

MATERIALES DE AEROGEL HIDROFOBOS MEJORADOS

Antecedentes de la Invención

Los materiales de aerogel de baja densidad se consideran ampliamente como los mejores aislantes sólidos disponibles. Los aerogeles funcionan como aislantes
5 principalmente minimizando la conducción (la baja densidad estructural da como resultado una trayectoria tortuosa para la transferencia de energía a través de la estructura sólida), la convección (los volúmenes de grandes poros y de tamaños de poro muy pequeños dan como resultado una convección mínima), y la radiación (absorción de IR o dopantes de dispersión se dispersan fácilmente en toda la matriz de aerogel). Los aerogeles pueden usarse en un amplio intervalo de aplicaciones, incluyendo:
10 aislamiento por calentamiento y enfriamiento, aislamiento de acústicos, dieléctricos electrónicos, espacio aéreo, almacenamiento y producción de energía y filtración. Además, los materiales de aerogeles despliegan otras muchas propiedades acústicas, ópticas, mecánicas y químicas interesantes que los hace abundantemente útiles en varias aplicaciones de aislamiento y no aislamiento.

Breve Descripción de la Invención

15 En un aspecto general, la presente descripción puede proporcionar composiciones de aerogel que son durables y fáciles de manejar, con un funcionamiento favorable en entornos acuosos, y que también tienen propiedades de combustión y auto-calentamiento favorables. En ciertas modalidades, la presente descripción presenta composiciones de aerogel que son composiciones de aerogel reforzadas que
20 son flexibles, resistentes, y autosuficientes, que tiene un funcionamiento favorable en entornos acuosos, y que también tienen propiedades de combustión y auto-calentamiento favorables.

En otro aspecto general, la presente descripción puede proporcionar composiciones de aerogel que comprenden una estructura a base de sílice, y con las
25 siguientes propiedades: a) una densidad de 0.60 g/cm^3 o menor; b) una conductividad

térmica de 50 mW/m-K o menor; y c) una absorción de agua líquida de 40% en peso o menor. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel de la presente descripción tienen un calor de combustión de menos de 30001.94 J/g. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel de la presente descripción tienen el inicio de la descomposición térmica del material orgánico hidrófobo a una temperatura de entre 300°C 700°C. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel de la presente descripción tienen una densidad de 0.50 g/cm³ o menor, 0.40 g/cm³ o menor, 0.30 g/cm³ o menor, 0.25 g/cm³ o menor, o 0.20 g/cm³ o menor. En ciertas modalidades, composiciones de aerogel de la presente descripción tienen una conductividad térmica de 45 mW/m-K o menor, 40 mW/m-K o menor, 35 mW/m-K o menor, 30 mW/m-K o menor, 25 mW/m-K o menor, 20 mW/m-K o menor, o una conductividad térmica de entre 5 mW/m-K y 50 mW/m-K. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel de la presente descripción tienen una absorción de agua líquida de 35% en peso o menor, 30% en peso o menor, 25% en peso o menor, 20% en peso o menor, 15% en peso o menor, o 10% en peso o menor. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel de la presente descripción tienen un calor de combustión de 2721.42 J/g o menor, 2512.08 J/g o menor, 2302.74 J/g o menor, 2093.4 J/g o menor, 1884.06 J/g o menor, 1674.72 J/g o menor, o un calor de combustión de entre 1046.7 J/g y 3001.94 J/g. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel de la presente descripción tienen un inicio de la descomposición térmica del material orgánico hidrófobo a una temperatura de 400°C o más alta, 450°C o más alta, 475°C o más alta, 500°C o más alta, 525°C o más alta, 550°C o más alta, 575°C o más alta, 600°C o más alta, o un inicio de la descomposición térmica a una temperatura de entre 400°C y 700°C. En una modalidad preferida, las composiciones de aerogel de la presente descripción tienen las siguientes propiedades: a) una densidad de 0.40 g/cm³ o menor; b) una conductividad térmica de 40 mW/m-K o menor; c) una absorción de agua líquida de 40% en peso o menor; d) un calor de combustión de entre 586.15 J/g y 2512.08 J/g; y e) un inicio de la descomposición térmica a una temperatura de entre 525°C y 700°C. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel de la presente descripción tienen una proporción de especies de sílice T¹⁻²-T³ de entre aproximadamente 0.01 y 0.5, y/o una

proporción de especies de sílice Q²⁻³:Q⁴ de entre aproximadamente 0.1 y 1.5. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel de la presente descripción son una composición de aerogel reforzada, composiciones de aerogel reforzadas con fibra, o composiciones de manta de aerogel. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel de la presente descripción tienen un contenido orgánico hidrófobo de entre aproximadamente 1% en peso y aproximadamente 30% en peso, de entre aproximadamente 1% en peso y aproximadamente 25% en peso, de entre aproximadamente 1% en peso y aproximadamente 20% en peso, de entre aproximadamente 1% en peso y aproximadamente 15% en peso, de entre aproximadamente 1% en peso y aproximadamente 10% en peso, o de entre aproximadamente 1% en peso y aproximadamente 5% en peso.

En otro aspecto general, la presente descripción puede proporcionar un método para preparar una composición de aerogel, que comprende: a) proporcionar una solución precursora que comprende materiales precursores de gel de sílice, un solvente, y opcionalmente un catalizador; b) permitir que los materiales precursores de gel de sílice en la solución precursora se dirijan al material o composición de gel; c) extraer al menos una porción del solvente del material o composición de gel para obtener un material o composición de aerogel; d) incorporar al menos un silicio unido hidrófobo dentro del material o composición de aerogel mediante uno o ambos de: i) incluir en la solución precursora al menos un material precursor de gel de sílice con al menos un grupo hidrófobo, o ii) exponer la solución precursora, composición de gel, o composición de aerogel a un agente hidrófugo; y e) tratar con calor el material o composición de aerogel exponiendo el material o composición de aerogel a una atmósfera con oxígeno reducido a una temperatura por arriba de 300°C. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen exponer la composición de aerogel a una atmósfera con oxígeno reducido a temperaturas de entre 300°C y 650°C por un período de tiempo de entre aproximadamente 30 segundos y aproximadamente 200 minutos para obtener una composición de aerogel tratada. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen la incorporación de un material de refuerzo dentro de la composición de aerogel mediante la

combinación del material de refuerzo con la solución precursora ya sea antes o durante la transición de los materiales precursores de gel de sílice en la solución precursora dentro de la composición de gel. En una modalidad preferida, el material de refuerzo comprende una hoja continua de material de refuerzo de fibra. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen que la temperatura de exposición del tratamiento con calor de la composición de aerogel se limite a una temperatura por debajo de 850°C. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen un período de tiempo total para la transición de al menos un precursor de gel en la solución precursora dentro de un material de gel dentro de un período de 30 horas o menos. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen la atmósfera con oxígeno reducido que comprende 0.1% a 5% de oxígeno por volumen. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen el paso de incorporar al menos un silicio unido hidrófobo en la composición de aerogel proporcionando un contenido orgánico hidrófobo en la composición de aerogel de entre aproximadamente 1% en peso y aproximadamente 25% en peso. En una modalidad preferida, los métodos de la presente descripción producen una composición de aerogel. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción producen una composición de aerogel con las siguientes propiedades: a) una densidad de 0.60 g/cm³ o menor; b) una conductividad térmica de 50 mW/m-K o menor; c) una absorción de agua líquida de 40% en peso o menor; d) un calor de combustión de entre 628.02 J/g y 3001.94 J/g; y e) un inicio de la descomposición térmica del material orgánico hidrófobo a una temperatura de entre 300°C y 700°C.

En otro aspecto general, la descripción puede proporcionar un método para preparar una composición de aerogel, que comprende: a) producir una primera composición de aerogel que comprende al menos un silicio unido hidrófobo; y b) exponer la primera composición de aerogel a una atmósfera con oxígeno reducido a una temperatura por arriba de 300°C. En otro aspecto general, la descripción puede proporcionar un método que comprende exponer una primera composición de aerogel que comprende al menos un silicio unido hidrófobo a una atmósfera con oxígeno reducido a una temperatura por arriba de 300°C para obtener una segunda

composición de aerogel. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen la exposición del material o composición de aerogel a una atmósfera con oxígeno reducido a temperaturas de entre 300°C y 650°C por un período de tiempo de entre aproximadamente 30 segundos y aproximadamente 200 minutos para obtener un material o composición de aerogel tratada. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen que la temperatura de exposición del tratamiento con calor del material o composición de aerogel se limite a una temperatura por debajo de 850°C. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen composiciones de aerogel que son materiales de aerogel a base de sílice. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen composiciones de aerogel que son una composición de aerogel reforzada. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen atmósfera con oxígeno reducidos que comprende 0.1% a 5% de oxígeno por volumen. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción incluyen composiciones de aerogel que tienen un contenido orgánico hidrófobo de entre aproximadamente 1% en peso y aproximadamente 25% en peso. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción producen composiciones de aerogel tratadas con una hidrofobicidad mejorada con relación a las composiciones de aerogel antes del método de tratamiento. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción producen composiciones de aerogel tratadas que tienen una absorción de agua líquida con relación a las composiciones de aerogel antes del método de tratamiento. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción producen composiciones de aerogel tratadas con un inferior calor de combustión con relación a las composiciones de aerogel antes del método de tratamiento. En ciertas modalidades, los métodos de la presente descripción producen composiciones de aerogel tratadas con un inicio de la descomposición térmica a una temperatura más alta con relación a las composiciones de aerogel antes del método de tratamiento.

Breve Descripción de las Figuras

La Figura 1 es un espectro RMN de Estado Sólido de ^{29}Si para los ejemplos de las composiciones de aerogel de la presente descripción.

La Figura 2 es una gráfica que describe el análisis TGA/DSC para los
5 ejemplos de las composiciones de aerogel de la presente descripción.

Descripción Detallada de la Invención

Los aerogeles son una clase de materiales porosos con celdas abiertas que comprenden un armazón de estructuras interconectadas, con una red de poros correspondiente integrada dentro del armazón, y una fase intersticial dentro de la red
10 de poros que está principalmente comprendida de gases tales como aire. Los aerogeles típicamente se caracterizan por una baja densidad, una alta porosidad, una gran área de superficie, y tamaños de poro pequeños. Los aerogeles pueden distinguirse de otros materiales porosos por sus propiedades físicas y estructurales.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "aerogel" o "material de aerogel" se refiere a un gel que comprende un armazón de estructuras
15 interconectadas, con una red de poros interconectados correspondiente integrada dentro del armazón, y que contiene gases tales como aire como un medio intersticial dispersado; y que se caracteriza por las siguientes propiedades físicas y estructurales (de acuerdo con la Prueba de Porosimetría de Nitrógeno) que se pueden atribuir a los aerogeles: (a) un diámetro de poro promedio en el intervalo de aproximadamente 2 nm a aproximadamente 100 nm, (b) una porosidad de al menos 80% o más, y (c) un área
20 de superficie de aproximadamente 20 m²/g o más.

Los materiales de aerogel de la presente descripción de esta forma incluyen cualquier aerogel u otros compuestos con celdas abierta que satisfacen los elementos definidos determinados en los párrafos previos; incluyendo compuestos que aparte se categorizan como xerogeles, criogeles, ambigeles, materiales microporosos, y
25 similares.

Los materiales de aerogel también pueden caracterizarse por las propiedades físicas adicionales, incluyendo: (d) un volumen de poro de aproximadamente 2.0 ml/g o más, preferiblemente de aproximadamente 3.0 ml/g o más; (e) una densidad de aproximadamente 0.50 g/cm³ o menor, preferiblemente aproximadamente 0.25 g/cm³ o menor; y (f) al menos 50% del volumen de poro total que comprende poros con un diámetro de poro de entre 2 y 50 nm; no obstante no se requiere satisfacer estas propiedades adicionales para la caracterización de un compuesto como un material de aerogel.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "técnicas de procesamiento y extracción innovadoras" se refiere a métodos para reemplazar una fase intersticial líquida en un material de gel húmedo con un gas tal como aire, en una forma que causa un bajo colapso de poros y bajo encogimiento de la estructura del armazón del gel. Las técnicas de secado, tal como la evaporación a presión ambiental, a menudo introducen fuertes presiones capilares y otras limitaciones de transferencia de masa en la interfaz de líquido-vapor de la fase intersticial que se evapora o elimina. Las fuertes fuerzas capilares generadas por la evaporación o remoción del líquido pueden causar un encogimiento del poro significativo y el colapso del armazón dentro del material de gel. El uso de técnicas de procesamiento y extracción innovadoras durante la extracción de una fase intersticial del líquido reduce los efectos negativos de las fuerzas capilares en los poros y el armazón de un gel durante la extracción de la fase del líquido.

En ciertas modalidades, una técnica de procesamiento y extracción innovadora utiliza fluidos casi críticos y supercríticos o condiciones críticas o supercríticas, para extraer la fase intersticial del líquido de un material del gel húmedo. Esto puede lograrse removiendo la fase intersticial del líquido del gel cerca o por arriba del punto crítico de líquido o mezcla de líquidos. Los cambios de co-solventes y solventes pueden utilizarse para optimizar el proceso de extracción de fluido casi crítico o supercrítico.

En ciertas modalidades, una técnica de procesamiento y extracción innovadora incluye la modificación del armazón del gel para reducir los efectos irreversibles de las presiones capilares y otras limitaciones de transferencia de masa en la interface de líquido-vapor. Esta modalidad puede incluir el tratamiento de un armazón de gel con un agente de hidrófuga, u otros agentes de funcionalización, que permiten que un armazón de gel soporte o se recupere de cualquier fuerza de colapso durante la extracción de la fase líquida conducida por debajo del punto crítico de la fase intersticial del líquido. Esta modalidad también puede incluir la incorporación de grupos funcionales o elementos de armazón que proporcionan un módulo de armazón que lo suficientemente alto para soportar o recuperarse de fuerzas de colapso durante la extracción de la fase de líquido conducida por debajo del punto crítico de la fase intersticial del líquido.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "armazón" o "estructura de armazón" se refieren a una red o oligómeros, polímeros o partículas coloidales interconectados, que forman estructura sólida de un gel o un aerogel. Los polímeros o partículas que forman las estructuras de armazón típicamente tiene un diámetro de aproximadamente 100 angstroms. Sin embargo, las estructuras del armazón de la presente descripción también incluyen redes oligómeros, polímeros o partículas coloidales interconectados de todos los tamaños de diámetros que forma la estructura sólida dentro de un gel o aerogel. Además, los términos "pero gel a base de sílice" o "armazón a base de sílice" se refieren a un armazón de aerogel en donde la sílice comprende al menos 50% (en peso) de los obligue de los oligómeros, polímeros o partículas coloidales que forman la estructura sólida del armazón dentro del gel o aerogel.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "composición de aerogel" se refiere a cualquier material compuesto que incluye material de aerogel como un componente de la composición.

Los ejemplos de composiciones de aerogel incluyen, pero no se limitan a: compuestos de aerogel reforzados con fibra; compuestos de aerogel que incluyen

elementos adictivos tales como opacantes; compuestos de aerogel-espuma; compuestos de aerogel-polímero y materiales compuestos que incorporan particulados, partículas, gránulos, perlas o polvos de aerogel en un material sólido o semisólido, tales como aglutinantes, resinas, cementos, espumas, polímeros o materiales sólidos similares.

5

Dentro del contexto de la presente invención, el término “monolítico” se refiere a materiales de aerogel en donde la mayor parte (en peso) del aerogel incluida en el material o composición de aerogel está en la forma de una nanoestructura de aerogel interconectada unitaria. Los materiales monolíticos de aerogel incluyen materiales de aerogel que inicialmente se forman para tener un gel interconectado unitario o una nanoestructura de aerogel, pero que posteriormente se agrietan, fractura
10 no se segmentan en nanoestructuras de aerogel no unitarias. Los materiales de aerogel monolíticos se diferencian de los materiales de aerogel particulados. El término “material particulado de aerogel” se refiere a materiales de aerogel en donde la mayor parte (en peso) del aerogel incluido en el material de aerogel está la forma de particulados, partículas, gránulos, perlas, polvos, que pueden combinarse o comprimirse juntos pero que carecen de una nanoestructura de aerogel interconectada
15 entre las partículas individuales.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "composición de aerogel reforzada" se refiere a composiciones de aerogel que comprenden una fase de refuerzo dentro del material de aerogel que no es parte del armazón de la aerogel. La fase de refuerzo puede ser cualquier material que proporcione flexibilidad, resistencia, conformación, o estabilidad estructural aumentada al material de aerogel.
20 los ejemplos de materiales de refuerzo bien conocidos incluyen, pero no se limitan a: material de refuerzo de espuma de célula abierta, material de repuesto de espuma de celda cerrada, membranas de célula abierta, material de refuerzo de panal, material de refuerzo polimérico, y material de refuerzo de fibra tales como fibras discretas, materiales tejidos, materiales no tejidos, guata, redes, mallas, y filtros. Adicionalmente,
25 los refuerzos a base de fibra pueden combinarse con uno o más de los otros materiales

de refuerzo, y pueden orientarse de manera continua en todas las partes o en partes preferidas limitadas a la composición.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "composición de aerogel reforzada con fibra" se refiere a una de aerogel reforzada que comprende un material de refuerzo de fibra como una fase de refuerzo. Los ejemplos de materiales de refuerzo de fibra incluyen, pero no se limitan a, fibras discretas, materiales tejidos, materiales no tejidos, guatas, redes, mallas, filtros o sus combinaciones. Los materiales de reposo de pila pueden comprender un intervalo de materiales incluyendo, pero no limitándose a: poliésteres, tereftalatos de poliolefina, poli(etilen)naftalato, policarbonato (por ejemplo, Rayón, nylon), algodón (por ejemplo lycra fabricada por Dupont), carbón (por ejemplo grafito), poliacrilonitrilos (PAN), PAN oxidado, PAN tratados con calor sin carbonizar (tales como aquellos fabricados por SGL carbon), material a base de fibra de vidrio (como vidrio-S, vidrio 901, vidrio 902, vidrio 475, vidrio-E), fibras a base de sílice como cuarzo (por ejemplo, Quartzel fabricado por Saint-Gobain), fieltro-Q (fabricado por Johns Manville), Saffil (fabricado por Saffil), Durablanket (fabricado por Unifrax) y otras fibras de sílice, Duraback (fabricado por Carborundum), fibras de Poliaramida como Kevlar, Nomex, Sontera (todas fabricadas por DuPont), Conex (fabricado por Taijin), poliolefinas como Tyvek (fabricado por DuPont), Dyneema (fabricado por DSM), Spectra (fabricado por Honeywell), otras fibras de polipropileno como Typar, Xavan (ambas fabricadas por DuPont), fluoropolímeros como PTFE con los nombres comerciales como Teflón (fabricado por DuPont), Goretex (fabricado por W.L. GORE), fibras de carburo de silicón como icalon (fabricado por COI Ceramics), fibras cerámicas como Nextel (fabricado por 3M), polímeros acrílicos, fibras de lana, seda, cáñamo, piel, gamuza, fibras de PBO—Zylon (fabricado por Tyobo), material de cristal líquido como Vectan (fabricado por Hoechst), fibra Cambrelle (fabricada por DuPont), Poliuretanos, poliamidas, fibras de madera, boro, aluminio, hierro, fibras de acero inoxidable y otros termoplásticos como PEEK, PES, PET, PEK, PPS.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "manta de aerogel" o "composición de manta de aerogel" se refieren a composiciones de aerogel reforzadas con una hoja continua de material de refuerzo. Las composiciones de manta de aerogel pueden diferenciarse de otras composiciones de aerogel reforzadas que están reforzadas con una fibra no continua o una red de espuma, tales como aglomerados o macizos de materiales de fibra. Las composiciones de manta de aerogel son particularmente útiles para aplicaciones que requieren flexibilidad, dado que son altamente conformables y pueden usarse como una manta para cubrir las superficies de geometría simple o compleja, mientras también retienen las excelentes propiedades de aislamiento térmico de los aerogeles. As composiciones de manta de aerogel y composiciones de aerogel reforzadas similares con fibra se describen en la solicitud de patente de EUA publicada 2002/0094426 (párrafos 12-16, 25-27, 38-58, 60-88), que se incorpora en la presente por referencia de acuerdo con secciones y párrafos individualmente citados.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "gel húmedo" se refiere a un gel en el cual la fase intersticial móvil dentro de la red de poros interconectados está principalmente comprendida de una fase líquida tal como un solvente convencional, gases licuados tales como dióxido de carbono líquido, o una combinación de éstos. Los aerogel es típicamente requieren la producción inicial de un gel húmedo, seguido por un procesamiento y extracción innovadores para reemplazar la fase líquida intersticial móvil en el gel con aire. Los ejemplos de geles húmedos incluyen, pero no se limitan a: alcogeles, hidrogeles, cetogeles, carbonogeles, y cualquier otro gel húmedo conocido en la técnica.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "aditivos" o "elemento adictivo" se refieren a materiales que pueden adicionarse a una composición de aerogel antes, durante, o después de la producción del aerogel. Los aditivos pueden adicionarse para alterar o mejorar las propiedades deseables en un aerogel, o para contrarrestar propiedades indeseables en un aerogel. Los aditivos típicamente se adicionan a un material de aerogel ya sea antes o después de la gelificación. Los

ejemplos de aditivos incluyen, pero no se limitan a: microfibras, rellenos, agentes de refuerzo, estabilizantes, espesantes, compuestos elásticos, opacantes, compuestos de coloración o pigmentación, compuestos absorbentes de la radiación, compuestos que refleja la radiación, inhibidores de corrosión, componentes térmicamente conductivos, materiales de cambio de fase, ajustadores del pH, ajustadores redox, mitigadores HCN, mitigadores de efluentes de gas, compuestos eléctricamente conductivos, compuestos eléctricamente dieléctricos, compuestos magnéticos, compuestos bloqueadores de radar, endurecedores, agentes anti-encogimiento y otros aditivos de aerogel conocidos por los expertos en la técnica. Otros ejemplos de aditivos incluyen supresores de humo y supresores de fuego. La solicitud de patente de EUS publicada 20070272902 Al (párrafos [0008] y [0010]-[0039]) incluye las enseñanzas de los supresores de humo y supresores de fuego, y por lo tanto se incorpora por referencia de acuerdo con los párrafos individualmente citados.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "flexible" y "flexibilidad", se refieren la habilidad de un material o composición de aerogel que puede doblarse o flexionarse sin falla en la microestructura. Preferiblemente, las composiciones de aerogel de la presente descripción son capaces de doblarse al menos 5°, al menos 25°, al menos 45°, al menos 65°, o al menos 85° sin falla macroscópica; y/o tener un radio de poblamiento menor de 121.92 cm (4 pies), menor de 60.96 cm (2 pies), menor de 30.48 cm (1 pie), menor de 15.24 cm (6 pulgadas), menor de 7.62 cm (3 pulgadas), menor de 5.08 cm (2 pulgadas), menor de 2.54 cm (1 pulgada), o menor de 1.27 cm (½ pulgada) sin falla macroscópica. Igualmente, los términos "altamente flexible" o "alta flexibilidad" se refieren a materiales o composiciones de aerogel capaces de doblarse al menos 90° y/o tener un radio de flexión menor de 1.27 centímetros (media pulgada) sin falla macroscópica. Además, los términos "flexible clasificados" y "clasificado como flexible" se refieren a materiales o composiciones de aerogel que pueden clasificarse como flexibles de acuerdo con la norma de clasificación ASTM C1101 (ASTM International, West Conshohocken, PA).

