

MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA NUMERO	102006901387584
Data Deposito	20/02/2006
Data Pubblicazione	20/08/2007

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	04	В		

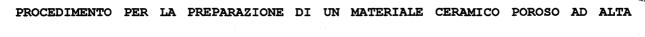
Titolo

PROCEDIMENTO PER LA PREPARAZIONE DI UN MATERIALE CERAMICO POROSO AD ALTA RESISTENZA TERMICA

VR 2 0 0 6 A 0 0 0 0 3 5

RESISTENZA TERMICA

20 FEB. 2006



A nome: Z.G. CAMINI INOX S.R.L. a Montorio - Verona (VR)

Inventore designato: Sig. Germano Zambaldo

Dome Harch Trans

DESCRIZIONE

Il presente trovato riguarda un procedimento per la preparazione di materiali ceramici porosi del tipo ad alta resistenza termica, per elevato isolamento termico, in particolare per applicazioni industriali come parti isolanti per processi ad alta temperatura, anche di forme complesse ottenute per estrusione o per injection moulding.

E' noto preparare un corpo costituito da un materiale poroso mescolando polveri o granulati di materiali di tipo ceramico, in genere Al_2 O_3 , Si O_2 , Ti O_2 , Z_r O_2 , C Si, Ti C, N Si e ossidi alcalini tipo Na_2 O, K_2 O, con un binder selezionato tra i materiali organici come l'acido acetico, acetato di sodio, acetato di zinco, acido propionico [1]. Il processo implica una reazione delle particelle di ossidi metallici con il binder, a temperatura al di sotto di quella di sintetizzazione alla quale la miscela viene sottoposta al fuoco e alla essiccazione.

E' noto inoltre [2] un procedimento per preparare un corpo poroso sinterizzato di materiali ceramici e/o metallici, che include la miscelazione di una sospensione acquosa contenente polveri di materiali ceramici o metallici e di una resina legante (binder) che è un polimero solubile in acqua e in grado di gelificare, e un agente di espansione o blowing agent che attiva la porosità del gel che diventa espanso; con l'aumento della temperatura avviene la formazione di un materiale



metallico-ceramico poroso mediante essiccamento e sinterizzazione, in cui la parte polimerica viene eliminata per pirolizzazione.

Un altro procedimento noto per preparare materiali ceramici porosi include miscelare polveri ceramiche con sferette di plastica [4], [5], piene o vuote, in un liquido per ottenere una sospensione, seguita da essiccamento e trattamento in forno ad alta temperatura in ambiente privo di ossigeno in modo che le sferette di plastica che dapprima servono da collante per le polveri ceramiche vengano eliminate per pirolisi, con la formazione di porosità.

Inoltre è anche noto che i gel di silice si dissociano in presenza di acqua e di idrossidi di metalli alcalini e possono essere ulteriormente destabilizzati da altri componenti come ad esempio componenti organici cosiddetti elettroliti che trasformano il sol di silice in gel mediante una transizione di fase a seconda del grado di alcalinità della sospensione acquosa di silice, originando sistemi di gel di diversa natura [3]. Un particolare tipo di gel si forma quando il processo di destabilizzazione di una soluzione colloidale di silice e composti alcalini è attivato da acidi o reagenti neutri, ad esempio acidi organici o minerali, esteri e sali.

I processi noti per l'ottenimento di materiali ceramici porosi ad alta resistenza termica implicano generalmente una tecnologia ingegneristicamente molto avanzata e molto complessa, laboriosa per realizzare manufatti refrattari di forma particolare.

Inoltre nei processi noti, per ottenere grandi quantità di materiale in ambito industriale si applicano tecnologie particolarmente avanzate e sofisticate, sconvenienti in termini di costi di produzione.



Compito precipuo della presente invenzione è quello di fornire un procedimento per la preparazione di un materiale ceramico poroso, semplice, poco costoso, e facile da impiegare industrialmente e con prestazioni paragonabili a materiali ceramici porosi noti più sofisticati e tecnologicamente avanzati.

Uno scopo della presente invenzione è anche quello di fornire un processo per la preparazione di un materiale ceramico poroso che tiene in considerazione aspetti ambientali e di igiene nei luoghi di lavoro, materiali ceramici porosi utilizzabili in sostituzione a materiali tradizionali come le fibre minerali potenzialmente patogene sulle vie respiratorie ad esempio a causa delle polveri micrometriche che vengono sparse nell'atmosfera durante la lavorazione, e del loro potere irritante cutaneo, nonché presentanti difficoltà nello smaltimento dei relativi rifiuti.

Un altro scopo della presente invenzione è quello di fornire un procedimento di preparazione di un materiale ceramico poroso che permetta il riempimento di cavità e intercapedini anche di forma molto complessa, senza che nel tempo, anche in condizioni di vibrazione o movimenti causati da dilatazioni termiche, si formino polveri o vuoti e disomogeneità del materiale tra le intercapedini.

