ó 16, en el cual el volumen poroso de los poros de tamaño inferior a 100 nm representa al menos 50%, y preferentemente al menos 60%, del volumen poroso de los poros de tamaño inferior a 1000 nm.

10 18. Material según cualquiera de las reivindicaciones 14 a 17, **caracterizado** por el hecho de que tiene un volumen poroso total comprendido entre 1 y 5 cm³/g.

19. Material según cualquiera de las reivindicaciones 14 a 18, **caracterizado** por el hecho de que tiene un volumen poroso de los poros de tamaño inferior a 100 nm al menos igual a 1 cm³/g.

15 20. Material de aislamiento térmico y/o fónico a base de sílice de precipitación secada, que comprende además una carga de refuerzo, que se puede obtener con el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8.

21. Material según la reivindicación 19, **caracterizado** por el hecho de que comprende :

- 20
- de 75 a 99% en masa de sílice seca ; y
 - de 1 a 25% en masa de carga de refuerzo.

25 22. Material de aislamiento térmico y/o fónico a base de sílice de precipitación secada, que comprende además un agente opacificante, que se puede obtener con el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11.

23. Material según la reivindicación 22, **caracterizado** por el hecho de que comprende:

- 30
- de 50 a 90% en masa de sílice seca;
 - de 9 a 50% en masa de un agente opacificante; y
 - de 0 a 15% en masa de carga de refuerzo.

35 24. Utilización de un material según cualquiera de las reivindicaciones 14 a 22, como panel de aislamiento térmico o fónico.

40 25. Utilización de un material según cualquiera de las reivindicaciones 14 a 22, como panel de aislamiento térmico bajo presión reducida.

26. Utilización de un material según la reivindicación 19 ó 20, como material de aislamiento térmico y fónico de muros o techos de edificios o de viviendas, o como material cortafuegos

45 27. Utilización de un material según las reivindicaciones 21 ó 22, como materiales de aislamiento a alta temperatura, en particular para el aislamiento de un recinto llevado a alta temperatura, o como material constitutivo de una barrera cortafuegos.

50

55

60

65