Los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción pueden ser flexibles, altamente flexibles, y/o clasificados como flexibles. Los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción también pueden ser amoldables. Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "amoldable" y "adaptabilidad" se refieren a la habilidad de un material o composición de aerogel para doblarse o flexionarse a 90° o más con un radio de curvatura de aproximadamente 10.00 cm (4 pulgadas) o menos, sin falla microscópica. Un material o composición de aerogel de la presente descripción es preferiblemente flexible de tal forma que la composición no es rígida y puede aplicarse y conformarse a superficies u objetos tridimensionales, o preformarse en una variedad de formas y configuraciones para simplificar la instalación o aplicación.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "elástico" y "elasticidad" se refieren a la habilidad de un material o composición de aerogel para al menos regresar a su forma o dimensión original después de la deformación a través de compresión, flexión o doblamiento. La elasticidad puede ser completa o parcial, y puede expresarse en términos de porcentaje de retorno. Un material o composición de aerogel de la presente descripción preferiblemente tiene una elasticidad de más de 25%, más de 50%, más de 60%, más de 70%, más de 75%, más de 80%, más de 85%, más de 90%, o más de 95% de regreso a su forma o dimensión original después de una deformación. Igualmente, los términos "elásticamente clasificado" y "clasificado como elástico", se refieren a materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción que pueden clasificarse como elásticamente flexibles de acuerdo con la norma de clasificación ASTM C1101 (ASTM International, West Conshohocken, PA).

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "autosuficiente" se refiere a la habilidad de un material o composición de aerogel para ser flexible y/o elástico con base principalmente en las propiedades físicas del aerogel y cualquier fase de refuerzo en la composición de aerogel. Los materiales de aerogel autosuficientes o composiciones de la presente descripción pueden diferenciarse de otros materiales de aerogel, tales como recubrimientos, que se basan en un sustrato

subyacente para proporcionar flexibilidad y/o elasticidad al material.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "encogimiento" se refiere a la proporción de: 1) la diferencia entre la densidad final medida del material o composición de aerogel deseada y la densidad objetivo calculada del contenido sólido en la solución precursora solución coloidal-gel, con relación a 2) la densidad objetivo calculada del contenido sólido en la solución precursora solución coloidal-gel. El encogimiento puede calcularse por la siguiente ecuación: Encogimiento = $[Densidad\ Final\ (g/cm^3) - Densidad\ Objetivo\ (g/cm^3)] / [Densidad\ Objetivo\ (g/cm^3)]$. Preferiblemente, el encogimiento de un material de aerogel de la presente descripción es preferiblemente de 50% o menor, 25% o menor, 10% o menor, 8% o menor, 6% o menor, 5% o menor, 4% o menor, 3% o menor, 2% o menor, 1% o menor, 0.1% o menor, aproximadamente 0.01% o menor, o está en el intervalo de cualquiera de dos de estos valores.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "conductividad térmica" y "TC" se refieren a una medición de la habilidad de un material o composición para transferir calor entre dos superficies en cualquier lado del material o composición, con una diferencia de temperatura entre las dos superficies. La conductividad térmica específicamente se mide como la energía de calor transferida por unidad de tiempo y por unidad de área de superficie, dividida por la diferencia de temperatura. Esta típicamente se registra en unidades SI como mW/m-K (milivatios por metro * Kelvin). La conductividad térmica de un material puede determinarse por métodos conocidos en la técnica, incluyendo, pero no limitándose a: Método de Prueba para Propiedades de Transmisión Térmica de Estado Estable por Medio del Aparato Medidor del Flujo por Calor (ASTM C518, ASTM International, West Conshohocken, PA); un Método de Prueba de Mediciones de Flujo por Calor en Estado Estable y Propiedades de Transmisión Térmicas por Medio del Aparato de Placa con Calor Controlado (ASTM C177, ASTM International, West Conshohocken, PA); un Método de Prueba para las Propiedades de Transferencia de Calor en Estado Estable de Aislamiento de Tubos (ASTM C335, ASTM International, West Conshohocken, PA); una

Prueba de Conductividad Térmica del Calentador Delgado (ASTM CI 114, ASTM International, West Conshohocken, PA); Determinación de la resistencia térmica por medio de una placa con calor controlado y métodos de medición de flujo de calor (EN 12667, British Standards Institution, Reino Unido); o la Determinación de la resistencia térmica de estado estable y propiedades relacionadas – aparato de placa con control de calor (ISO 8203, International Organization for Standardization, Suiza). Dentro del contexto de la presente descripción, las mediciones de la conductividad térmica se adquieren de acuerdo con las normas ASTM C177, a una temperatura de aproximadamente 37.5°C a presión atmosférica, y una compresión de aproximadamente 0.14 bar (2 psi), a menos que se indique otra cosa. Preferiblemente, los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción tiene una conductividad térmica de aproximadamente 50 mW/m-K o menor, aproximadamente 40 mW/m-K o menor, aproximadamente 30 mW/m-K o menor, aproximadamente 25 mW/m-K o menor, aproximadamente 20 mW/m-K o menor, aproximadamente 18 mW/m-K o menor, aproximadamente 16 mW/m-K o menor, aproximadamente 14 mW/m-K o menor, aproximadamente 12 mW/m-K o menor, aproximadamente 10 mW/m-K o menor, aproximadamente 5 mW/m-K o menor, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "densidad" se refiere a la medición de la masa por unidad de volumen de un material o composición de aerogel. El término "densidad" en general se refiere a la densidad real de un material de aerogel, así como a la densidad en volumen de una composición de aerogel. La densidad típicamente se registra como kg/m³ o g/cm³. La densidad de un material o composición de aerogel puede determinarse por métodos conocidos en la técnica, incluyendo, pero sin limitarse a: el Método de Prueba Estándar para Dimensiones y Densidad de Aislamiento de Bloque Preformado y Aislamiento Térmico de Tipo Placa (ASTM C303, ASTM International, West Conshohocken, PA); Métodos de Prueba Estándar para Grosor y Densidad de Aislamientos con Manta o Baños Térmicos (ASTM CI 67, ASTM International, West Conshohocken, PA); o Determinación de la densidad aparente de aislamiento de tubos preformados (ISO 18098, International Organization

for Standardization, Suiza). Dentro del contexto de la presente descripción, las mediciones de la densidad se adquieren e acuerdo con las normas ASTM C167, a menos que se indique otra cosa. Preferiblemente, los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción tienen una densidad de aproximadamente 0.60 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.50 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.40 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.30 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.25 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.20 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.18 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.16 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.14 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.12 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.10 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.05 g/cm³ o menor, aproximadamente 0.01 g/cm³ o menor, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "hidrofobicidad" se refiere a una medición de la habilidad de un material o composición de aerogel para repeler el agua.

La hidrofobicidad de un material o composición de aerogel puede expresarse en términos de la absorción de agua líquida. Dentro del contexto de la presente descripción, el término "absorción de agua líquida" se refiere a una medición del potencial de un material o composición de aerogel para absorber o por el contrario retener agua líquida. La absorción de agua líquida puede expresarse como un porcentaje (en peso o en volumen) de agua que se absorbe o por el contrario retiene por un material o composición de aerogel cuando se expone a agua líquida bajo ciertas condiciones de medición. La absorción de agua líquida de un material o composición de aerogel puede determinarse por métodos conocidos en la técnica, incluyendo, pero no limitándose a: Método de Prueba Estándar para la Determinación de las Características de Retención del Agua (Repelencia) del Aislamiento de la Fibra de Vidrio (ASTM C1511, ASTM International, West Conshohocken, PA); Método de Prueba Estándar para Absorción de Agua por Inmersión de los Materiales de Aislamiento Térmicos (ASTM C1763, ASTM International, West Conshohocken, PA); Productos para aislamiento término para aplicaciones de construcción: Determinación de la absorción a corto plazo

por inmersión parcial (EN 1609, British Standards Institution, Reino Unido). Dentro del contexto de la presente descripción, las mediciones de la absorción de agua líquida se adquieren de acuerdo con las normas ASTM C1511, bajo presión y temperatura ambiente, a menos que se indique otra cosa. Preferiblemente, los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción pueden tener una absorción de agua líquida de acuerdo con ASTM C1511 de aproximadamente 100% en peso o menor, aproximadamente 80% en peso o menor, aproximadamente 60% en peso o menor, aproximadamente 50% en peso o menor, aproximadamente 40% en peso o menor, aproximadamente 30% en peso o menor, aproximadamente 20% en peso o menor, aproximadamente 15% en peso o menor, aproximadamente 10% en peso o menor, aproximadamente 8% en peso o menor, aproximadamente 3% en peso o menor, aproximadamente 2% en peso o menor, aproximadamente 1% en peso o menor, aproximadamente 0.1% en peso o menor, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores. Los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción pueden tener una absorción de agua líquida de acuerdo con ASTM C1763 de aproximadamente 100% en volumen en peso o menor, aproximadamente 80% en peso o menor, aproximadamente 60% en peso o menor, aproximadamente 50% en peso o menor, aproximadamente 40% en peso o menor, aproximadamente 30% en peso o menor, aproximadamente 20% en peso o menor, aproximadamente 15% en peso o menor, aproximadamente 10% en peso o menor, aproximadamente 8% en peso o menor, aproximadamente 3% en peso o menor, aproximadamente 2% en peso o menor, aproximadamente 1% en peso o menor, aproximadamente 0.1% en peso o menor, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores. Un material o composición de aerogel con una absorción de agua líquida mejorada con relación a otro material o composición de aerogel tendrá un porcentaje inferior de absorción de agua líquida/retención relativa a los materiales o composiciones de aerogel de referencia.

La hidrofobicidad de un material o composición de aerogel puede expresarse en términos de absorción de vapor de agua. Dentro del contexto de la presente descripción, el término "absorción de vapor de agua" se refiere a la medición del potencial de un material o composición de aerogel para absorber vapor de agua. La

absorción de vapor de agua puede expresarse como un porcentaje (en peso) de agua que se absorbe o por el contrario se retiene por un material o composición de aerogel cuando se expone a vapor de agua bajo ciertas condiciones de medición. La absorción de vapor de agua de un material o composición de aerogel puede determinarse por métodos conocidos en la técnica, incluyendo, pero no limitándose a: Método de Prueba Estándar para la Determinación de la Adsorción de Vapor de Agua del Aislamiento de Fibra Mineral Sin Forro (ASTM C1104, ASTM International, West Conshohocken, PA). Dentro del contexto de la presente descripción, las mediciones de la absorción de vapor de agua se adquieren de acuerdo con las normas ASTM C1104, bajo presión y temperatura ambiental, a menos que se indique otra cosa. Preferiblemente, los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción pueden tener una absorción de vapor de agua de aproximadamente 50% en peso o menor, aproximadamente 40% en peso o menor, aproximadamente 30% en peso o menor, aproximadamente 20% en peso o menor, aproximadamente 15% en peso o menor, aproximadamente 10% en peso o menor, aproximadamente 8% en peso o menor, aproximadamente 3% en peso o menor, aproximadamente 2% en peso o menor, aproximadamente 1% en peso o menor, aproximadamente 0.1% en peso o menor, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores. Un material o composición de aerogel con absorción de vapor de agua mejorada con relación a otro material o composición de aerogel tendrá un porcentaje menor de absorción de vapor de agua/retención con relación a los materiales o composiciones de aerogel de referencia.

La hidrofobicidad de un material o composición de aerogel puede expresarse midiendo el ángulo de contacto de equilibrio de una gotícula de agua en la interfaz con la superficie del material. Los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción pueden tener un ángulo de contacto de agua de aproximadamente 90° o más, aproximadamente 120° o más, aproximadamente 130° o más, aproximadamente 140° o más, aproximadamente 150° o más, aproximadamente 160° o más, aproximadamente 170° o más, aproximadamente 175° o más, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "calor de combustión" y "HOC" se refieren a mediciones de la cantidad de energía calorífica liberada en la combustión de un material o composición de aerogel. El calor de combustión típicamente se registra en calorías de energía calorífica liberada por gramo de material o composición de aerogel (J/g), o como megajulios de energía calorífica liberada por kilogramo de material o composición de aerogel (MJ/kg). El calor de combustión de un material o composición puede determinarse por métodos conocidos en la técnica, que incluyen, pero no se limitan a: Reacción de pruebas de fuego para productos – Determinación del calor de combustión bruto (valor calorífico) (ISO 1716, International Organization for Standardization, Suiza). Dentro del contexto de la presente descripción, las mediciones del calor de combustión se adquieren de acuerdo con condiciones comparables con las normas ISO 1716, a menos que se indique otra cosa. Preferiblemente, las composiciones de aerogel de la presente descripción pueden tener un calor de combustión de aproximadamente 3140.1 J/g o menor, aproximadamente 3001.94 J/g o menor, aproximadamente 2930.76 J/g o menor, aproximadamente 2721.42 J/g o menor, aproximadamente 2512.08 J/g o menor, aproximadamente 2407.41 J/g o menor, aproximadamente 2302.74 J/g o menor, aproximadamente 2093.4 J/g o menor, aproximadamente 1884.06 J/g o menor, aproximadamente 1674.72 J/g o menor, aproximadamente 1465.38 J/g o menor, aproximadamente 1256.04 J/g o menor, aproximadamente 1046.7 J/g o menor, aproximadamente 837.36 J/g o menor, aproximadamente 628.02 J/g o menor, aproximadamente 418.68 J/g o menor, aproximadamente 209.34 J/g o menor, aproximadamente 104.67 J/g o menor, aproximadamente 41.87 J/g o menor, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores. Una composición de aerogel que tiene un calor de combustión mejorado con relación a otra composición de aerogel tendrá un valor de calor de combustión inferior, con relación a las composiciones de aerogel de referencia.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "el inicio de la descomposición térmica del material orgánico hidrófobo", "inicio de la descomposición térmica" y "Td" se refieren a la medición de la temperatura del calor

ambiental más baja a la cual aparecen rápidas reacciones exotérmicas de la descomposición del material orgánico hidrófobo dentro de un material o composición. El inicio de la descomposición térmica de un material o composición puede medirse usando el análisis termo-gravimétrico (TGA, por sus siglas en inglés). La curva TGA de un material describe la pérdida de peso (% de masa) de un material según se expone a un aumento en la temperatura circundante. El inicio de la descomposición térmica de un material puede correlacionarse con el punto de intersección de las siguientes líneas tangentes de la curva TGA: una línea tangente a la línea base de la curva TGA, y una línea tangente a la curva TGA en el punto de declive máximo durante el rápido evento de descomposición relacionado con la descomposición del material orgánico hidrófobo. Dentro del contexto de la presente descripción, las mediciones del inicio de la descomposición térmica del material orgánico hidrófobo se adquieren usando el análisis TGA según provisto en este párrafo, a menos que se indique otra cosa.

El inicio de la descomposición térmica de un material también puede medirse usando el análisis de calorimetría de exploración diferencial (DSC, por sus siglas en inglés). La curva DSC de un material describe la energía calorífica (mW/mg) liberada por un material según se expone a un aumento gradual en la temperatura circundante. El inicio de la descomposición térmica temperatura de un material puede correlacionarse con el punto en la curva DSC en donde Δ mW/mg (cambio en la salida de energía calorífica) aumenta al máximo, de esta forma indicando la producción de calor exotérmico del material de aerogel. Dentro del contexto de la presente descripción, las mediciones del inicio de la descomposición térmica usando DSC se adquieren usando un nivel de rampa de temperatura de 20°C/min o menor, a menos que se indique otra cosa.

Preferiblemente, los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción tienen un inicio de la descomposición térmica de aproximadamente 100°C o más, aproximadamente 150°C o más, aproximadamente 200°C o más, aproximadamente 250°C o más, aproximadamente 300°C o más, aproximadamente 350°C o más, aproximadamente 400°C o más, aproximadamente

450°C o más, aproximadamente 500°C o más, aproximadamente 550°C o más, aproximadamente 600°C o más, aproximadamente 650°C o más, aproximadamente 700°C o más, aproximadamente 750°C o más, aproximadamente 800°C o más, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores. Un material o composición de aerogel que tiene un inicio de la descomposición térmica mejorada con relación a otro material o composición de aerogel tendrá un inicio de la descomposición térmica a una temperatura más alta con relación al material o composición de aerogel de referencia.

Dentro del contexto de la presente descripción, el término "temperatura de auto-calentamiento" se refiere a una medición de la temperatura más baja del calor ambiental al cual aparecen las reacciones exotérmicas bajo condiciones de medición específicas dentro un sistema aislante, tal como un sistema aislante que comprende un material o composición de aerogel. Dentro del contexto de la presente descripción, las mediciones de la temperatura de auto-calentamiento de un sistema aislante se miden de acuerdo con el siguiente procedimiento, a menos que se especifique otra cosa: a) proporcionar un sistema aislante que sea geométricamente cúbico con una dimensión de 20 mm en cada lado; b) colocar un dispositivo de medición termopar en el centro del sistema aislante; y c) exponer el sistema aislante a una serie de temperaturas en aumento hasta que aparezca el evento de auto-calentamiento exotérmico, que se indica por la temperatura del dispositivo de medición termopar excediendo la temperatura de exposición externa de la muestra en una cantidad suficiente para indicar un evento exotérmico de auto-calentamiento dentro del sistema aislante. Preferiblemente, los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción tienen una temperatura de auto-calentamiento de aproximadamente 100°C o más, aproximadamente 150°C o más, aproximadamente 200°C o más, aproximadamente 250°C o más, aproximadamente 300°C o más, aproximadamente 350°C o más, aproximadamente 400°C o más, aproximadamente 450°C o más, aproximadamente 500°C o más, aproximadamente 550°C o más, aproximadamente 600°C o más, aproximadamente 650°C o más, aproximadamente 700°C o más, aproximadamente 750°C o más, aproximadamente 800°C o más, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores. Un material o composición de aerogel que tiene una temperatura de

auto-calentamiento mejorada con relación a otro material o composición de aerogel tendrá una temperatura de auto-calentamiento más alta con relación al material o composición de aerogel de referencia.

Los aerogeles se describen como un armazón de estructuras interconectadas que más comúnmente están comprendidas de oligómeros, polímeros, o partículas coloidales interconectadas. Un armazón de aerogel puede hacerse de un amplio intervalo de materiales, incluyendo: materiales precursores inorgánicos (tales como los precursores usados en la producción de aerogeles a base de sílice); materiales precursores orgánicos (tales como los precursores usados en la producción de aerogeles con base en carbón); materiales precursores inorgánicos/orgánicos híbridos; y combinaciones de éstos. Dentro del contexto de la presente descripción, el término "aerogel de amalgama" se refiere a un aerogel producido de una combinación de dos o más diferentes precursores de gel.

Los aerogeles inorgánicos generalmente se forman de materiales de óxido metálico y alcóxido metálico. Los materiales de óxido metálico o alcóxido metálico pueden basarse en óxidos o alcóxidos de cualquier metal que pueda formar óxidos. Tales metales incluyen, pero no se limitan a: silicio, aluminio, titanio, zirconio, hafnio, itrio, vanadio, cerio, y similar. Los aerogeles de sílice inorgánicos tradicionalmente se hacen vía la hidrólisis y la condensación de alcóxidos a base de sílice (tales como tetraetoxisilano), o vía gelificación de ácido silícico o silicato de sodio. Otros materiales precursores inorgánicos relevantes para la síntesis del aerogel a base de sílice incluyen, pero no se limitan a: silicatos de metal tales como silicato de sodio o silicato de potasio, alcoxisilanos, alcoxisilanos parcialmente hidrolizados, tetraetoxisilano (TEOS), TEOS parcialmente hidrolizados, polímeros condensados de TEOS, tetrametoxisilano (TMOS), TMOS parcialmente hidrolizado, polímeros condensados de TMOS, tetra-n-propoxisilano, polímeros parcialmente hidrolizados y/o condensados de tetra-n-propoxisilano, polietilsilicatos, polietilsilicatos parcialmente hidrolizados, alquilalcoxi silanos monoméricos, bis-trialcoxi alquil o aril silanos, polihedral silsesquioxanos, o sus combinaciones.

En ciertas modalidades de la presente descripción, TEOS pre-hidrolizado, tal como Silbond H-5 (SBH5, Silbond Corp), que se hidroliza con una proporción de agua/sílice de aproximadamente 1.9-2, puede usarse como comercialmente disponible o puede además hidrolizarse antes de la incorporación en el proceso de gelificación. Los TEOS o TMOS parcialmente hidrolizados, tales como polietilsilicato (Silbond 40) o polimetilsilicato también pueden usarse como comercialmente disponibles o pueden además hidrolizarse antes de la incorporación en el proceso de gelificación.

Los aerogeles inorgánicos también pueden incluir precursores de gel que comprenden al menos un grupo hidrófobo, tal como alcóxidos metálicos de alquilo, alcóxidos metálicos de cicloalquilo, y alcóxidos metálicos de arilo, que pueden impartir o mejorar ciertas propiedades en el gel, tales como estabilidad e hidrofobicidad. Los aerogeles de sílice hidrófobos pueden incluir específicamente precursores hidrófobos tales como alquilsilanos y arilsilanos. Los precursores de gel hidrófobos pueden usarse como materiales precursores primarios para formar el armazón de un material de gel. Sin embargo, precursores de gel hidrófobos se usan más comúnmente como co-precursores en combinación con alcóxidos de metal simple en la formación de aerogeles de amalgama. Los materiales precursores inorgánicos hidrófobos para la síntesis del aerogel a base de sílice incluyen, pero no se limitan a: trimetil metoxisilano [TMS], dimetil dimetoxisilano [DMS], metil trimetoxisilano [MTMS], trimetil etoxisilano, dimetil dietoxisilano [DMDS], metil trietoxisilano [MTES], etil trietoxisilano [ETES], dietil dietoxisilano, etil trietoxisilano, propil trimetoxisilano, propil trietoxisilano, fenil trimetoxisilano, fenil trietoxisilano [PhTES], hexametildisilazano y hexaetildisilazano, y similares.

Los aerogeles también pueden tratarse para impartir o mejorar la hidrofobicidad. El tratamiento hidrófobo puede aplicarse a una solución de solución coloidal-gel, un gel húmedo antes de la extracción de la fase líquida, o a un aerogel posterior a la extracción de la fase líquida. El tratamiento hidrófobo es especialmente común en la producción de aerogeles de óxido de metal, tales como aerogeles de sílice. Un ejemplo de un tratamiento hidrófobo de un gel se explica a continuación con mayor

detalle, específicamente en el contexto de tratar un gel húmedo de sílice. Sin embargo, los ejemplos específicos e ilustraciones provistos en la presente no prevén limitar el alcance de la presente descripción a cualquier tipo específico de procedimiento de tratamiento hidrófobo o sustrato de aerogel. La presente descripción puede incluir cualquier gel o aerogel conocido por los expertos en la técnica, así como métodos de
 5 tratamiento hidrófobo asociados de los aerogeles, en ya sea forma de gel húmedo o forma de aerogel seco.

El tratamiento hidrófobo se lleva a cabo por medio de la reacción de una fracción hidroxilo en un gel, tal como un grupo silanol (Si-OH) presente en un armazón de un gel de sílice, con un grupo funcional de un agente hidrofobizante. La reacción
 10 resultante convierte el grupo silanol y el agente hidrofobizante en un grupo hidrófobo en el armazón del gel de sílice. El compuesto del agente hidrofobizante puede reaccionar con grupos hidroxilo en el gel de acuerdo con la siguiente reacción: R_NMX_{4-N} (agente hidrofobizante) + MOH (silanol) $\rightarrow$ $MOMR_N$ (grupo hidrófobo) + HX. El tratamiento hidrófobo puede tomar lugar tanto en la macro-superficie exterior de un gel de sílice, así como en las superficies de poros internos dentro de la red porosa de un
 15 gel.

Un gel puede sumergirse en una mezcla de un agente hidrofobizante y un solvente para tratamiento hidrófobo en el cual el agente hidrofobizante es soluble, y que también es miscible con el solvente de gel en el gel húmedo. Se puede usar un amplio intervalo de solventes para tratamiento hidrófobo, incluyendo solventes tales como metanol, etanol, isopropanol, xileno, tolueno, benceno, dimetilformamida, y
 20 hexano. Los agentes hidrofobizantes en forma líquida o gaseosa también pueden ponerse en contacto directamente con el gel para impartir hidrofobicidad.

El proceso de tratamiento hidrófobo también puede incluir mezclado o agitación para ayudar al agente hidrofobizante a impregnar el gel húmedo. El proceso para el tratamiento hidrófobo también puede incluir otras condiciones variables tales como temperatura y pH para además mejorar y optimizar las reacciones del
 25 tratamiento. Después de completar la reacción, el gel húmedo se lava para eliminar los

compuestos sin reaccionar y los subproductos de la reacción.

Los agentes hidrofobizantes para el tratamiento hidrófobo de un aerogel generalmente son compuestos de la fórmula: R_NMX_{4-N} ; en donde M es el metal; R es un grupo hidrófobo tal como CH_3 , CH_2CH_3 , C_6H_5 , o fracciones de alquilo, cicloalquilo o arilo hidrófobas similares; y X es un halógeno, usualmente Cl. Los ejemplos específicos de
 5 agentes hidrofobizantes incluyen, pero no se limitan a: trimetilclorosilano [TMCS], trietilclorosilano [TECS], trifenilclorosilano [TPCS], dimetilclorosilano [DMCS], dimetildiclorosilano [DMDCS], y similares. Los agentes hidrofobizantes también pueden ser de la fórmula: $Y(R_3M)_2$; en donde M es un metal; Y es el grupo puente tal como NH u O; y R es un grupo hidrófobo tal como CH_2 , CH_2CH_3 , C_6H_5 , o fracciones alquilo, cicloalquilo, o arilo hidrófobas similares. Los ejemplos específicos de tales
 10 agentes hidrofobizantes incluyen, pero no se limitan a: hexametildisilazano [HMDZ] y hexametildisiloxano [HMDSO]. Los agentes hidrofobizantes además pueden incluir compuestos de la fórmula: R_NMV_{4-N} , en donde V es un reactivo o grupo saliente diferente de halógeno. Los ejemplos específicos de tales agentes hidrofobizantes incluyen, pero no se limitan a: viniltriethoxisilano y viniltrimetoxisilano.

15 Dentro del contexto de la presente descripción, el término "silicio unido hidrófobo" se refiere a un átomo de silicio dentro del armazón de un gel o aerogel que comprende al menos un grupo hidrófobo covalentemente unido al átomo de silicio. Los ejemplos de silicio unido hidrófobo incluyen, pero no se limitan a, átomos de silicio en grupos de sílice dentro del armazón del gel que se forman de precursores de gel que comprenden al menos un grupo hidrófobo (tal como MTES o DMDS). El silicio unido
 20 hidrófobo también puede incluir, pero no se limita a, átomos de silicio en el armazón del gel o en la superficie del gel que se tratan con un agente hidrofobizante (tal como HMDZ) para impartir o mejorar la hidrofobicidad mediante la incorporación de grupos hidrófobos adicionales en la composición. Los grupos hidrófobos de la presente descripción incluyen, pero no se limitan a, grupos metilo, grupos etilo, grupos isopropilo, grupos butilo, grupos isobutilo, grupos terbutilo, grupos octilo, grupos
 25 fenilo, u otros grupos orgánicos hidrófobos sustituidos o sin sustituir conocidos por los

expertos en la técnica.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "grupo hidrófobo," "material orgánico hidrófobo" y "contenido orgánico hidrófobo" específicamente incluyen grupos alcoxi unidos a silicio orgánico fácilmente hidrolizable en el almacén del material de gel que son el producto de las reacciones entre solventes orgánicos y grupos silanol.

Dentro del contexto de la presente descripción, los términos "grupo hidrófobo alifático", "material orgánico hidrófobo alifático" y "contenido orgánico hidrófobo alifático", describen grupos hidrófobos sobre silicio unido hidrófobo que se limitan a hidrocarburos alifáticos, incluyendo, pero no limitándose a fracciones hidrocarbonadas que contiene 1-40 átomos de carbono que pueden ser saturadas o insaturadas (pero no aromáticas), que pueden incluir fracciones cíclicas, ramificadas, de cadena recta (incluyendo fusionadas, puenteadas, o espiro-fusionadas policíclicas), o sus combinaciones, tales como fracciones alquilo, alquenoilo, alquinoilo, (cicloalquil)alquilo, (cicloalquenoil)alquilo, o (cicloalquil)alquenoilo, y fracciones heteroalifáticas (en donde uno o más átomos de carbono se reemplazan independientemente por uno o más átomos seleccionados del grupo que consiste de oxígeno, azufre, nitrógeno o fósforo). En ciertas modalidades de la presente descripción, al menos 50% del material orgánico hidrófobo en la composición de aerogel comprende grupos hidrófobo alifáticos.

La cantidad de silicio unido hidrófobo contenido en un aerogel puede analizarse usando espectroscopía RMN, tal como RMN de Estado Sólido CP/MAS ^{29}Si . Un análisis RMN de un aerogel permite la caracterización y cuantificación relativa de: silicio unido hidrófobo de tipo M (sílice monofuncional, tales como derivados de TMS); silicio unido hidrófobo de tipo D (sílice bifuncional, tales como derivados de DMDS); silicio unido hidrófobo de tipo T (sílice trifuncional, tales como los derivados MTES); y silicio de tipo Q (sílice cuadrifuncional, tales como derivados TEOS). El análisis RMN también se puede usar para analizar la química de enlace de silicio unido hidrófobo contenido en un aerogel permitiendo la categorización de los tipos específicos de silicio

unido hidrófobo en sub-tipos (tal como la categorización de silicio unido hidrófobo de tipo T en especies T¹, especies T², y especies T³). Los detalles específicos relacionados con el análisis RMN de los materiales de sílice pueden encontrarse en el artículo ""Applications of Solid-State RMN to the Study of Organic/Inorganic Multicomponent Materials" de Geppi *et al*, específicamente las páginas 7-9 (Appl. Spec. Rev. (2008), 44-1:1-89), que se incorpora en la presente por referencia de acuerdo con las páginas específicamente citadas.

La caracterización del silicio unido hidrófobo en un análisis RMN CP/MAS ²⁹Si puede basarse en los siguientes picos de cambio químico: M¹ (30 a 10 ppm); D¹ (10 a -10 ppm), D² (-10 a -20 ppm); T¹ (-30 a -40 ppm), T² (-40 a -50 ppm), T³ (-50 a -70 ppm); Q² (-70 a -85 ppm), Q³ (-85 a -95 ppm), Q⁴ (-95 a -110 ppm). Estos picos de cambio químico son aproximados e ilustrativos, y no prevén ser limitantes o definitivos. Los picos de cambio químico precisos que se pueden atribuir a varias especies de silicio dentro de un material pueden depender de los componentes químicos específicos del material, y generalmente pueden descifrarse a través de experimentación y análisis rutinarios por los expertos en la técnica.

Los materiales de aerogel de la presente descripción pueden tener una proporción de T¹⁻²:T³ de entre aproximadamente 0.01 y aproximadamente 0.5, de entre aproximadamente 0.01 y aproximadamente 0.3, o de entre aproximadamente 0.1 y aproximadamente 0.3. Una proporción de T¹⁻²:T³ representa una proporción de la combinación de las especies T¹ y T² con relación a las especies T³. La cantidad de T¹, T² y T³ puede cuantificarse mediante el integral de los picos de cambio químicos individuales respectivamente asociados con las especies T¹, especies T² o especies T³ en un análisis RMN ²⁹Si, como se define previamente. Los materiales del aerogel de la presente descripción pueden tener una proporción de Q²⁻³:Q⁴ de entre aproximadamente 0.1 y 2.5, de entre aproximadamente 0.1 y 2.0, de entre aproximadamente 0.1 y 1.5, de entre aproximadamente 0.1 y 1.0, o de entre aproximadamente 0.5 y 1.0. Una proporción de Q²⁻³:Q⁴ representa una proporción de una combinación de las especies Q² y Q³ con relación a las especies Q⁴. A cantidad de Q²,

Q³ y Q⁴ puede cuantificarse mediante la integral del pico de cambio químico individual despectivamente asociado con las especies Q², las especies Q³ o las especies Q⁴ en un análisis NRM ²⁹Si, como se define previamente.

5 Dentro del contexto de la presente descripción, el término "contenido orgánico hidrófobo" se refiere la cantidad de material orgánico hidrófobo unido al
armazón en un material o composición de aerogel. El contenido orgánico hidrófobo de
un material o composición de aerogel puede expresarse como un porcentaje en peso de
la cantidad del material orgánico hidrófobo en el armazón del aerogel con relación a la
cantidad total del material en el material o composición de aerogel. El contenido
orgánico hidrófobo puede calcularse por un experto en la técnica con base en la
naturaleza y las concentraciones relativas de los materiales utilizados en la producción
10 del material o composición de aerogel. El contenido orgánico hidrófobo también puede
medirse utilizando el análisis termo-gravimétrico (TGA) en una atmósfera inerte.
Específicamente, el porcentaje del material orgánico hidrófobo en un aerogel puede
estar correlacionado con el porcentaje de la pérdida en peso en un material o
composición de aerogel hidrófobo, cuando se somete a temperaturas de calor de
combustión durante un análisis TGA, haciendo ajustes para la pérdida de humedad,
15 para la pérdida de solvente residual y la pérdida de grupos alcoxi hidrolizables
fácilmente durante el análisis TGA.

Los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción
pueden tener un contenido orgánico hidrófobo de 50% en peso o menor, 40% en peso
o menor, 30% en peso o menor, 25% en peso o menor, 20% en peso o menor, 15% en
20 peso o menor, 10% en peso o menor, 8% en peso o menor, 6% en peso o menor, 5% en
peso o menor, 4% en peso o menor, 3% en peso o menor, 2% en peso o menor, 1% en
peso o menor, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores.

El término "contenido de combustible" se refiere a la cantidad total de
material combustible en un material o composición de aerogel, que puede
correlacionarse con el porcentaje total de pérdida de peso en un material o composición
25 de aerogel cuando se somete a temperaturas de calor de combustión durante un análisis

TGA o TG-DSC, haciendo ajustes para la pérdida de humedad. El contenido de combustible de un material o composición de aerogel puede incluir contenido orgánico hidrófobo, así como otros materiales combustibles tales como solventes alcohólicos residuales, materiales de relleno, materiales de refuerzo, y grupos alcoxi fácilmente hidrolizables.

5 Los aerogeles orgánicos generalmente se forman de precursores poliméricos a base de carbono. Tales materiales poliméricos incluyen, pero no se limitan a: formaldehídos de resorcinol (RF), poliimida, poliacrilato, polimetil metacrilato, oligómeros de acrilato, polioxialquileo, poliuretano, polifenol, polibutadieno, polidimetilsiloxano terminado con trialcóxisililo, poliestireno, poliacrilonitrilo, polifurfural, melamina-formaldehído, cresol formaldehído, fenol-furfural, poliéter, polioli, poliisocianato, polihidroxibenzo, dialdehído de alcohol polivinílico, policianuratos, poliacrilamidas, varios epoxis, agar, agarosa, quitosán, y sus combinaciones. Como un ejemplo, los aerogeles RF orgánicos típicamente se hacen de la polimerización de solución coloidal-gel de resorcinol o melamina con formaldehído bajo condiciones alcalinas.

15 Los aerogeles híbridos orgánicos/inorgánicos principalmente están comprendidos de aerogeles ormosil (sílice orgánicamente modificado). Los materiales de ormosil incluyen componentes orgánicos que están covalentemente unidos a una red de sílice. Los ormosiles típicamente se forman a través de la hidrólisis y la condensación de silanos orgánicamente modificados, $R-Si(OX)_3$, con precursores de alcóxido tradicionales, $Y(OX)_4$. En estas fórmulas: X, puede representar, por ejemplo, CH_3 , C_2H_5 , C_3H_7 , C_4H_9 ; Y puede representar, por ejemplo, Si, Ti, Zr, o Al; y R puede ser cualquier fragmento orgánico tal como metilo, etilo, propilo, butilo, isopropilo metacrilato, acrilato, vinilo, epóxido, y similares. Los componentes orgánicos en aerogel ormosilo también pueden dispersarse completamente o unirse químicamente a la red de sílice.

25 Dentro del contexto de la presente descripción, el término "ormosilo" abarca los materiales anteriores, así como otras cerámicas orgánicamente modificadas, algunas veces referidas como "ormóceros." Los ormosilos a menudo se utilizan como

recubrimientos en donde una película de ormosilo se moldea sobre un material sustrato a través de, por ejemplo, el proceso solución coloidal-gel. Los ejemplos de otros aerogeles híbridos orgánicos-inorgánicos de la descripción incluyen, pero no se limitan a, sílice-poliéter, sílice-PMMA, sílice-quitósán, carburos, nitruros y otras combinaciones de los compuestos formadores de aerogel orgánicos e inorgánicos antes mencionados.

5 La solicitud de patente de EUA publicada 20050192367 (Párrafos [0022]-[0038] y [0044]-[0058]) incluye las enseñanzas de tales materiales orgánicos-inorgánicos híbridos, y se incorporan en la presente por referencia de acuerdo con las secciones y párrafos citados individualmente.

10 Los aerogeles de la presente descripción son preferiblemente aerogeles de sílice inorgánico formados principalmente de soluciones de alcohol de ésteres de silicato hidrolizados formados de alcóxidos de silicio. Sin embargo, la descripción como un todo puede practicarse con cualquier otra composición de aerogel conocida por los expertos en la técnica, y no se limita a ningún material precursor o mezcla de amalgama de los materiales precursores.

La producción de un aerogel generalmente incluye los siguientes pasos:

15 i) la formación de una solución coloidal-gel; ii) la formación de un gel de la solución coloidal-gel; y iii) la estación del solvente de los materiales del gel a través de un procesamiento y extracción innovadores, para obtener un material de aerogel seco. Este proceso se explica más adelante con mayor detalle, específicamente en el contexto de formar aerogeles inorgánicos tales como los aerogeles de sílice. Sin embargo, los ejemplos e ilustraciones específicos provistos en la presente no prevén limitar la

20 presente descripción a ningún tipo específico de aerogel y/o método de preparación. La presente descripción puede incluir cualquier aerogel formado por cualquier método de preparación asociado conocido en la técnica.

El primer paso en la formación de un aerogel inorgánico es generalmente la formación de una solución coloidal-gel a través de hidrólisis y condensación de los precursores de alcóxido de metal en un solvente a base de alcohol. Las variables

25 principales en la formación de aerogeles inorgánicos incluyen el tipo de precursores de

alcóxido incluidos en la solución coloidal-gel, la naturaleza del solvente, la temperatura H del procesamiento y el pH de la solución coloidal-gel (que puede alterarse por la adición de un ácido o una base), y la proporción de precursor/solvente/agua dentro de la solución coloidal-gel. El control de estas variables en la formación de una solución coloidal-gel puede permitir el control del crecimiento y agregación del armazón del gel durante la posterior transición del material de gel del estado "solución coloidal" al estado "gel". A pesar de que las propiedades de los aerogeles resultantes se ven afectadas por el pH de la solución precursora y la proporción molar de los reactivos, cualquier pH y cualquier proporción molar que permitan la formación de geles puede utilizarse en la presente descripción.

Una solución coloidal-gel se forma mediante la combinación de al menos un precursor de gelificación con un solvente. Los solventes adecuados para utilizarse en la formación de una solución coloidal-gel incluyen halcones inferiores con de 1 a 6 átomos de carbono, preferiblemente 2 a 4, a pesar de que pueden utilizarse otros solventes conocidos por el experto en la técnica. Los ejemplos de solventes útiles incluyen, pero no se limitan a: metanol, etanol, isopropanol, acetato de etilo, acetoacetato de etilo, acetona, dicloroetano, tetrahidrofurano, y similares. También se pueden combinar múltiples solventes para obtener el nivel deseado de dispersión o para utilizar las propiedades del material de gel. La selección de solventes óptimos para los pasos de formación de solución coloidal-gel y del gel de esta forma dependen de los precursores, rellenos y aditivos específicos que se incorporan en la solución coloidal-gel; así como las condiciones de procesamiento objetivo para la fase de edificación y la extracción de la fase de líquido, y las propiedades deseadas del material final de los aerogeles.

También puede estar presente agua en la solución de precursor-solvente. El agua actúa para hidrolizar los precursores de alcóxidos de metal en precursores de hidróxido de metal. La región de hidrólisis puede ser (utilizando TEOS en solvente etanol como un ejemplo): $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 + 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Si}(\text{OH})_4 + 4(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})$. Los precursores de hidróxido de metal hidrolizados resultantes permanecen suspendidos en la solución

solvente en un estado "solución coloidal", ya sea como moléculas individuales o como clústeres de moléculas coloidales polimerizadas pequeñas (u olígomerizadas). Por ejemplo, la polimerización/condensación de los precursores Si(OH)_4 puede ocurrir como sigue: $2 \text{Si(OH)}_4 = (\text{OH})_3\text{Si-O-Si(OH)}_3 + \text{H}_2\text{O}$. Esta polimerización puede continuar hasta que los clústeres de moléculas SiO_2 (sílice) polimerizadas (u oligomerizadas) se formen.

Los ácidos y bases pueden incorporarse en la solución coloidal-gel para controlar el pH de la solución, y para catalizar las reacciones de hidrólisis condensación de los materiales precursores. A pesar de que puede utilizarse cualquier ácido para catalizar las reacciones precursoras y para obtener una solución con un bajo pH, los ácidos preferidos incluyen: HCl , H_2SO_4 , H_3PO_4 , ácido oxálico y ácido acético. Cualquier base igualmente puede utilizarse para catalizar las reacciones precursoras y para obtener una solución con un pH más alto, con una base preferible que comprende NH_4OH .

La solución coloidal-gel puede incluir precursores de coco-gelificación adicional, así como materiales de relleno y otros aditivos. Los materiales de relleno y los otros aditivos pueden dispensarse en la solución coloidal-gel en cualquier punto antes o durante la formación de un gel. Los materiales de relleno y otros aditivos también pueden incorporarse en el material de gel después de la gelificación a través de varias técnicas conocidas en la técnica. Preferiblemente, la solución coloidal-gel que comprende los precursores de gelificación, solventes, catalizadores, agua, materiales de relleno y otros aditivos es una solución homogénea que es capaz de efectivamente formar el gel bajo condiciones adecuadas.

Una vez que se ha formado y optimizado la solución coloidal-gel, los componentes formadores del gel en la solución coloidal-gel pueden desplazarse al material del gel. El proceso de transición de los componentes formadores del gel en un material de gel comprende un paso de formación de gel inicial en donde el gel se solidifica hasta el punto de gel del material del gel. El punto de gel del material del gel puede visualizarse como el punto en donde la solución gelificante exhibe resistencia al

flujo y/o forma un armazón polimérico sustancialmente continuo en todo su volumen. Se conoce un intervalo de técnicas formadores de gel por los expertos en la técnica. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a: el mantenimiento de la mezcla en un estado de reposo durante un periodo de tiempo suficiente; el ajuste del pH de la solución; el ajuste de la temperatura de la solución; dirigir una forma de energía sobre la mezcla
5 (ultravioleta, visible, infrarroja, microondas, ultrasonido, radiación de partícula, electromagnética); o una de sus combinaciones.

El proceso para la transición de los componentes formadores del gel a un material de gel también puede incluir un paso de añejamiento (también referido como curado) antes de la extracción de la fase de líquido. El añejamiento del material de gel después de que llega a su punto de gel además puede fortalecer el armazón de gel
10 aumentando el número de enlaces transversales dentro de la red. La duración del añejamiento del gel puede ajustarse para controlar varias propiedades dentro del material de aerogel resultante. Este procedimiento de añejamiento puede ser útil en la prevención de una pérdida de volumen potencial y el encogimiento durante la extracción de la fase de líquido. El añejamiento puede involucrar: el mantenimiento del gel (antes de la extracción) en un estado en reposo durante un periodo prolongado; el
15 mantenimiento del gel a temperaturas elevadas; adición de compuestos que promueven el enlace transversal; o cualquiera de sus combinaciones. Las temperaturas preferidas para el añejamiento son usualmente de entre aproximadamente 10°C y aproximadamente 100°C. El añejamiento de un material de gel típicamente continúa hasta la extracción de la fase de líquido del material de gel húmedo.

El periodo de tiempo para la transición de los materiales formadores de gel en un material de gel incluye tanto la duración de la formación de gel inicial (del inicio de la gelificación hasta el punto de gel), así como la duración de cualquier curación y añejamiento posterior del material de gel antes de la extracción de la fase de líquido (desde el punto de gel hasta el inicio de la fase de extracción de líquido). El periodo de tiempo total para la transición de los materiales formadores de gel en un
20 material de gel es típicamente de entre aproximadamente 1 minuto y varios días,
25

preferiblemente aproximadamente 30 horas o menos, aproximadamente 24 horas o menos, aproximadamente 15 horas o menos, aproximadamente 10 horas o menos, aproximadamente 6 horas o menos, aproximadamente 4 horas o menos, aproximadamente 2 horas o menos, aproximadamente 1 horas o menos, aproximadamente 30 minutos o menos, o aproximadamente 15 minutos o menos.

5

El material de gel resultante puede lavarse en un solvente secundario adecuado para reemplazar el solvente de la reacción primaria presente en el gel húmedo. Tales solventes secundarios pueden ser alcoholes monohídricos lineales de 1 o más átomos de carbono alifáticos, alcoholes dihidricos con 2 o más átomos de carbono, alcoholes ramificados, alcoholes cíclicos, alcoholes alcíclicos, alcoholes aromáticos, alcoholes polihídricos, éteres, cetonas, éteres cíclicos o sus derivados.

10

Una vez que se ha formado el material de gel y procesado, la fase líquida del gel entonces puede al menos parcialmente extraerse del gel húmedo utilizando métodos de extracción, incluyendo las técnicas de procesamiento y extracción innovadoras, para formar un material de aerogel. La extracción de la fase líquida, entre otros factores, juega un papel importante en la modificación de las características de los aerogeles, tales como porosidad y densidad, así como propiedad relacionadas tales como conductividad térmica. En general, los aerogeles se obtienen cuando una fase de líquido se extrae de un gel en una forma que causa un bajo encogimiento de la red porosa y el armazón del gel húmedo.

15

20

Los aerogeles se forman comúnmente mediante la remoción de la fase móvil líquida del material de gel a una temperatura y presión cerca o por arriba del punto crítico de la fase móvil de líquido. Una vez que se ha alcanzado el punto crítico (casi crítico) o excedido (supercrítico) (es decir la presión y la temperatura del sistema está a o más arriba que la presión crítica y la temperatura crítica, respectivamente), aparece una nueva fase supercrítica en el fluido que es diferente de la fase líquida o de vapor. El solvente después puede removerse sin introducir una interface de líquido-vapor, presión capilar, o cualquier limitación de transferencia de masa asociada, típicamente asociada con los límites de líquido-vapor. Adicionalmente, la fase

25

supercrítica es más visible con solventes orgánicos en general, de esta forma teniendo la capacidad de una mejor extracción. Los co-solventes y los cambios de solvente también se utilizan comúnmente para optimizar el proceso de secado del fluido supercrítico.

5 Si aparece la evaporación o extracción por debajo del punto supercrítico, las fuerzas capilares generadas por la evaporación del líquido pueden causar encogimiento y colapso de poros dentro del material de gel. El mantenimiento de la fase móvil cerca o por arriba de la presión y temperatura críticas durante el proceso de extracción del solvente reduce los efectos negativos de tales fuerzas capilares. En ciertas modalidades de la presente descripción, el uso de condiciones casi críticas justo por debajo del punto crítico del sistema solvente puede permitir la producción de los
10 materiales o composiciones de aerogel con suficiente bajo encogimiento, de esta forma produciendo un producto final comercialmente viable.

Se conocen en la técnica varias técnicas de extracción de aerogel adicionales, incluyendo un intervalo de diferentes métodos en el uso de fluido supercrítico se en los aerogeles secos. Por ejemplo, Kistler (J. Phys. Chem. (1932) 36:
15 52-64) describe un proceso de extracción supercrítico simple en donde el solvente de gel se mantiene por arriba de su presión y temperatura críticos, por lo tanto, reduciendo las fuerzas capilares evaporantes y manteniendo la integridad estructural de la red de gel. La patente de EUA No. 4,610,863 describe un proceso de extracción en donde el solvente del gel se intercambia con un dióxido de carbono líquido y posteriormente se extrae a condiciones en donde el dióxido de carbono está en un estado supercrítico. La
20 patente de EUA No. 6670402 en señal extracción de una fase líquida de un gel mediante un rápido intercambio de solvente inyectando dióxido de carbono supercrítico (en lugar de líquido) en un extractor que ha sido precalentado y pre-presurizado a condiciones sustancialmente súper críticas o más altas, por lo tanto, produciendo aerogeles. La patente de EUA No. 5962539 describe un proceso para obtener un aerogel de un material polimérico que está en la forma de una solución coloidal-gel en un
25 solvente orgánico, mediante el intercambio del solvente orgánico por un fluido condona

temperatura supe crítica por debajo de la temperatura de la descomposición del polímero, y extrayendo supercríticamente el fluido/solución coloidal-gel. La patente de EUA No. 6315971 describe un proceso para producir composiciones de gel que comprenden: secar un gel húmedo que comprende sonidos de gel y un agente de secado para eliminar el agente de secado bajo condiciones de secado suficientes para reducir el encogimiento del gel durante el secado. La patente de EUA No. 5420168 describe un proceso a través del cual se pueden fabricar aerogeles de Resorcinol/Formaldehído utilizando un simple procedimiento de secado con aire. La patente de EUA No. 5565142 describe las técnicas de secado en donde la superficie del gel se modifica para ser más fuerte y más hidrófoba, de tal forma que el armazón del gel y los poros pueden resistir el colapso durante el secado o extracción supercrítico a temperatura ambiental. Otros ejemplos para extraer una fase de líquido del material de los aerogeles pueden encontrarse en las patentes de EUA Nos. 5275796 y 5395805.

Una modalidad preferida para la extracción de una fase líquida de un gel húmedo utiliza condiciones supercríticas de dióxido de carbono, por ejemplo: en primer lugar cambiar sustancialmente el solvente primario presente en la red de poros del gel con dióxido de carbono líquido; y después calentar el gel húmedo (típicamente en un autoclave) más allá de la temperatura crítica del dióxido de carbono (aproximadamente 31.06°C) y aumentar la presión del sistema a una presión mayor que la presión crítica del dióxido de carbono (aproximadamente 73.77 bar (1070 psig)).

La presión alrededor del material de gel puede fluctuar ligeramente para facilitar la remoción del fluido de dióxido de carbono supercrítico del gel. El dióxido de carbono puede hacerse recircular a través del sistema de extracción para facilitar la remoción continua del solvente primario del gel húmedo. Finalmente, la temperatura y la presión lentamente regresan a condiciones ambiente para producir un material de aerogel seco. El dióxido de carbono también puede pre-procesarse en un estado supercrítico antes de ser inyectado en una cámara de extracción.

Un ejemplo de un método alternativo para formar un aerogel incluye la acidificación de los precursores de óxido metálico básicos (tal como silicato de sodio)

en agua para hacer un hidrogel. Los subproductos de sal pueden removerse del precursor de ácido silícico mediante intercambio de ión y/o levando posteriormente los geles formados con agua. La remoción del agua de los poros del gel puede llevarse a cabo mediante el intercambio con un solvente orgánico polar tal como etanol, metanol, o acetona. La fase líquida en el gel después se extrae al menos parcialmente utilizando técnicas de procesamiento y extracción innovadoras.

Otro ejemplo de un método alternativo para formar aerogeles incluye, la reducción de las fuerzas de presión capilares dañinas en la interfaz de solvente/poro mediante modificación química de los materiales de la matriz en su estado de gel húmedo vía la conversión de los grupos hidroxilo en la superficie en trimetilsililéteres hidrófobos, por lo tanto, permitiendo la extracción de la fase líquida de los materiales de gel a temperaturas y presiones por debajo del punto crítico del solvente.

La producción a gran escala de los materiales o composiciones de aerogel puede complicarse por dificultades relacionadas con la formación continua de los materiales de gel a una gran escala; así como las dificultades relacionadas con extracción de la fase de líquido de materiales de gel en grandes volúmenes utilizando técnicas de procesamiento y extracción innovadoras. Los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción preferiblemente se acomodan para la producción a gran escala. En ciertas modalidades, los materiales de gel de la presente descripción pueden producirse a gran escala a través de un proceso de moldeo y gelificación continuo. En ciertas modalidades, los materiales o composiciones de aerogel de la presente descripción se producen a gran escala lo que requiere el uso de recipientes de extracción a gran escala. Los recipientes de extracción a gran escala de la presente descripción pueden incluir recipientes de extracción que tienen un volumen de aproximadamente 0.1 m^3 o más, aproximadamente 0.25 m^3 o más, aproximadamente 0.5 m^3 o más, o aproximadamente 0.75 m^3 o más.

Las composiciones de aerogel de la presente descripción pueden tener un grosor de 15 mm o menor, 10 mm o menor, 5 mm o menor, 3 mm o menor, 2 mm o menor, o 1 mm o menor.

El material o composición de aerogel seco además puede procesarse para optimizar las propiedades objetivo del material o composición de aerogel. En ciertas modalidades, las composiciones de aerogel secas pueden someterse a uno o más tratamientos con calor, tales como pirolisis, para producir una composición de aerogel tratará con calor. Se puede utilizar un tratamiento de calor cuidadosamente controlado para reducir o estabilizar el contenido de combustible hidrocarbonado de un material o composición de aerogel, lo que puede mejorar las propiedades HOC y T_d correspondientes del material o composición de aerogel. En ciertas modalidades, el tratamiento con calor de una composición de aerogel seca puede tomar lugar bajo un intervalo de temperaturas, presiones, duraciones, y condiciones atmosféricas.

En ciertas modalidades de la presente descripción, una composición de aerogel seca puede someterse a una temperatura de tratamiento de 200°C o más alta, 250°C o más alta, 300°C o más alta, 350°C o más alta, 400°C o más alta, 450°C o más alta, 500°C o más alta, 550°C o más alta, 600°C o más alta, 650°C o más alta, 700°C o más alta, 750°C o más alta, 800°C o más alta, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores.

En ciertas modalidades de la presente descripción, una composición de aerogel seca puede someterse a uno o más tratamientos con calor durante un tiempo de 3 horas o más, entre 10 segundos y 3 horas, entre 10 segundos y 2 horas, entre 10 segundos y 1 hora, entre 10 segundos y 45 minutos, entre 10 segundos y 30 minutos, entre 10 segundos y 15 minutos, entre 10 segundos y 5 minutos, entre 10 segundos y 1 minuto, entre 1 minuto y 3 horas, entre 1 minuto y 1 hora, entre 1 minuto y 45 minutos, entre 1 minuto y 30 minutos, entre 1 minuto y 15 minutos, entre 1 minuto y 5 minutos, entre 10 minutos y 3 horas, entre 10 minutos y 1 hora, entre 10 minutos y 45 minutos, entre 10 minutos y 30 minutos, entre 10 minutos y 15 minutos, entre 30 minutos y 3 horas, entre 30 minutos y 1 hora, entre 30 minutos y 45 minutos, entre 45 minutos y 3 horas, entre 45 minutos y 90 minutos, entre 45 minutos y 60 minutos, entre 1 hora y 3 horas, entre 1 hora y 2 horas, entre 1 hora y 90 minutos, o en un intervalo entre cualquiera de dos de estos valores.

En ciertas modalidades de la presente descripción, una composición de aerogel seca puede someterse a una temperatura de tratamiento se entre 200°C y 750°C durante un tiempo de entre 10 segundos y 3 horas.

El tratamiento con calor del material o composición de aerogel puede tomar lugar en un entorno con oxígeno reducido. Dentro del contexto de la presente descripción, el término "ambiente con oxígeno reducido" se refiere a una atmósfera que comprende una concentración en volumen de 10% en volumen de oxígeno o menos (que está por debajo de la cantidad de oxígeno en el aire ambiental a condiciones estándar). Un ambiente con oxígeno reducido puede comprender atmósferas presurizadas positivas que tienen concentraciones elevadas de gases inertes, incluyendo (pero no limitándose a) nitrógeno, argón, helio, neón, argón, y xenón. Un ambiente con oxígeno reducido también puede comprender atmósferas al vacío con concentraciones de oxígeno reducidas, incluyendo vacíos y vacíos parciales. Un ambiente con oxígeno reducido además puede incluir atmósferas contenidas en un recipiente sellado en donde la combustión limitada ha consumido una porción del contenido de oxígeno en la atmósfera sellada. Un ambiente con oxígeno reducido puede comprender 10% en volumen de oxígeno o menos, 8% en volumen de oxígeno o menos, 6% en volumen de oxígeno o menos, 5% en volumen de oxígeno o menos, 4% en volumen de oxígeno o menos, 3% en volumen de oxígeno o menos, 2% en volumen de oxígeno o menos, o 1% en volumen de oxígeno o menos. Un ambiente con oxígeno reducido puede comprender entre 0.1 a 10% en volumen de oxígeno, entre 0.1 a 5% en volumen de oxígeno, entre 0.1 a 3% en volumen de oxígeno, entre 0.1 a 2% en volumen de oxígeno, o entre 0.1 a 1% en volumen de oxígeno. En una modalidad de la presente descripción, un material o composición de aerogel hidrófobo se trata en una atmósfera con oxígeno reducido que comprende de entre aproximadamente 85% a aproximadamente 99.9% de gas inerte (tal como nitrógeno). En una modalidad preferida de la presente descripción, una composición de aerogel hidrófobo se trata con calor en una atmósfera con oxígeno reducido que comprende de entre aproximadamente 95% a aproximadamente 99.9% de gas inerte (tal como nitrógeno) a una temperatura de entre aproximadamente 200°C y aproximadamente 800°C

durante un tiempo de entre aproximadamente 1 minuto y aproximadamente 3 horas.

El tratamiento con calor de un material o composición de aerogel puede ser altamente perjudicial a varias propiedades de ciertos materiales de aerogel. Por ejemplo: Rao *et al* (J. Sol-Gel Sci. Tech., 2004, 30: 141-147) enseña un material de aerogel hecho de precursores TEOS con una variedad de reactivos hidrófobos (incluyendo MTMS, MTES, TMES, PhTES, ETES, DMCS, TMCS y HMDZ) adicionados a través de ambas, la co-gelificación y la derivatización de superficie para proporcionar hidrofobicidad, pero en donde todos pierden hidrofobicidad cuando se exponen a temperaturas por arriba de 310°C (excepto el co-gel DMCS, que es estable a hasta 390°C, y el co-gel PhTES, que es estable a hasta 520°C); Liu *et al.* (J. Sol-Gel Sci. Tech., 2012, 62: 126-133) enseña un material de aerogel hecho de precursores de silicato de sodio que se tratan con HMDZ para proporcionar hidrofobicidad, pero que pierden su hidrofobicidad cuando se exponen a temperaturas por arriba de 430°C en atmósferas estándar; Zhou *et al.* (Inorg. Mat., 2008, 44-9:976-979) enseña un material de aerogel hecho de precursores TEOS que se tratan con TMCS para proporcionar la hidrofobicidad, pero que pierden su hidrofobicidad cuando se exponen a temperaturas por arriba de 500°C en una atmósfera estándar. En una modalidad, el tratamiento con calor del material o composición de aerogel de la presente descripción se limita a exposiciones de temperatura por debajo de 950°C, por debajo de 900°C, por debajo de 850°C, por debajo de 800°C, por debajo de 750°C, por debajo de 700°C, por debajo de 650°C, o por debajo de 600°C.

En ciertas modalidades, la presente descripción proporciona materiales, composiciones y métodos de procesamiento de aerogel, que permite en un tratamiento con calor controlado para reducir o estabilizar el contenido de combustible hidrocarbonado del material de aerogel (por lo tanto mejorando las propiedades correspondientes del material de aerogel tales como HOC y Td); y que también permite que el material de aerogel mantenga los niveles funcionales de hidrofobicidad altas temperaturas, incluyendo exposiciones a temperaturas de aproximadamente 550°C o más, y exposiciones a temperaturas de aproximadamente 650°C o más.

Las modalidades de la presente descripción pueden practicarse usando cualquiera de las técnicas de procesamiento, extracción y tratamiento explicadas en la presente, así como otras técnicas de procesamiento, extracción y tratamiento conocidas en la técnica para producir aerogeles, materiales de tipo aerogel, y composiciones de aerogel como se define en la presente.

5 Las composiciones de aerogel pueden reforzarse con fibra con varios materiales de refuerzo de fibra para obtener un producto compuesto flexible, elástico y conformable. El material de refuerzo de fibra puede agregarse a los geles en cualquier punto en el proceso de gelificación para producir una composición de gel fibrosa, húmeda. La composición de gel húmeda después puede secarse para producir una
10 composición de aerogel reforzada con fibra. El material de refuerzo difícil puede estar en la forma de fibras discretas, materiales tejidos, materiales no tejidos, guata, redes, esteras, y filtros. Los refuerzos de fibra pueden hacerse de materiales fibrosos orgánicos, materiales fibrosos inorgánicos, o sus combinaciones.

En una modalidad preferida, el material de refuerzo de fibra no tejida se incorpora en la composición de aerogel como una hoja continua de material de refuerzo
15 de fibra interconectado o entrelazado. La fase líquida después puede al menos parcialmente extraerse de las hojas de gel reforzadas con fibra para producir una composición de aerogel reforzada de fibra de tipo hoja.

La composición de aerogel también puede incluir un opacante para reducir el componente radiativo de la transferencia de calor. En cualquier punto anterior a la formación de gel, sus compuestos o precursores opacantes pueden
20 dispersarse en la mezcla que comprende los precursores de gel. Los ejemplos de compuestos opacantes incluyen, pero no se limitan a: Carburo de Boro [B₄C], Diatomita, ferrita de Manganeseo, MnO, NiO, SnO, Ag₂O, B₁₂O₃, negro de carbono, óxido de titanio, óxido de hierro-titanio, óxido de aluminio, silicato de zirconio, óxido de zirconio, óxido de hierro (II), dióxido de manganeso, óxido de hierro-titanio (ilmenita), óxido de cromo, carburos (tales como SiC, TiC o WC), o sus mezclas. Los ejemplos de precursores del
25 compuesto o incluyen, pero no se limitan a: TiOSO₄ o TiOCl₂.

Los materiales y composiciones de aerogel de la presente descripción han demostrado que son altamente efectivos como materiales aislantes. Sin embargo, la aplicación de los métodos y materiales de la presente descripción no prevé limitarse a aplicaciones relacionadas con el aislamiento. Los métodos y materiales de la presente descripción pueden aplicarse a cualquier sistema o aplicación que se beneficiaría de la combinación única de propiedades o procedimientos provistos por los materiales y los métodos de la presente descripción.

Los siguientes ejemplos proporcionan varias modalidades y propiedades no limitantes de la presente descripción.

EJEMPLO 1 -

Se utilizó silicato de sodio de grado K como un precursor, que comprendió una proporción de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 2.88 en peso, y contuvo 31.7% en peso de SiO_2 y 11% en peso de Na_2O . el metilsiliconato de sodio estuvo disponible como 30% de $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$ en agua. El silicato de sodio y el metilsiliconato de sodio se combinaron de tal forma que el 31.4% de la masa de aerogel resultante se originó del metilsiliconato de sodio ($\text{SiO}_{1.5}\text{CH}_3$ de $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$), con un contenido orgánico hidrófobo esperado de 7.0% en peso dentro del material de aerogel.

Esta combinación se diluyó con agua antes de agregarla a 32% de H_2SO_4 de tal forma que hubo 9.68% en peso de sólidos de sílice (6.64% en peso de SiO_2 y 3.04% en peso de $\text{SiO}_{1.5}\text{CH}_3$) se enfriaron en la solución coloidal acidificada. Ambos H_2SO_4 y el Na_2SiO_3 10°C en un baño helado. Na_2SiO_3 se agregó lentamente al H_2SO_4 con rápida agitación. Esta adición exotérmica se hizo a una velocidad tal que la temperatura nunca estuvo por arriba de 12°C para evitar la gelificación. La solución coloidal se enfrió a 4°C para incitar la precipitación de algo del $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. La temperatura de la solución se mantuvo a 4°C. Para además precipitar el sulfato de sodio, se agregó etanol en una cantidad equivalente a 68.7% del volumen de la solución coloidal acuosa, de tal forma que la relación molar de los componentes en la solución coloidal fue de 1:0.409:2.34:6.97:0.156 de Si (de silicato de potasio):Si (de metil

siliconato):EtOH:H₂O:H₂SO₄. El Na₂SO₄ se removió inmediatamente por filtración al vacío.

Los geles se moldearon a necesidad del aerogel objetivo de 0.07-0.08 g/cm³ mediante la adición de hidróxido de amonio diluido (10% en volumen de 28% NH₄OH en agua) como catalizador. Se utilizó 85% en volumen de solución coloidal, 5% en volumen de EtOH, y 10% en volumen de la corriente del catalizador (adicionados durante unos cuantos segundos). Después de la adición del catalizador, la solución coloidal se agitó a 300 rpm por 30 s, después se mordió en una fase de refuerzo difiera y se dejó formar el gel. Después de la curación durante aproximadamente 1 h, los materiales del aerogel se colocaron en un baño con EtOH con una proporción en volumen de EtOH:gel de 3:1 por 6 h para reducir el contenido de agua antes del año 1000. Éstos después se dejaron durante 14 h a 68°C en fluido de añejamiento de etanol conteniendo 0.8% peso/vol de NH₃ a una relación de fluido:gel de 3:1. Los cupones se sometieron a extracción del solvente con CO₂ supercrítico, y después se secaron durante 2 h a 110°C.

La fase de refuerzo de la fibra fue una guata PD de sílice con fibras con un diámetro de nueve micrones, aproximadamente 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 0.11 g/cm² (3.8 oz/pie cuadrado). El material de aerogel resultante fue de aproximadamente 45% en peso de aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando una densidad de aerogel de 0.07-0.08 g/cm³).

EJEMPLO 2 -

Las soluciones coloidales se hicieron por la co-hidrolización de TEOS y MTES en EtOH y H₂O con catalizador ácido. La relación molar de los materiales de la solución coloidal se ajustó para obtener aerogel es con aproximadamente 7.0% en peso de contenido orgánico dentro del material de aerogel. La solución coloidal se agitó por 4 h a 60°C, después se enfría temperatura ambiente. Hubo aproximadamente un 3% de pérdida del volumen de la solución coloidal durante la hidrólisis, y se agregó EtOH para

devolver la solución coloidal a su volumen original.

Se agregaron 0.5M de NH_4OH a la solución coloidal combinado, con una densidad de aerogel objetivo de $0.07\text{-}0.08\text{ g/cm}^3$. La solución coloidal se mordió en una fase de refuerzo difiera y dio el gel. Después de la curación durante aproximadamente 1 h, los materiales de aerogel se añejaron durante aproximadamente 16 h a 68°C en fluido de añejamiento de etanol conteniendo 0.8% peso/volumen de NH_3 a una relación de fluido:gel de 3:1. Los cupones sometieron a extracción de solvente con CO_2 supercrítico, y después secaron por 2 h a 110°C .

A fase de refuerzo con fibra fue una guata PD de sílice con fibras con un diámetro de nueve micrones, aproximadamente 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 0.11 g/cm^2 (3.8 oz/pie cuadrado). El material de aerogel resultante fue de aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente $0.16\text{-}0.20\text{ g/cm}^3$ (dando una densidad aerogel $0.07\text{-}0.08\text{ g/cm}^3$).

EJEMPLO 3 –

Los Soles se hacen mediante la co-hidrólisis de TEOS y MTES en EtOH y H_2O con un catalizador ácido. La proporción molar de los materiales de la solución coloidal se ajustaron para obtener aerogel es con aproximadamente 7.0% en peso de contenido orgánico dentro del material de aerogel. La solución coloidal se agitó por 4 h a 60°C , después se enfría temperatura ambiente. Se incorporó carburo de boro [B_4C], negro de carbono, dióxido de manganeso, óxido de titanio, o silicato de zirconio en lotes separados de la solución coloidal combinado, que después se agitó por no menos de una hora.

Se agregaron 0.5M de NH_4OH a la solución coloidal combinado, con una densidad de aerogel objetivo de $0.07\text{-}0.08\text{ g/cm}^3$. La solución coloidal se mordió en una fase de refuerzo con fibra y se dejó formar el gel. Después de la curación por aproximadamente 1 h, los materiales de aerogel se añejaron por aproximadamente 16

h a 68°C en fluido de añejamiento en etanol conteniendo 0.8% peso/vol de NH_3 a una proporción de fluido:gel de 3:1. Los cupones se sometieron a extracción de solvente con CO_2 supercrítico, y después se secaron por 2 h a 110°C.

A fase de refuerzo con fibra es una guata PD de sílice con fibras con un diámetro de 9 micrones, aproximadamente de 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 3.8 oz/pie cuadrado. El material de aerogel resultante es de aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso definida, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando una densidad de aerogel de 0.07-0.08 g/cm³).

EJEMPLO 4 -

La solución coloidal de polietilsilicato se produjo mediante la hidrólisis de TEOS en EtOH y H₂O con un catalizador ácido, y después agitando a temperatura ambiente por no menos de 6h. La solución coloidal de polimetilsilsesquioxano se produjo hidrolizando MTES en EtOH y H₂O con un catalizador ácido, y después agitando a temperatura ambiente por no menos de 6h. Los soles de Polietilsilicato (TEOS) y polimetilsilsesquioxano (MTES) se combinaron con el fin de obtener aerogeles con aproximadamente 10-11% en peso de contenido orgánico. Se incorporó carburo de silicio en polvo (Polvo F1200) o dióxido de titanio en polvo en lotes separados de la solución coloidal combinado, con una proporción en peso de la solución coloidal a polvo de aproximadamente 15:1. La solución coloidal combinado se agitó por no menos de 1h.

Se agregaron 0.5M NH_4OH a la solución coloidal combinada, con una densidad objetivo de los aerogeles finales de 0.07-0.08 g/cm³. La solución coloidal se moldeó en una fase de refuerzo de fibra de vidrio, no tejida y dejó formar el gel. Los materiales de aerogel se añejaron por no menos de 10 h en fluido de añejamiento de etanol conteniendo 0.5% en peso/vol de NH_3 . Los cupones se sometieron a extracción de solvente con CO_2 supercrítico, y después se secó con calor convencional a aproximadamente 180°C.

El material de aerogel resultante tuvo aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando 0.07-0.08 g/cm³ de densidad de aerogel).

EJEMPLO 5 -

5

La solución coloidal de polietilsilicato se produjo por la hidrólisis de TEOS en EtOH y H₂O con un catalizador ácido, y después agitando a temperatura ambiente por no menos de 6h. La solución coloidal de polimetilsilsesquioxano se produjo por la hidrólisis de MTES en EtOH y H₂O con un catalizador ácido, y después agitando a temperatura ambiente por no menos de 6h. Las soluciones coloidales de polietilsilicato (TEOS) y polimetilsilsesquioxano (MTES) se combinaron con el fin de obtener aerogeles con aproximadamente 10-11% en peso de contenido orgánico. Se incorporó óxido de hierro, carburo de titanio, diatomita, ferrita de manganeso u óxido de hierro-titanio en lotes separados de la solución coloidal combinado. La solución coloidal combinada se agitó por no menos de 1h.

15

Se agregaron 0.5M de NH₄OH a la solución coloidal combinada, con una densidad objetivo de los aerogeles finales de 0.07-0.08 g/cm³. La solución coloidal se moldeó en una fase de refuerzo de fibra de vidrio, no tejida y dejó formar el gel. Los materiales de aerogel se añejaron por no menos de 10 h en fluido de añejamiento de etanol conteniendo 0.5% en peso/vol de NH₃. Los cupones se sometieron a extracción de solvente con SO₂ supercrítico, y después se secaron con calor convencional a aproximadamente 180°C.

20

El material de aerogel resultante fue de aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando 0.07-0.08 g/cm³ de densidad de aerogel).

25

EJEMPLO 6 -

Las soluciones coloidales se hicieron por medio de la co-hidrólisis de TEOS y un hidrófobo de organosilano, en EtOH y 1 mM ácido oxálico acuoso. Los co-precusores del hidrófobo de organosilano podrían seleccionarse de los siguientes: metil trimetoxisilano (MTMS), metil trietoxisilano (MTES), trimetil etoxisilano (TMES), etil trietoxisilano (ETES), y fenil trietoxisilano (PhTES). En este ejemplo, se usó PhTES como el hidrófobo de organosilano. La proporción molar de EtOH:H₂O:ácido oxálico se mantuvo constante a 5:7: 1.26x10⁻⁴, el ácido oxálico introducido junto con el agua como 1 mM de ácido oxálico. Se proveyó una relación molar de TEOS y PhTES con el fin de obtener aerogeles con 8.0 y 9.0% en peso contenido orgánico hidrófobo en cada caso, y la densidad objetivo fue de 0.07-0.08 g/cm³. Las relaciones molares de los componentes de la solución coloidal para estas dos formulaciones fueron 0.0719:1:8.98:12.57:2.26x10⁻⁴ y 0.0825:1:9.18:12.85:2.31x10⁻⁴ de PhTES:TEOS:EtOH:H₂O:ácido oxálico, respectivamente.

Las soluciones coloidales se agitaron por 15 min, después moldearon en una fase de refuerzo con fibra, y dejaron gelificar en un horno a 60°C. Después de la curación por 21-33 h a 60°C, los materiales de aerogel se añejaron por 22 h a 68°C en fluido de añejamiento de etanol conteniendo 0.8% en peso/vol de NH₃ a una relación de fluido:gel de 3:1. Los cupones se sometieron a extracción de solvente con CO₂ supercrítico, y después se secaron por 2 h a 110°C.

La fase de refuerzo de fibra fue una guata PD de sílice con fibras con un diámetro de 9 micrones, aproximadamente 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 0.11 g/cm² (3.8 oz/pie cuadrado). El material de aerogel resultante tuvo aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando 0.07-0.08 g/cm³ de densidad de aerogel).

EJEMPLO 7 –

Las soluciones coloidales se hicieron mediante la co-hidrólisis de TEOS y PhTES en MeOH con 1 mM de catalizador de ácido oxálico acuoso. La proporción molar de MeOH:H₂O:ácido oxálico se mantuvo constante a 66:7:1.26x10⁻⁴, introduciendo el ácido oxálico junto con el agua como 1 mM de ácido oxálico. La densidad objetivo fue de 0.07-0.08 g/cm³ para todas las formulaciones. El contenido de PhTES fue variable para obtener aerogeles con 7.0, 11.0, o 19.0% en peso de contenido orgánico objetivo. Las proporciones molares de los componentes de la solución coloidal para estas formulaciones fueron de 1:0.062: 16.57:1.76:3.16x10⁻⁵, 1:0.105:18.15:1.93:3.47x10⁻⁵, y 1:0.217:22.18:2.35:4.24x10⁻⁵ de TEOS:PhTES:MeOH:H₂O:ácido oxálico, respectivamente. Las soluciones coloidales se agitaron por 24 h a 28°C.

Para la gelificación de las soluciones coloidales hidrolizadas, se agregó 1 M de NH₄OH en una cantidad que adiciona 1 mol de H₂O por cada mol de H₂O en el paso previo. Esto contribuye 0.0316, 0.0347, o 0.0424 moles de NH₄OH por mol de TEOS para las formulaciones orgánicas de 7.0, 11.0, y 19.0% en peso, respectivamente. Las soluciones coloidales se agitaron por 3 min, después moldearon en una fase de refuerzo con fibra, y dejaron gelificar a 28°C. Los geles se curaron a temperatura ambiente por 2 días, después empaparon en un baño de etanol por 4 días con etanol fresco cada 24 h. Los cupones se sometieron a extracción de solvente con CO₂ supercrítico, y después secaron por 2 h a 110°C.

La fase de refuerzo con fibra fue una guata PD de sílice con fibras con un diámetro de 9 micrones, aproximadamente 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 0.11 g/cm² (3.8 oz/pie cuadrados). El material de aerogel resultante tuvo aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando 0.07-0.08 g/cm³ de densidad de aerogel).

EJEMPLO 8 -

Las soluciones coloidales se hicieron por la co-hidrólisis de tetrametilortosilicato (TMOS) y PhTES en MeOH con 86 mM del catalizador de NH_4OH . La proporción molar entre los solventes y el catalizador se mantuvo constante a 11:5:3.7x10⁻³ de MeOH:H₂O:NH₄OH, introduciendo el NH₄OH junto con el agua como 86 mM de NH₄OH. La densidad objetivo fue de 0.07-0.08 g/cm³ para todas las formulaciones. El contenido de PhTES fue variable para obtener aerogeles con 7.0, 11.0, o 19.0% en peso de contenido orgánico objetivo. Las proporciones molares de los componentes de la solución coloidal para estas formulaciones fueron 1:0.062:16.61:7.55:5.59x10⁻³, 1:0.105:18.04:8.20:6.07x10⁻³, y 1:0.217:21.78:9.90:7.33x10⁻³ TMOS:PhTES:MeOH:H₂O:NH₄OH, respectivamente.

Las soluciones coloidales se agitaron por 15 min, después moldearon en una fase de refuerzo con fibra, y se dejaron gelificar. Los geles se curaron a temperatura ambiente por 3 días, después empaparon en un baño de etanol por 4 días con etanol fresco cada 24 h. Los cupones se sometieron a extracción de solvente con CO₂ supercrítico, y después secaron por 2 h a 110°C.

La fase de refuerzo con fibra fue una guata PD de sílice con fibras con un diámetro de 9 micrones, aproximadamente 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 3.8 oz/pies cuadrados. El material de aerogel resultante tuvo aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando 0.07-0.08 g/cm³ de densidad de aerogel).

EJEMPLO 9 -

Las soluciones coloidales se hicieron por medio de la co-hidrólisis de TEOS y 1,2-bis(trietoxisilil)etano (BTESE) en EtOH y H₂O con 1M de catalizador de HCl. Los aerogeles con 7.0, 8.0, o 9.0% en peso de contenido orgánico se obtuvieron usando relaciones molares de TEOS:BTESE:EtOH:H₂O:HCl de 1:0.223:13.84:3.46:2.42x10⁻³, 1:0.275:15.04:3.76:2.63x10⁻³, y 1:0.334:16.24:4.06:2.84x10⁻³, respectivamente. En cada caso, la proporción entre los solventes y el catalizador se mantuvo constante a 8:2:1.4x10⁻³ de EtOH:H₂O:HCl mientras el contenido de BTESE fue variable. La solución coloidal se agitó por 4 h a 60°C, después enfrió a temperatura ambiente. Hubo aproximadamente un 3% de pérdida del volumen de la solución coloidal durante la hidrólisis, y se agregó EtOH para regresar la solución coloidal a su volumen original.

Para gelificar la solución coloidal hidrolizada, se agregó NH₄OH diluido, de tal forma que la solución coloidal moldeada final contuvo 8.0% en volumen de 0.5 M NH₄OH, y densidad objetivo de los aerogeles finales fue de 0.07-0.08 g/cm³. La solución coloidal se moldeó en una fase de refuerzo con fibra y dejó gelificar. Después de la curación durante aproximadamente 1 h, los materiales de aerogel se añejaron por aproximadamente 16 h a 68°C en fluido de añejamiento de etanol conteniendo 0.8 % en peso/vol de NEb a una relación de fluido:gel de 3:1. Los cupones se sometieron a extracción de solvente con CO₂ supercrítico, y después secaron por 2 h a 110°C.

La fase de refuerzo con fibra fue una guata PD de sílice con fibras con un diámetro de 9 micrones, aproximadamente 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 0.11 g/cm² (3.8 oz/pie cuadrados). El material de aerogel resultante tuvo aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando 0.07-0.08 g/cm³ de densidad de aerogel).

EJEMPLO 10 -

Se usó silicato de sodio de grado K como un precursor, que comprende una proporción de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 2.88 en peso, y contiene 31.7% en peso de SiO_2 y 11% en peso de Na_2O . El precursor de silicato de sodio primero se diluyó con agua, después se agregó a 32% de H_2SO_4 . La solución resultante comprende 10.34% en peso de SiO_2 , 1.34 M DE Na^+ , y 1.50 M DE H^+ en la solución coloidal acidificada. Ambos, el H_2SO_4 y el Na_2SiO_3 se enfriaron a 10°C en un baño helado, después se agregó lentamente Na_2SiO_3 a la solución de H_2SO_4 con rápida agitación. Esta adición exotérmica se hace a una velocidad tal, que la temperatura nunca el mayor de 12°C para evitar la gelificación. La solución coloidal se enfrió a 4°C para provocar la precipitación de algo del $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. La temperatura de la solución se mantuvo a 4°C .

Se agregó THF en una cantidad hasta que el 6.72% en peso de SiO_2 se encuentra en la solución coloidal final, por lo tanto además precipitando el Na_2SO_4 . El Na_2SO_4 se remueve inmediatamente por filtración al vacío, y se agrega NaCl a la solución de la solución coloidal filtrada hasta que la solución se satura. El NaCl induce la separación de una fase acuosa y una orgánica. El 95% del H_2O se removió de la fase orgánica, y 100% del SiO_2 se dividió en la fase orgánica. La fase orgánica se aisló, con un contenido sólido esperado de aproximadamente 0.18 g SiC/ml . Se agregó etanol en una cantidad equivalente al 104% del volumen de la capa de THF, de tal forma que la proporción molar de los componentes en la solución coloidal es 1(Si):6.256(EtOH):0.975(H_2O):4.115(THF).

Un precursor de la solución coloidal en solución se preparó, que comprende: 69.4% en peso MTES con 2.7 de $\text{H}_2\text{O}:\text{Si}$ (proporción en moles) y 70 mM de ácido acético (99.7%) diluidos con EtOH , lo que proporcionar un 26% esperado en peso de contenido sólido [$\text{SiO}_{1.5}(\text{CH}_3)$]. La proporción molar de MTES: $\text{EtOH}:\text{H}_2\text{O}:\text{HOAc}$ es de 1:0.624:2.703:0.0199. La solución de la solución coloidal se agitó por 5 h en un termo, después se extinguió por enfriamiento.

Se combinaron 85.9% en volumen de solución coloidal de ácido silícico

(1a) y 14.1% en volumen de solución coloidal de MTES (1b) y agitaron por 2 h, con un 31.4% en peso esperado de la masa de aerogel final que se origina del componente hidrófobo ($\text{SiO}_{1.5}\text{CH}_3$ de MTES), y un contenido orgánico hidrófobo esperado de 7.0% en peso.

5 Los geles se moldearon a una densidad de aerogel objetivo de 0.07-0.08 g/cm^3 por medio de la adición de EtOH hidróxido de amonio diluido (2.5% en volumen de 28% NH_4OH en agua) como catalizador. Se usaron 67% en volumen de solución de solución coloidal, 21% en volumen de EtOH, y 12% en volumen de corriente de catalizador (adicionados durante unos cuantos segundos). Después de la adición del catalizador, la solución coloidal se agitó 300 rpm por 30 s, después moldeó en una fase de refuerzo con fibra y dejó gelificar. Después de la curación por aproximadamente 1 h,
10 los materiales de aerogel se añejaron por aproximadamente 16 h a 68°C en fluido de añejamiento de etanol conteniendo 0.8 % en peso/vol de NH_3 a una proporción de fluido:gel de 3:1. Los cupones se sometieron a extracción de solvente con CO_2 supercrítico, y después se secaron por 2 h a 110°C.

La fase de refuerzo con fibra es una guata PD de sílice con fibras con un
15 diámetro de 9 micrones, aproximadamente 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 0.11 g/cm^2 (3.8 oz/pie cuadrados). El material de aerogel resultante es de aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm^3 (dando 0.07-0.08 g/cm^3 de densidad de aerogel).

20

25

EJEMPLO 11 –

Se usó silicato de sodio de grado K, que tiene 2.88 de $\text{SiO}_2\text{:Na}_2\text{O}$ en peso, contiene 31.7% en peso de SiO_2 y 11% en peso de Na_2O , y tiene una densidad de 1.48 g/ml. Primero se diluyó con agua de tal forma que la solución diluida contiene 22.1% en peso original de silicato de potasio (7.0% en peso de SiO_2). Al silicato de sodio diluido se le hace un intercambio de ión haciéndolo pasar a través de resina Na^+ amberlita. El ácido silícico resultante después se gelifica por la adición de H_2O y 1 M del catalizador NH_4OH de tal forma que el diluyente H_2O y la corriente del catalizador constituyen 6.9% en volumen y 0.4% en volumen, respectivamente, del hidrosol final. La solución coloidal se agitó a 300 rpm por 30 segundos antes del moldeo en una fase de refuerzo con fibra y la gelificación. La proporción molar de $\text{Si:H}_2\text{O:NH}_3$ es 1:47.8:0.0016 y la densidad del aerogel de sílice objetivo es 0.07-0.08 g/cm³. Los geles se añejaron a 50°C por 3 h. El intercambio de solvente con etanol se llevó a cabo tres veces en 36 h, después el etanol se intercambió con hexano tres veces en 36 h.

La fase de refuerzo con fibra es una guata PD de sílice con fibras con un diámetro de 9 micrones, aproximadamente 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 0.11 g/cm² (3.8 oz/pie cuadrados). El material de aerogel resultante es de aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando 0.07-0.08 de densidad de aerogel, sin incluir el tratamiento hidrófobo).

El tratamiento hidrófobo del gel húmedo se hace con uno de los siguientes agentes de sililación hidrófobos: metiltrimetoxisilano (MTMS), metiltriethoxisilano (MTES), viniltrimetoxisilano (VTMS), feniltrimetoxisilano (PhTMS), feniltriethoxisilano (PhTES), o dimetildimetoxisilano (DMDMS). La silanización de los geles se lleva a cabo en un baño de hexano con 20% en volumen de hidrófobo a 50°C por 24 h usando una proporción de 4:1 de fluido:gel. La proporción molar del hidrófobo en el fluido a Si en el gel está en el intervalo de 2.8 - 5.0 dependiendo de cuál hidrófobo se usa. Los geles se lavaron con hexano dos veces en 24 h, después sometieron a extracción de solvente con CO_2 supercrítico CO_2 , y después secaron por 2 h a 110°C.

EJEMPLO 12 -

El gel de sílice se preparó por la hidrólisis y condensación de TEOS, diluido en EtOH, en la presencia del catalizador de ácido oxálico. La proporción molar de TEOS:EtOH:H₂O:ácido oxálico es de 1:7.60:10.64:1.92x10⁻⁴, introduciendo el ácido oxálico junto con el agua como 1 mM de ácido oxálico. La densidad de aerogel de sílice objetivo es de 0.07-0.08 g/cm³. La solución coloidal se agitó por 15 min, después se moldeó en una fase de refuerzo con fibra, y dejó gelificar en un horno a 60°C.

La fase de refuerzo con fibra es una guata PD de sílice con fibras con un diámetro de 9 micrones, aproximadamente 10 mm de grosor con una densidad de aproximadamente 0.11 g/cm² (3.8 oz/pie cuadrados). El material de aerogel resultante es de aproximadamente 45% en peso aerogel y 55% en peso de fibra, dando como resultado una densidad de material esperada de aproximadamente 0.16-0.20 g/cm³ (dando 0.07-0.08 g/cm³ de densidad de aerogel, sin incluir el tratamiento hidrófobo).

El gel se transfirió a un baño con 20% en volumen de un reactivo hidrófobo en metanol y calentó a 45°C por 24 h usando una proporción de 4:1 de fluido:gel. El reactivo hidrófobo es uno de los siguientes: metiltrimetoxisilano (MTMS), metiltriethoxisilano (MTES), etiltriethoxisilano (ETES), o feniltriethoxisilano (PhTES). La proporción molar del hidrófobo en el fluido a Si en el gel está en el intervalo de 2.8 - 4.8 dependiendo de cuál hidrófobo se usó. Los geles después se lavaron con EtOH tres veces, 6 h cada vez, a 45°C, después se sometieron a extracción de solvente con SO₂ supercrítico, y después secaron por 2 h a 110°C.

EJEMPLO 13 -

Los ejemplos 1, 2, 6, 7, 8, y 9 produjeron composiciones de aerogel con aproximadamente 7.0-9.0% en peso de contenido orgánico hidrófobo en el material de aerogel (3.0-5.0% en peso del compuesto) esperado en cada ejemplo. El ejemplo 4 produjo composiciones de aerogel con aproximadamente 9.0-11.0% en peso de contenido orgánico hidrófobo en el material de aerogel (4.0-6.0% en peso del compuesto). Los ejemplos 7 y 8 también produjeron composiciones de aerogel con aproximadamente 11.0% en peso y 19.0% en peso de PhTES contenido orgánico hidrófobo en el material de aerogel (6.0-9.0% en peso del compuesto). Los ejemplos 3 y 5 pueden producir composiciones de aerogel con aproximadamente 9.0-11.0% en peso de contenido orgánico hidrófobo en el material de aerogel bajo condiciones de producción ajustadas (cantidad de material hidrófobo, tiempo, temperatura, etc.). Los ejemplos 10-12 pueden producir composiciones de aerogel con aproximadamente 7.0-9.0% en peso de contenido orgánico hidrófobo en el material de aerogel bajo condiciones de producción ajustadas (cantidad de material hidrófobo, tiempo, temperatura, etc.).

Las muestras producidas en los ejemplos 1, 2, 6, 7, 8, y 9, así como las muestras producidas en el Ejemplo 4 que comprenden carburo de silicio en polvo, se sometieron a tratamiento con calor en un horno de tubo bajo N_2 , con una velocidad de aumento de temperatura del $10^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta alcanzar una selección de temperaturas de tratamiento en el intervalo de entre 200°C y 700°C . Después de completar un período de tiempo del tratamiento, el horno se dejó enfriar a una rampa de enfriamiento de $5^\circ\text{C}/\text{min}$, y las muestras se removieron.

Las muestras tratadas incluyeron: 7% de muestras MTES del Ejemplo 2; 7% de muestras de $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$ del Ejemplo 1; 7%, 8% y 9% de muestras BTESE del Ejemplo 9; 8% y 9% de muestras PhTES del Ejemplo 6; 7%, 11% y 19% de muestras PhTES del Ejemplo 7; y 7%, 11% y 19% de muestras PhTES del Ejemplo 8. Las muestras se sometieron a tratamiento con calor bajo varias temperaturas en el intervalo de entre 200°C y 700°C , durante tiempos en el intervalo de entre 10 segundos y 1 hora. Las

muestras que se trataron a 475°C por 10 minutos y 525°C por 10 minutos se seleccionaron para pruebas adicionales.

Las muestras producidas en el Ejemplo 4 que comprenden dióxido de titanio en polvo se sometieron a tratamiento con calor sellando los cupones de la muestra de cada lote en bolsas de acero inoxidable e insertando las bolsas en un horno inerte precalentado a varias temperaturas de entre 450°C y 800°C por un período no mayor de 60 minutos.

Las muestras tratadas del Ejemplo 4 (dióxido de titanio en polvo o carburo de silicio en polvo) se identificaron en la presente descripción por el material en polvo (S = Carburo de silicio; T = dióxido de titanio), por la temperatura del tratamiento con calor (450-800) y por la duración del tratamiento (0-60).

El tratamiento con calor de las muestras de 7%, 8% y 9% de BTESE mostró signos de descomposición partiendo a aproximadamente 475°C. En el tratamiento con calor de las muestras de PhTES, todas mostraron signos de especies fenilo inestables altas temperaturas por arriba de 400°C.

EJEMPLO 14 -

La Tabla 1 presenta mediciones de densidad para muestras de compuestos de aerogel tratados del Ejemplo 13. Las mediciones de la densidad se completaron de acuerdo con ASTM C167. Todas las muestras de aerogel compuestas tuvieron densidades medidas por debajo de 0.216 g/cm³.

EJEMPLO 15 -

La Tabla 1 presenta las mediciones de la conductividad térmica (TC) para muestras de compuestos de aerogel tratados del Ejemplo 13. Las mediciones TC se completaron de acuerdo con ASTM C177 a una temperatura de aproximadamente 37.5°C y una compresión de 0.14 bar (2 psi) (muestras de 8x8) o 0.55 bar (8 psi) (muestras de 4x4).

Todas las muestras compuestas de aerogel tratadas tuvieron mediciones de conductividad térmica a o por debajo de 31.6 mW/m-K.

EJEMPLO 16 -

Una composición de aerogel con aproximadamente 7.0-8.0% en peso de contenido orgánico hidrófobo típicamente se espera que sea hidrófila según se produce, con un valor de absorción de agua C1511 esperado (bajo una inmersión de 15 minutos en condiciones ambientales) de aproximadamente 350% en peso o más alta.

La Tabla 1 presenta las mediciones de la absorción de agua líquida para las muestras compuestas de aerogel tratadas del Ejemplo 13, tanto antes como después del tratamiento con calor con oxígeno reducido. Todas las mediciones hicieron de acuerdo con ASTM C1511 (bajo una inmersión de 15 minutos en condiciones ambientales).

Las muestras pre-tratadas para 7% de MTES y 7% de $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$ ambas tuvieron mediciones de absorción de agua líquida por arriba de 400% en peso de absorción de agua. Las muestras pre-tratadas para 7%, 8% y 9% de BTESE todas tuvieron mediciones de absorción de agua líquida por arriba de 340% en peso de absorción de agua. Las muestras pre-tratadas para materiales PhTES todas tuvieron mediciones de absorción de agua líquida por arriba de 280%.

Las muestras pre-tratadas para 7% de MTES tuvieron mediciones de absorción de agua líquida de aproximadamente 0.0% en peso de absorción de agua, que

es inferior a las muestras pre separado tratadas para 7% de MTES. Las muestras pre-tratadas para 7% de $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$ tuvieron mediciones de absorción de agua líquida de aproximadamente 81% en peso de absorción de agua (para las muestras tratadas a 475°C por 10 min). Todas las muestras post-tratadas para BTESE tuvieron mediciones de absorción de agua líquida por arriba de 290% en peso de absorción de agua. Todas las muestras post-tratadas para PhTES tuvieron mediciones de absorción de agua líquida por arriba de 275% en peso de absorción de agua.

EJEMPLO 17 -

La Tabla 1 presenta las mediciones del calor de combustión (HOC) para muestras de compuestos de aerogel tratadas del Ejemplo 13, tanto antes como después del tratamiento con calor con oxígeno reducido. Las mediciones HOC se completaron de acuerdo con las condiciones comparables con las normas de medición ISO 1716.

Las muestras pre-tratadas para 7% de MTES tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 2512.08 J/g; las muestras post-tratadas (tratadas con calor a 525°C por 10 min) tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 1779.39 J/g. Las muestras pre-tratadas para 7% de $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$ tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 1737.522 J/g; las muestras post-tratadas (tratadas con calor a 525°C por 10 min) tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 586.152 J/g. Las muestras pre-tratadas para 9% de BTESE tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 3265.70 J/g; las muestras post-tratadas para 9% de BTESE (tratadas con calor a 525°C por 10 min) tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 1193.24 J/g. Las muestras pre-tratadas para 9% de PhTES (del Ejemplo 3-1) tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 1829.63 J/g; las muestras post-tratadas (tratadas con calor a 525°C por 10 min) tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 602.89 J/g. Las muestras pre-tratadas para 7% de PhTES (del Ejemplo 3-3) tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 1469.57 J/g; las muestras post-tratadas (tratadas con calor a 400°C por 10 min) tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 502.42 J/g. Las muestras pre-tratadas para 11% de PhTES (del Ejemplo 3-3) tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 1687.28 J/g; las muestras

post-tratadas (tratadas con calor a 400°C por 10 min) tuvieron mediciones HOC de aproximadamente 460.55 J/g.

EJEMPLO 18 -

La Figura 1 muestra el análisis de RMN en Estado Sólido CP/MAS ^{29}Si Solid para muestras con 7% de MTES del Ejemplo 13, tanto antes como después del
5 tratamiento con calor con oxígeno reducido a 525°C por 10 minutos.

Las muestras pre-tratadas para 7% de MTES mostraron proporciones de $\text{T}^{1-2}:\text{T}^3$ de aproximadamente 0.463, y proporciones de $\text{Q}^{2-3}:\text{Q}^4$ de aproximadamente 1.961. Las muestras con post-tratamiento para 7% de MTES mostraron proporciones
de $\text{T}^{1-2}:\text{T}^3$ de aproximadamente 0.272, y proporciones de $\text{Q}^{2-3}:\text{Q}^4$ de aproximadamente
10 0.842. Los picos traslapados desconvolucionaron individualmente integrados para obtener las proporciones.

EJEMPLO 19 -

La Figura 2 muestra el análisis TGA/DSC para muestras con 7% de MTES, muestras con 7% de $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$, muestras con 9% de BTESE, y muestras con 9% PhTES
15 (Ejemplo 3-1) del Ejemplo 13, tanto antes como después del tratamiento con calor con oxígeno reducido a 525°C por 10 minutos. El análisis TGA/DSC se completó para temperaturas en el intervalo de temperatura ambiente hasta 1000°C, con un nivel aumentado de 20°C/min.

La Tabla 1 presenta las temperaturas al inicio de la descomposición
20 térmica (°C) para las muestras post-tratadas, con base en las gráficas del análisis TGA/DSC mostradas en la Figura 2.

Las muestras post-tratadas para 7% de MTES (tratadas con calor a 525°C por 10 min) tuvieron mediciones Td de aproximadamente 545°C. Las muestras post-tratadas para 7% de $\text{NaSiO}_3\text{CH}_3$ (tratadas con calor a 525°C por 10 min) tuvieron
mediciones Td de aproximadamente 600°C. Las muestras post-tratadas para 9% de
25

BTESE (tratadas con calor a 525°C por 10 min) tuvieron mediciones Td de aproximadamente 460°C. Las muestras post-tratadas para 9% de PhTES (tratadas con calor a 525°C por 10 min) tuvieron mediciones Td de aproximadamente 595°C.

Tabla 1 –

Ejempl o	Densidad del Compuest o (g/cm ³)	Conductivi dad térmica** (mW/m-K)	Absorció n de agua Líquida* (% en peso)	Absorció n de agua Líquida* * (% en peso)	HOC* (J/g)	HOC** (J/g)	Td** (°C)
1	0.173	30.5	~450	81.0	1741.71	594.53	600
2	0.159	25.1	~425	0.0	2516.27	1783.58	544
4-T-5- 600	0.206	15.9	-	5.8	-	1126.23	636
4-T- 10-600	~0.200	-	-	0.9	-	-	626
4-T-5- 625	0.187	15.8	-	4.5	-	1327.22	624
4-T- 10-625	~0.185	-	-	1.7	-	-	625
4-T- 10-650	0.203	16.85	-	1.5	-	1109.50	636

5

10

15

20

25

Ejempl o	Densidad del Compuest o (g/cm ³)	Conductivi dad térmica** (mW/m-K)	Absorció n de agua Líquida* (% en peso)	Absorció n de agua Líquida* * (% en peso)	HOC* (J/g)	HOC** (J/g)	Td** (°C)
4-T- 20-650	~0.200	-	-	1.5	-	-	625
4-T- 10-525	0.202	16.0	-	2.5	-	1486.31	609
4-T- 10-550	0.216	18.0	-	0.0	-	1323.03	610
4-T- 10-575	0.212	-	-	0.0	-	1436.07	625
6-8%	0.142	-	475	401.0	252	-	-
6-9%	0.148	21.0	480	432.0	1829.63	602.89	594
7-7%	0.185	20.3	450	360.0	2993.56	611.27	-
7-11%	0.182	24.9	371	311.0	3634.14	1473.75	-
7-19%	0.199	31.2	283	277.0	4504.99	2390.66	-
8-7%	0.180	17.9	403	354.0	1469.57	552.66	-
8-11%	0.177	17.5	412	413.0	1687.28	657.33	-

5

10

15

Ejempl o	Densidad del Compuest o (g/cm³)	Conductivi dad térmica** (mW/m-K)	Absorció n de agua Líquida* (% en peso)	Absorció n de agua Líquida* * (% en peso)	HOC* (J/g)	HOC** (J/g)	Td** (°C)
8-19%	0.175	18.7	461	404.0	2223.19	1268.60	-
9-7%	0.182	-	~400	343.0	2562.32	-	-
9-8%	0.180	-	~355	328.0	-	-	-
9-9%	0.183	31.6	~345	297.0	3265.70	1201.61	459
*	Antes del tratamiento con calor con oxígeno reducido						
**	Después del tratamiento con calor con oxígeno reducido a 475°C-525°C por 10 min, a menos que se indique otra cosa						
-	No se tomó ninguna medición						

20

Como se usa en la presente, la conjunción "y" prevé ser inclusiva y la conjunción "o" no prevé ser exclusiva a menos que se indique otra cosa. Por ejemplo, la frase "o, alternativamente" prevé ser exclusiva.

25

El uso de los términos "un", "uno, una", "el, la", o referentes similares en el contexto de describir la descripción (especialmente en el contexto de las reivindicaciones) se construirá para cubrir tanto el singular como el plural, a menos que

se indique otra cosa en la presente o se contradiga claramente por el contexto.

Los términos "que comprende," "que tiene", "que incluye" y "que contiene" se construirán como términos abiertos (es decir, significando "que incluye, pero no se limita a") a menos que se indique otra cosa.

5 Como se utiliza en la presente, el término "aproximadamente" se refiere a un grado de desviación típico para una propiedad, composición, cantidad, valor o parámetro particular como se identifica; tales como desviaciones con base en errores experimentales, errores de medición, errores de aproximación, errores de cálculo, desviaciones estándar de un valor medio, ajustes de rutina menores, etc.

10 La mención de los intervalos de valores en la presente meramente prevé servir como un método abreviado de referencia individual para cada valor separado que cae dentro del intervalo, a menos que se indique otra cosa en la presente, y cada valor separado se incorpora dentro de la especificación como si se mencionara individualmente en la presente.

15 Se hace constar que, con relación a esta fecha, el mejor método conocido por la solicitante para llevar a la práctica la citada invención, es el que resulta claro de la presente descripción de la invención.

20

25

REIVINDICACIONES

1. Un método que comprende:
 - a) Proporcionar una solución precursora que comprende materiales precursores de gel de sílice y un solvente;
 - b) Combinar la solución precursora con un material de refuerzo;
 - c) Permitir que los materiales precursores de gel de sílice en la solución precursora hagan la transición dentro de una composición de gel para formar un compuesto de gel a base de sílice reforzado;
 - d) Extraer al menos una porción de un solvente del compuesto de gel a base de sílice, reforzado, para obtener un compuesto de aerogel a base de sílice reforzado; y
 - e) Exponer el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado a uno o más tratamientos de calor en una atmósfera con oxígeno reducido a una temperatura entre 500°C y 700°C, en donde el compuesto de aerogel a base de sílice reforzado no es expuesto a una temperatura superior a 700 °C por más de 1 minuto durante uno o más tratamientos térmicos;

en donde el método además comprende incorporar al menos un silicio de enlace hidrófobico en el compuesto de aerogel a base de sílice reforzado antes de la etapa e).

en donde el compuesto de aerogel a base de sílice reforzado después del tratamiento térmico tiene una absorción de agua líquida de 40% en peso o menos,

y

en donde el compuesto de aerogel a base de sílice reforzado después del tratamiento térmico tiene un calor de combustión de 3001.94 J/g o menos.

2. Un método que comprende exponer un compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado que comprende al menos un silicio de enlace hidrófobico a uno o más tratamientos con calor en una atmósfera con oxígeno reducido a una temperatura

entre 500°C y 700°C, en donde el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado no es expuesto a una temperatura superior a 700 °C por más de 1 minuto durante uno o más tratamientos térmicos .

3. El método de la reivindicación 1 o reivindicación 2, caracterizado porque la duración total de uno o más tratamientos con calor en una atmósfera con oxígeno reducido del compuesto reforzado de aerogel a base de sílice es entre 1 minuto y 60 minutos.
4. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado comprende una hoja de material de refuerzo de fibra.
5. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado tiene un contenido orgánico hidrófobo de entre 2% en peso y 12% en peso antes del uno o más tratamientos con calor y después del uno o más tratamientos con calor.
6. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, caracterizado porque el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado después del uno o más tratamientos con calor tiene una absorción de agua líquida inferior con relación al compuesto de gel a base de sílice, reforzado antes del uno o más tratamientos con calor.
7. Un compuesto de aerogel reforzado que comprende una estructura a base de sílice, al menos un silicio de enlace hidrofóbico y un material de refuerzo; caracterizado porque el compuesto de aerogel reforzado tiene las siguientes propiedades: una absorción de agua líquida de 40% en peso o menor; un inicio de la descomposición térmica de los materiales orgánicos hidrófobos de 515°C o más alta; un calor de combustión de 3001.94 J/g o menos; y una conductividad térmica de 40 mW/(m-K) o menos.
8. El compuesto de aerogel reforzado de la reivindicación 7, caracterizado porque comprende una hoja de material de refuerzo de fibra.
9. El compuesto de aerogel reforzado de cualquiera de las reivindicaciones 7-8, caracterizado porque tiene las siguientes propiedades: inicio de la descomposición térmica de los materiales orgánicos hidrófobos entre 515°C y

635°C; calor de combustión entre 1109.50 J/g y 3001.94 J/g; y conductividad térmica de entre 15 mW/(m-K) y 40 mW/(m-K).

10. El compuesto de aerogel reforzado de cualquiera de las reivindicaciones 7-9, caracterizado porque tiene las siguientes propiedades: inicio de la descomposición térmica de los materiales orgánicos hidrófobos entre 525°C y 635°C; y calor de combustión entre 1109.50 J/g y 2512.08 J/g.
11. El compuesto de aerogel reforzado de la reivindicación 10, caracterizado porque tiene una o más de las siguientes propiedades: inicio de la descomposición térmica de los materiales orgánicos hidrófobos entre 550°C y 635°C; o calor de combustión entre 1109.50 J/g y 2302.74 J/g.
12. El compuesto de aerogel reforzada de la reivindicación 10, caracterizado porque tiene una o más de las siguientes propiedades: inicio de la descomposición térmica de los materiales orgánicos hidrófobos entre 575°C y 635°C; o calor de combustión entre 1109.50 J/g y 1884.06 J/g.
13. El compuesto de aerogel reforzado de cualquiera de las reivindicaciones 7-12, caracterizado porque el contenido orgánico hidrófobo en el compuesto de aerogel reforzado es de entre aproximadamente 2% en peso y aproximadamente 12% en peso.

Señor
DIRECTOR DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
E. S. D.

REF: Expediente No. **NC2017/0003835**, solicitud de patente de invención a favor de **Aspen Aerogels, Inc.** Título: **“MATERIALES DE AEROGEL HIDROFOBOS MEJORADOS”**

RESPUESTA A EXAMEN DE FONDO

JUAN PABLO CADENA SARMIENTO, portador de la tarjeta profesional No. 57.492 del C.S.J., obrando como apoderado de la sociedad solicitante me permito dar respuesta al Oficio No. 14494 relacionado con la patentabilidad de la presente invención y notificado el 5 de diciembre de 2018.

1. Capítulo Reivindicatorio

En primer lugar, me permito resaltar que el Capítulo Reivindicatorio de la presente solicitud ha sido modificado de la siguiente manera:

- Las reivindicaciones 5, 8-12 y 14 han sido eliminadas del Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial;
- La expresión “*composición de gel a base de sílice, reforzada*” ha sido reemplazada por “*compuesto de gel a base de sílice, reforzado*” a lo largo del Capítulo Reivindicatorio Modificado;
- La reivindicación 1 ha sido modificada para mencionar que en la etapa (e) del método, el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado no es expuesto a una temperatura superior a 700°C por más de 1 minuto durante uno o más tratamientos térmicos. Asimismo, esta reivindicación ahora menciona que:
 - el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado después del tratamiento térmico tiene una absorción de agua líquida de 40% en peso o menos, y
 - el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado después del tratamiento térmico tiene un calor de combustión de 3001.94 J/g o menos.

Esta modificación tiene sustento a lo largo del Capítulo Descriptivo de la solicitud;

- La reivindicación 2 ha sido modificada para mencionar que el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado no es expuesto a una temperatura superior a 700 °C por más de 1 minuto durante uno o más tratamientos térmicos;

- Las antiguas reivindicaciones 16, 17, 18, 19 (nuevas reivindicaciones 9, 10, 11, 12) ha sido modificadas para corregir las unidades de calor de combustión y conductividad térmica de conformidad con el Sistema Internacional de Medidas;
- La antigua reivindicación 13 (nueva reivindicación 7) ha sido modificada para mencionar que el compuesto de aerogel reforzado tiene la siguiente propiedad: un calor de combustión de 3001.94 J/g o menos, y una conductividad térmica de 40mW/(m-K) o menos. Esta modificación presenta sustento en las páginas 2 y 17 del Capítulo Descriptivo de la solicitud;
- La reivindicación 16 (nueva reivindicación 9) ha sido modificada para eliminar la referencia a la propiedad (i) absorción de agua líquida de 40% en peso o menor;
- la numeración y dependencia de las reivindicaciones ha sido modificada según lo anteriormente mencionado.

Teniendo en cuenta lo anterior, de manera atenta me permito resaltar que las modificaciones realizadas al Capítulo Reivindicatorio **no** corresponden a una ampliación de la materia originalmente reclamada. Por lo tanto, el Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial cumple con los lineamientos establecidos por la Decisión Andina 486.

2. Título

A este respecto, me permito resaltar que, siguiendo la amable sugerencia del Examinador, y con el ánimo de facilitar el trámite, el título de la invención se modifica de la siguiente manera:

"Compuestos de aerogel hidrófobos, a base de sílice, reforzados mejorados, y un Método de fabricación de los mismos"

Considerando lo anterior, de manera respetuosa solicito que la objeción a este respecto sea retirada.

3. Capítulo Descriptivo

Considerando, la sugerencia del señor Examinador, adjunto al presente memorial el Capítulo Descriptivo de la invención, modificado, que comprende las correcciones necesarias en cuanto a las unidades de ciertos parámetros, de conformidad con el Sistema Internacional de Unidades. Específicamente las unidades cal/g han sido cambiadas a J/g. Adicionalmente, y con el propósito de proporcionar un mayor entendimiento, la nomenclatura de las unidades g/cc, ha sido modificada a g/cm³, lo que en realidad corresponde a lo mismo.

Por lo anterior, de manera atenta solicito que las modificaciones efectuadas a la Memoria Descriptiva de la solicitud sean tenidas en cuenta en el análisis de la presente respuesta.

4. Claridad de las Reivindicaciones

i) En primer lugar, con relación al soporte del Capítulo reivindicatorio en la descripción de la solicitud, de manera atenta me permito resaltar que las reivindicaciones han sido modificadas con el fin de especificar de forma aún más clara la materia reclamada.

Sin embargo, y pese a lo anterior, me permito manifestar que las expresiones “*solución precursora*”, “*material de refuerzo*” “*silicio de enlace hidrofóbico*” se encuentran definidas dentro del alcance de la invención, por lo que de ninguna manera su referencia evita evidenciar la acción de los compuestos reclamados.

De hecho, los ejemplos citados en la Tabla 1. del Oficio Técnico No. 14494, si bien se encuentran incluidos en los ejemplos del Capítulo Descriptivo de la solicitud, estos, es decir, los ejemplos de una invención son de carácter ilustrativos, más no restrictivos. En sí, en este punto me permito llamar la atención del señor Examinador, en el hecho que, dentro de la descripción de una solicitud se incluyen ejemplos y referencias a dibujos con el fin de que una invención pueda ser comprendida en su totalidad, así como también, la misma pueda ser reproducida por cualquier persona medianamente versada en la materia.

En este sentido, y considerando que los ejemplos de una solicitud de patente son comparativos y permiten ilustrar de la mejor manera la invención, la sugerencia del Examinador, en cuanto a restringir la solicitud enteramente a los ejemplos de la solicitud, correspondería a una limitación injusta del concepto inventivo desarrollado por el Solicitante, ya que si el capítulo reivindicatorio llegase a ser restringido únicamente por los ejemplos presentados, cualquier tercero podría impunemente tomar parte de la totalidad de la invención desarrollada. Así las cosas, de manera atenta, solicito a ese Despacho que las objeciones a este respecto sean retiradas, y que la redacción de las reivindicaciones sea aceptada tal y como se encuentran en el Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta.

ii) Con relación a la reivindicación 1 y a la mención de condiciones específicas dentro de las etapas, tales como tiempo, temperatura, solventes, concentración de reactivos, entre otros, me permito resaltar que el método reclamado por la solicitud ha sido modificado de tal manera que ahora se mencionan características esenciales adicionales que permiten entender de manera más clara la invención.

Adicionalmente, de igual forma me permito llamar la atención del señor Examinador, en que el método de la reivindicación 1, tal y como se encuentra reclamado en el Capítulo Reivindicatorio adjunto al presente memorial, comprende cinco (5) etapas contundentes que especifican elementos, condiciones y características esenciales necesarias para poder reproducir dicho método. Por lo tanto, no es necesario especificar condiciones adicionales como las sugeridas por el Examinador, ya que las ahora mencionadas son las necesarias para resolver el problema técnico planteado por esta invención.

En este sentido, de manera atenta, solicito a ese Despacho el retiro de las objeciones a este respecto.

iii) Con respecto a la reivindicación 2 de la presente solicitud, además de solicitar a ese Despacho que las modificaciones realizadas sean tenidas en cuenta, me permito resaltar que contrario a lo estipulado por el Examinador, la reivindicación 2 no se encuentra incluida dentro de la reivindicación 1, ya que la misma es independiente y no comprende la misma secuencia de etapas recitadas por la reivindicación 1, ni tampoco las mismas características técnicas allí recitadas.

Concretamente, la reivindicación 2 corresponde a una realización preferida de la invención y por lo tanto, de ninguna manera puede ser considerada como implícita dentro de la reivindicación 1. Adicionalmente, según el numeral 2.6.4.1 de la Guía para Examen de Solicitudes de Patente de Invención y Modelo de Utilidad, es posible que la solicitud de patente pueda contener más de una reivindicación independiente, ya que la misma es autosuficiente y contiene todas las características esenciales de la invención.

Por lo tanto, de manera atenta, solicito a ese Despacho el retiro de las objeciones al respecto.

iv) En cuanto a las reivindicaciones 6 y 7, me permito manifestar nuestro total desacuerdo en cuanto a las objeciones al respecto, ya que estas reivindicaciones, ahora reivindicaciones 5 y 6 respectivamente si bien presentan dependencia con respecto a reivindicaciones posteriores, las mismas se dirigen a especificar:

- El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado **tiene un contenido orgánico hidrófobo de entre 2% en peso y 12% en peso antes del uno o más tratamientos con calor y después del uno o más tratamientos con calor.**
- El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, caracterizado porque el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado **después del uno o más tratamientos con calor tiene una absorción de agua líquida inferior con relación al compuesto de gel a base de sílice, reforzado antes del uno o más tratamientos con calor.**

siendo evidente que cada reivindicación especifica características concretas, esenciales y necesarias del método reclamado, las cuales proporcionan información adicional del objeto de la solicitud. Además de esto, me permito resaltar que estas reivindicaciones son reivindicaciones dependientes que contienen todas las características de la reivindicación de la cual depende y además: i) hacen referencia a ésta; y ii) adicionan una o más características que limitan el objeto a proteger.

Así las cosas, y considerando que como reivindicaciones dependientes que son, éstas se refieren al método reclamado en las reivindicaciones anteriores, es entendible que las mismas aporten características relevantes de los elementos involucrados en dicho método. Por lo tanto, de manera atenta solicito a ese Despacho el retiro de las objeciones al respecto.

v) Con relación a las unidades $mW/M+K$, $mW/M*K$, cal/g presentes en las reivindicaciones, de manera atenta me permito manifestar que estas unidades han sido modificadas de conformidad con el Sistema Internacional de medidas. Por ende, solicito el retiro de las objeciones a este respecto.

vi) Con referencia a las reivindicaciones 8-12, respetuosamente me permito resaltar que estas reivindicaciones han sido eliminadas del pliego reivindicatorio. Por lo tanto, atentamente solicito el retiro de las objeciones al respecto.

vii) Ahora bien, en cuanto a la descripción de las reivindicaciones 8-14, 16-20 mediante parámetros, me permito manifestar inicialmente que las reivindicaciones 8-12 y 14 han sido eliminadas del pliego reivindicatorio.

Por otro lado, y en cuanto a las reivindicaciones restantes, me permito resaltar que estas se refieren a un compuesto de aerogel reforzado que comprende una estructura a base de sílice, al menos un silicio de enlace hidrofóbico y un material de refuerzo, el cual está caracterizado porque el compuesto de aerogel reforzado tiene por características principales propiedades como (i) absorción de agua líquida, (ii) calor de combustión, (iii) conductividad térmica, y (iv) temperatura de inicio de descomposición térmica. Así las cosas, los parámetros allí definidos corresponden a elementos que permiten diferenciar la invención del arte anterior.

Concretamente, dichos parámetros son valores característicos de propiedades mensurables, o definidos como combinaciones matemáticas de varias variables. Así, teniendo en cuenta que el compuesto de aerogel se encuentra definido de igual forma mediante sus características estructurales, la inclusión de parámetros es totalmente aceptable, por lo que dichas reivindicaciones deberían ser consideradas dentro del examen de patentabilidad.

En este sentido, considerando lo anterior, de la manera más atenta, solicito a este despacho que las modificaciones hechas a las reivindicaciones sean tenidas en cuenta, y que adicionalmente los parámetros mencionados sean considerados como parte fundamental que permite caracterizar de forma más precisa la invención.

viii) Por otro lado, con respecto a la reivindicación 13 (nueva reivindicación 7), me permito llamar la atención del señor Examinador, en el hecho que esta reivindicación ha sido modificada y ahora se reclama un compuesto de aerogel reforzado que comprende:

- una estructura a base de sílice;

- al menos un silicio de enlace hidrofóbico; y
- un material de refuerzo;

en donde dicho compuesto de aerogel reforzado presenta propiedades concretas e importantes que permiten obtener una descripción específica. Por lo tanto, seguir la sugerencia del señor Examinador, en cuanto a incluir proporciones de los elementos, además, de corresponder a una restricción injusta del concepto inventivo que ha sido desarrollado por el inventor, no tendría coherencia alguna, ya que, la nueva reivindicación 7 se dirige a un compuesto *per se*.

Por lo anterior, atentamente, solicito a ese Despacho retirar las objeciones al respecto.

ix) En cuanto a los términos *“materiales precursores de gel de sílice”, “solvente”, “material de refuerzo”, “silicio de enlace hidrofóbico”, “hoja de material de refuerzo de fibra”, “estructura a base de sílice”*, me permito resaltar que estos de ninguna manera le restan claridad a las reivindicaciones de la presente invención, ya que los mismos se encuentran relacionados con el alcance descrito dentro de la descripción de la solicitud. Además, estas expresiones son conocidas por cualquier persona con conocimientos básicos en el área técnica de la invención, por lo que serían entendidas a cabalidad.

Así las cosas, de manera formal, solicito el retiro de las objeciones al respecto.

x) Con relación a las expresiones *“al menos una porción”, “uno o más”, “al menos”, “o más”, “o menos”, “más alta”, “o menor”, y “aproximadamente”*, me permito resaltar que estas expresiones son comunes en el campo técnico de esta invención, además de ser claras dentro del contexto de la presente solicitud. De hecho, me permito llamar la atención del Examinador en el hecho que limitar las reivindicaciones mediante el reemplazo de dichos términos por rangos específicos (tal y como lo sugiere el Examinador) sería una restricción injusta de la materia a la que el Solicitante tiene derecho a proteger.

Adicionalmente, y contrario a los señalamientos establecidos en el Oficio No. 14494, me permito manifestar que estos términos de ninguna manera pueden ser considerados imprecisos, ni tampoco elementos que no permiten una comparación de la invención con el arte previo, ya que cualquier persona normalmente versada en la materia entendería el significado de los mismos. En este sentido, me permito mencionar que el numeral 2.6.5.1. de la Guía para Examen de Solicitudes de Patente de Invención y Modelo de Utilidad menciona que *“El significado y alcance de las palabras de las reivindicaciones debe ser el que normalmente se les da en el área técnica de la solicitud, y tiene que ser claro para la persona del oficio normalmente versada en la materia con la sola lectura de las reivindicaciones (...)”*. En consecuencia, El Examinador debería leer cada reivindicación dando a las palabras el significado y alcance que normalmente tienen en el estado del arte a menos que el Capítulo Descriptivo les otorgue un significado especial.

Por lo tanto, es claro que los términos objetados no corresponden a términos generales o imprecisos, pero sí a términos que son usuales en este tipo de invenciones, y que de igual forma pueden ser comprendidos por cualquier persona normalmente versada en la materia. En consecuencia, de manera atenta me permito solicitar el retiro de las objeciones al respecto.

5. Nivel Inventivo

i) Con respecto al nivel inventivo de las reivindicaciones 1, 13 y sus respectivas reivindicaciones dependientes, me permito resaltar que contrario a los señalamientos establecidos por Examinador, la presente solicitud, tal y como se encuentra reclamada en el Capítulo Reivindicatorio adjunto a este memorial difiere en diferentes aspectos con los documentos del arte anterior citados en el Oficio Técnico No. 14494.

Particularmente, me permito resaltar que las reivindicaciones independientes 1 y 13 (nuevas reivindicaciones 1 y 7) de la presente invención se refieren concretamente a:

“1. Un método que comprende:

- a) Proporcionar una solución precursora que comprende materiales precursores de gel de sílice y un solvente;*
- b) Combinar la solución precursora con un material de refuerzo;*
- c) Permitir que los materiales precursores de gel de sílice en la solución precursora hagan la transición dentro de una composición de gel para formar un compuesto de gel a base de sílice, reforzado;*
- d) Extraer al menos una porción de un solvente del compuesto de gel a base de sílice, reforzado, para obtener un compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado; y*
- e) Exponer el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado a uno o más tratamientos de calor en una atmósfera con oxígeno reducido a una temperatura entre 500°C y 700°C, en donde el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado no es expuesto a una temperatura superior a 700 °C por más de 1 minuto durante uno o más tratamientos térmicos;*

en donde el método además comprende incorporar al menos un silicio de enlace hidrófobico en el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado antes de la etapa e).

en donde el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado después del tratamiento térmico tiene una absorción de agua líquida de 40% en peso o menos, y

en donde el compuesto de aerogel a base de sílice, reforzado después del tratamiento térmico tiene un calor de combustión de 3001.94 J/g o menos.”

“ 7. Un compuesto de aerogel reforzado que comprenden una estructura a base de sílice, al menos un silicio de enlace hidrofóbico y un material de refuerzo; caracterizado porque el compuesto de aerogel reforzado tiene las siguientes propiedades: una absorción de agua líquida de 40% en peso o menor; un inicio de la descomposición térmica de los materiales orgánicos hidrófobos de 515°C o más alta; un calor de combustión de 3001.94 J/g o menos; y una conductividad térmica de 40 mW/(m-K) o menos. “

Asimismo, las reivindicaciones independientes adicionales y las reivindicaciones dependientes de 1 y 13, se dirigen a especificar tanto realizaciones preferidas de la presente solicitud, así como características esenciales del método reclamado y del compuesto de aerogel reforzado, tales como: **(i)** la duración total (entre 1 minuto y 60 minutos) de uno o más tratamientos con calor en una atmósfera con oxígeno reducido del compuesto reforzado de aerogel a base de sílice en el método reclamado, **(ii)** la característica que el compuesto de aerogel comprende una hoja de material de refuerzo de fibra, **(iii)** el contenido orgánico hidrófobo del compuesto de aerogel, y **(iv)** propiedades fundamentales como temperatura de descomposición térmica, calor de combustión, conductividad térmica, entre otros.

ii) Ahora bien, al leer detenidamente la divulgación de D1, me permito manifestar que este documento falla en enseñar, sugerir, o siquiera, mostrar de manera obvia cada una de las limitaciones hechas a la presente solicitud, particularmente cuando esta invención y dicha referencia citada son consideradas en su totalidad.

Así, me permito llamar la atención del señor Examinador, en el hecho que D1 enseña de manera general aerogeles de SiO₂ modificados orgánicamente que se tratan térmicamente en presencia de gases inertes. De hecho, los ejemplos 1-9 de dicho documento divulgan esta tecnología, en donde concretamente los aerogeles se calentaron a 400 ° C a una velocidad de calentamiento de 10 ° C/min en una corriente de argón, cuyo calentamiento continuó hasta 1000 ° C a una velocidad de 1 ° C/min en una atmósfera de argón estacionaria.

Es más, D1 proporciona tratamiento térmico a 800 °C-1200 °C, preferiblemente 950 °C-1050 °C a una velocidad de calentamiento de 0.2-10 ° C/min, preferiblemente 0.5-2 °C/min, en donde después de calentar a tales temperaturas en los ejemplos, cada aerogel de SiO₂ se caracterizó por la densidad, el contenido de carbono, el área de superficie específica, la contracción y la absorbancia específica.

En contraste a esto, la invención reivindicada tal y como se encuentra adjunta al presente memorial enseña un compuesto de aerogel, y un método asociado, donde el compuesto incluye material de refuerzo de fibra o refuerzo de espuma con materiales de aerogel. El compuesto seco, incluido el aerogel y el refuerzo de fibra/espuma, se expone a un tratamiento térmico de 500 °C a 700 °C sin exposición prolongada más allá

de 700 °C, incluye un silicio de enlace hidrófobo y tiene una absorción de agua líquida de 40 % en peso o menos, y un calor de combustión de 3140.10 J/g o menos.

De esta manera, vale la pena recalcar que el Examinador en su análisis de patentabilidad encontró que la invención reclamada y D1 solo difieren en el hecho que D1 no combina la solución precursora con un material de refuerzo y por ende ningún efecto técnico es obtenido mediante el material de refuerzo, cuando en realidad **no solo el proceso reivindicado es diferente de D1, sino que la composición resultante también es diferente, tanto por su estructura como por sus características.**

Por lo tanto, y considerando estas diferencias, una persona normalmente versada en la materia **no podría predecir razonablemente las propiedades de la invención reivindicada,** basándose en una revisión general de la combinación de los documentos D1 y D2. De hecho, **no hay ninguna base de hecho, ni ningún razonamiento que pueda mostrar** que las propiedades supuestamente inherentes pueden ser predecibles, necesariamente o inevitablemente del arte citado. Es más, el hecho de que una propiedad reclamada pueda resultar de la técnica anterior es insuficiente para establecer la inherencia de esa propiedad.

En el presente caso, la absorción de agua líquida reivindicada, el inicio de la descomposición térmica del material orgánico hidrófobo, el calor de combustión, la conductividad térmica y el contenido orgánico hidrófobo no se derivan necesariamente de la técnica citada, y en particular de D1. Por lo que, es indiscutible que los aerogeles enseñados por D1 **no enseñan ningún refuerzo,** por no mencionar un material de refuerzo de fibra o espuma, cuando es evidente, que según la presente solicitud, la adición de refuerzo de fibra o espuma al aerogel reivindicado crea un compuesto con propiedades que **son diferentes y totalmente imprevisibles de un aerogel por sí mismo.** Así, la fibra/espuma comprende su propio conjunto de propiedades, y **el arte anterior citado no puede contemplar cómo se modificarían sus propiedades en función del tratamiento térmico reivindicado,** en particular en combinación con un aerogel de sílice.

Así las cosas, es claro que D1 no proporciona orientación específica para las propiedades de un compuesto de aerogel reforzado con fibra o espuma y tal como se indicó, un experto en la técnica **no podría predecir las propiedades de un aerogel de sílice reforzado con fibra o espuma tratado térmicamente a una temperatura entre 500 °C y 700 °C.**

iii) Adicionalmente, me permito resaltar que D1 incluso enseña ciertas propiedades que alejarían a los expertos en la técnica de las propiedades reivindicadas en la presente solicitud, por ejemplo, se encontró que los aerogeles (en aislamiento, sin refuerzo de fibra/espuma) enseñados en los Ejemplos 1-9 de D1 tienen una densidad promedio (tratamiento posterior al calor) de aproximadamente 0.27 g/cm³ (270 kg/m³), experimentando una importante contracción del tratamiento térmico, tal y como se evidencia a continuación:

Tabla 1. Aparte de D1: Caracterización de aerogeles novedosos de SiO₂ de D1

TABLE 2

Characterization of the novel SiO ₂ aerogels							
Example	Density	Carbon content mmol/100 g	Spec. surface area m ² /g	Shrinkage %	Specific absorbance m ² /kg		
	kg/m ³				3 μm	5 μm	10 μm
1	281	160	412	5.4	1	1	1
2	276	216	444	6.6	8	10	100
3	239	515	394	11.7	12	10	100
4	395	310	403	37.4	40	20	100
5	274	750	331	18.1	15	10	100
6	340	1218	320	14.3	60	40	100
7	n.d.	2323	487	n.d.	800	800	800
8	170	375	—	—	5	4	100
9	178	—	—	12	—	—	—

n.d. = not determined

Así, cabe señalar nuevamente que esta densidad es para aerogeles por sí mismos, mientras que el Capítulo Descriptivo de la presente invención indica una densidad objetivo de 0.07-0/08 g/cm³ para el aerogel por sí mismo, es decir, ~ 75% menos que la encontrada en D1. Además, en D1 se desconoce cómo el refuerzo de fibra o espuma afectaría esa densidad, por lo que es claro que la presente solicitud difiere de D1 en múltiples aspectos.

iv) Adicionalmente, de igual forma me permito resaltar que la reivindicación 1 de la presente solicitud se ha modificado para recitar que el tratamiento térmico no incluye la exposición a temperaturas superiores a 700 °C durante más de 1 minuto, mientras que D1 enseña explícitamente que se alcanza una temperatura en el rango de 800 °C-1200 °C, en base a una velocidad de calentamiento de 0.5-2 °C/min, por lo que al considerar esta información explícita de D1, los aerogeles descritos allí se tratan térmicamente a más de 700 °C durante 50-200 minutos si la temperatura final es de 800 °C, y los aerogeles se tratan térmicamente a más de 700 °C durante 250-1.000 minutos si la temperatura final es de 1200 °C.

En última instancia, se puede ver que D1 trata sus aerogeles térmicamente por encima de 700 °C durante 50-1,000 minutos, **un rango que supera con creces la limitación de un (1) minuto según el nuevo alcance de la presente invención**. Por lo tanto, no es posible afirmar que D1 enseñe los pasos de la presente invención reivindicada.

v) Ahora bien, con respecto a las reivindicaciones 6 y 20 de esta invención, que discuten el contenido orgánico hidrofóbico dentro del compuesto de aerogel antes y después de un tratamiento con calor, de forma respetuosa me permito manifestar que contrario a lo mencionado en la página 12 del Oficio Técnico No. 14494, D1 **no enseña o sugiere esta propiedad**.

De hecho, si observamos el ejemplo 8 de D1, me permito resaltar que el tetrametoxisilano (TMOS) allí mencionado no proporciona ningún material orgánico hidrófobo, ya que el grupo metilo unido al átomo de silicio en el metiltrimetoxisilano (MTMS) proporciona dicho material. De hecho, la composición del aerogel en D1 es predecible y calculable, hecho que difiere notablemente de la presente solicitud.

Por lo anterior, es importante destacar que se observa que este contenido orgánico hidrófobo de D1 se proporciona solo **antes del tratamiento térmico** y no se proporciona un tratamiento posterior con calor. Así las cosas, es totalmente claro que **D1 no enseña inherentemente un contenido orgánico hidrofóbico de 2-12% en peso después del tratamiento con calor.**

Considerando lo anterior, nuevamente me permito reiterar que las propiedades encontradas en el compuesto de aerogel tratado posterior térmicamente no son inherentes a la composición de aerogel de D1, principalmente debido a que **D1 no incluye los mismos elementos (es decir, un material de refuerzo de fibra o espuma), ni tampoco sugiere o divulga el proceso de tratamiento térmico de la presente invención.**

Por lo tanto, los niveles reivindicados de contenido orgánico hidrófobo después del tratamiento térmico no pueden ser obviamente derivados de D1. Así, para ilustrar de manera adicional lo anterior, me permito señalar que los niveles de contenido orgánico hidrófobo en D1 son del 2,0% en peso, los cuales se encuentran en el límite inferior del intervalo de tratamiento previo al calor reivindicado por la presente invención. Concretamente, y para mayor referencia del Examinador, de **D1 se puede deducir que el contenido orgánico se reduce considerablemente debido a la pirólisis durante el calentamiento.**

Por consiguiente, después del tratamiento térmico, los niveles de contenido orgánico hidrófobo disminuirían a niveles por debajo del límite inferior reclamado por esta invención, es decir de 2% en peso. Concretamente, esto se ilustra con más detalle en las Tablas 1 y 2 en D1, que comparan el contenido de carbono antes y después del tratamiento térmico, lo que evidencia una fuerte disminución en su contenido orgánico. En contraste, la invención reivindicada incluye al menos un 2% en peso de contenido orgánico post-tratado con calor. Por lo tanto, de ninguna manera se puede afirmar que tomando como referencia las enseñanzas de D1, la solicitud actual es obviamente derivable.

vi) Por otra parte, y ahora con relación a D2, me permito resaltar que este documento enseña de forma general, la fabricación de una esterilla de aerogel utilizando vidrio de agua y una serie de pasos específicos, donde una de las etapas de secado para crear dicha esterilla es un tratamiento térmico a una temperatura por encima del punto de ebullición del disolvente orgánico y por debajo de 300 °C.

Así, al considerar esta solicitud y el documento D2 en su totalidad, es claro que tanto el compuesto como la fabricación de las esterillas de aerogel difieren significativamente entre sí, ya que D2 utiliza vidrio de agua, separación de líquidos, uso de uno de esos

líquidos y dos pasos de secado que están por debajo de los 300 °C. De hecho, como D2 seca subcríticamente su gel húmedo, el gel seco resultante es en realidad un xerogel, es decir un gel sólido que ha perdido o ha sido extraído el disolvente en condiciones ambientales, más no corresponde a un aerogel.

Teniendo en cuenta lo anterior, me permito llamar la atención del señor Examinador en el hecho que, aunque D2 no indica por qué se eligió una temperatura máxima específica (300 °C), se puede inferir fácilmente que las temperaturas por encima de ese punto mostraron resultados desfavorables, por ejemplo, un inicio relativamente bajo de la descomposición térmica del contenido orgánico hidrófobo.

Así, D2 **simplemente sugiere** calentar solo por debajo de 300 °C, mientras que la presente solicitud enseña a calentar solo por encima de 300 °C. De hecho, D2 se aleja de la presente invención debido a su procesamiento térmico específico, además, **D2 no enseña ningún tratamiento térmico en una atmósfera reducida de oxígeno**, por el contrario, en D2 la esterilla simplemente es calentada en el aire.

Es más, a su vez, debido a la composición y los procesos que difieren entre D2 y la presente solicitud, es lógico que las propiedades resultantes de D2 y la invención reivindicada también difieran, o por lo menos que éstas no sean predecibles entre sí.

Considerando lo anterior, entendemos que el Señor Examinador cita el documento D2 principalmente porque enseña una matriz con un refuerzo de fibra en combinación con un aerogel. Sin embargo, disiento de la referencia de este documento, ya que las enseñanzas de éste **deberían ser consideradas en su totalidad** y no únicamente apartes convenientes que permitan derivar de forma obvia una invención. Es más, si una persona normalmente versada en la técnica al leer D2 y reconozca que su compuesto solo puede calentarse tanto en aire como por debajo de 300 °C, **dicha persona no alteraría la composición de D1 de ninguna forma**. De hecho, tal y como se señaló previamente, D2 enseña implícitamente que las temperaturas superiores a 300 °C mostraron resultados desfavorables, por ejemplo, un inicio relativamente bajo de la descomposición térmica del contenido orgánico hidrófobo, por lo que, en consecuencia, de forma respetuosa me dirijo a ese Despacho con el fin de que las enseñanzas de D2 sean realmente analizadas y dilucidar si dicho documento realmente corresponde a uno de los documentos del arte anterior más cercanos a la presente invención.

vii) Así, de manera general, me permito manifestar que la invención de D1 tiene una estructura diferente de la solicitud reclamada, específicamente porque no incluye ningún material de refuerzo y no utiliza un proceso idéntico, mientras que D2 tampoco enseña un método para hacer un aerogel que tenga las propiedades reivindicadas o siquiera pueda proporcionar una motivación para modificar la divulgación de D1, de modo que se pueda suponer que las etapas del método reclamado por la presente invención, sus características técnicas, así como el compuesto de aerogel reforzado que comprende una estructura a base de sílice y sus propiedades se lograrían de la combinación de D1 y D2.

viii) Teniendo en cuenta lo expuesto anteriormente, me permito manifestar que para determinar si una invención tiene o no nivel inventivo, siempre es necesario considerar cada uno de los elementos, y características establecidas en la materia reclamada como un **todo y no como porciones separadas de una misma invención**. Es más, a este respecto, la Guía para Examen de Solicitudes de Patente de Invención y Modelo de Utilidad de la Superintendencia de Industria y Comercio en su sección 2.13 establece que: *“una invención no tiene nivel inventivo cuando la combinación de los elementos que proveen la solución está revelada en el estado de la técnica, es decir, no basta con la existencia de los elementos de manera aislada o individualmente considerados para concluir la falta de nivel inventivo, sino que ellos en su totalidad integren y enseñen de manera evidente la manera de llegar a la solución al problema técnico”*, por lo tanto, es claro que la presente invención, goza de nivel inventivo.

Además de lo anterior, es relevante considerar que tal y como lo expone el Manual para el Examen de Solicitudes de Patentes de Invención en las Oficinas de Propiedad Industrial de los países de la Comunidad Andina *“Para juzgar si la invención definida por las reivindicaciones realmente se deriva de manera evidente del estado de la técnica, hay que determinar si carece de nivel inventivo cuando se consideran las diferencias entre ésta y el estado de la técnica más cercano. El examinador tiene la carga de probar que la invención carece de nivel inventivo y no sólo limitarse a establecer las diferencias entre la solicitud y dicho estado de la técnica”*¹, por lo anterior, me permito llamar la atención del Examinador en el hecho que cada invención es de cierta medida una combinación de elementos relacionados entre sí, por lo que no es suficiente afirmar que dichos elementos, características, etapas, en el presente caso, ya habían sido previamente divulgados, partiendo de combinaciones de enseñanzas convenientes, y que por ende, la combinación de fracciones de diferentes documentos permiten la deducción obvia de la invención reclamada.

Por el contrario, en primera instancia es importante entender que el nivel inventivo es **un proceso creativo e innovador** en donde la cuestión para el Examinador se enfoca en si la invención reivindicada es o no evidente para un técnico en la materia.² En sí, para evaluar el nivel inventivo de una invención, el Examinador debería determinar si los elementos y/o características ya conocidas podrían haberse combinado para dar como resultado una invención particular y más aun sabiendo que existen diferencias claras entre la invención y los documentos del arte citados, las cuales conllevan a obtener un efecto técnico particular.

Así, considerando lo anterior, me permito resaltar que el análisis de nivel inventivo expuesto en el Oficio 14494 es errado y de ninguna manera podría afirmarse que la presente solicitud es evidente u obvia a la luz de las enseñanzas de D1 y D2.

Es más, no es posible prever que el método y el compuesto de aerogel caracterizados por características tan particulares como los ahora reclamados en el Capítulo Reivindicatorio adjunto al presente memorial, a partir de la lectura del arte anterior

¹ Manual para el Examen de Solicitudes de Patentes de Invención en las Oficinas de Propiedad Industrial de los países de la Comunidad Andina, Sección 10.

² Íbidem.

citado, ya que las invenciones de patente tienen nivel inventivo cuando el producto o procedimiento no es **fácilmente derivable** por la persona medianamente versada en la materia o cuando presentan un **efecto inesperado o mejorado impredecible de los documentos citados**, como en la presente invención. Por lo anterior, **nada en el arte previo sugiere ni enseña** la invención particular de esta solicitud, ni mucho menos, el efecto de la misma.

Así las cosas, y en vista de lo anteriormente expuesto, respetuosamente solicito el retiro de las objeciones de la presente solicitud y la concesión del privilegio solicitado, ya que en opinión del solicitante cumple con todos los requisitos establecidos en la Decisión 486.

Anexos

- Nuevo pliego reivindicatorio;
- Capítulo Descriptivo Modificado.

Atentamente,

JUAN PABLO CADENA SARMIENTO

T.P. No. 57.492 del C.S.J.

C.C. 80.410.337 de Usaquén

Calle 70 A No. 4 – 41