Un ulteriore scopo della presente invenzione è quello di fornire un procedimento per la preparazione del materiale ceramico poroso che non presenta effetti negativi sulla salute dell'uomo.

Un altro scopo della presente invenzione è quello di fornire un procedimento per la produzione di un materiale ceramico che permetta la



completa riciclabilità del materiale e utilizzo dei residui di produzioni per altre applicazioni, ad esempio come polveri assorbenti in caso di versamenti di olii industriali, additivo per la produzione di vetri antifiamma.

Un altro scopo della presente invenzione è quello di fornire un procedimento per la preparazione di un materiale ceramico poroso in forma omogenea e con buona resistenza a sollecitazioni meccaniche.

Uno scopo addizionale della presente invenzione è quello di fornire un procedimento per la preparazione di un materiale ceramico poroso che possa essere utilizzato come polvere assorbente in caso di versamenti di olii industriali, come additivo per la produzione di vetri anti-fiamma, come materiale con proprietà piezoelettriche.

Un ulteriore scopo della presente invenzione è quello di fornire un procedimento per la preparazione di un materiale ceramico poroso per impiego in materiali multi-strato, in forma di profili, lastre, barre, lavorabile con utensili manuali e macchine utensili.

Questi ed altri scopi che diventeranno evidenti dalla seguente descrizione dettagliata dell'invenzione vengono raggiunti dal procedimento della presente invenzione per la preparazione di un materiale ceramico poroso, in particolare per isolamento termico, comprendente gli stadi:

- fornire una prima composizione in forma di soluzione colloidale acquosa stabile di silice che ossidi di metalli alcalini;
- fornire una seconda composizione stabile in forma di sospensione in un liquido organico di particelle inorganiche e/o organiche, detta seconda composizione contenendo composti in grado, quando la seconda composizione è





miscelata con detta prima composizione, di destabilizzare detta prima composizione con formazione di gel e di formare una rete polimerica organica unitamente ad un agente espandente;

- miscelare detta prima composizione e detta seconda composizione per formare una miscela;
- formare da detta miscela una struttura porosa in forma di gel, dove una struttura organica sostiene strutture inorganiche in formazione;
- solidificare detta struttura porosa in forma di gel ottenendo un materiale ceramico poroso in cui una rete polimerica organica circonda parti inorganiche.

Il procedimento della presente invenzione può inoltre comprendente la fase di:

- introduzione del gel formato, prima della solidificazione, in uno stampo, un'intercapedine o una cavità mediante iniezione oppure estrusione, seguita dalla
- solidificazione del gel in situ nel detto stampo, intercapedine o cavità ottenendo un materiale ceramico poroso in cui una rete polimerica organica circonda parti ceramiche inorganiche.

Opportunamente, la prima composizione può comprende anche materiali ceramici, ad esempio materiali ceramici scelti dal gruppo costituito da ossido di alluminio, ossido di silicio, ossido di titanio, ossido di zirconio, carburo di silicio, carburo di titanio, nitruro di silicio, ossido ferrico, idrossido di magnesio, ossidi e carbonati di metalli alcalini e alcalini terrosi. Gli ossidi di metalli alcalini possono essere scelti dal gruppo costituito da ossido di sodio, ossido di potassio, ossido di litio,







essendo preferibilmente ossido di sodio.

La prima composizione acquosa può comprendere inoltre un catalizzatore di polimerizzazione.

Esempi di composti in grado di destabilizzare detta prima composizione colloidale con formazione di un gel sono acidi organici e minerali, silice, esteri, eteri, anidridi e sali di acidi di minerali, elettroliti organici, borati, carbonati, carburi, nitriti, nitruri, sali di ammonio, ossidi, perossidi, silicati, fosfati, fosfiti, solfati, cloruri, seleniuri, titanati.

Esempi di composti in grado di formare, quando detta seconda composizione è miscelata con detta prima composizione, una rete polimerica organica e composti in grado di formare un agente espandente sono uno o più composti del gruppo costituito da monomeri polimerizzabili organici e/o composti organici adatti per fornire per reazione con acqua monomeri polimerizzabili organici, anidridi di acidi organici, esteri di acidi organici, alcossi esteri di acidi organici, sali di acidi organici, eteri e acidi organici e acetiluri metallici.

La seconda composizione preferibilmente comprende carburo di calcio. Vantaggiosamente, la seconda sospensione può comprendere carburo di calcio, anidride acetica e/o etile aceto acetato.

La prima composizione preferibilmente contiene silicato di sodio. Vantaggiosamente, la prima composizione contiene sodio silicato e la seconda composizione contiene carburo di calcio e anidride acetica.

Le particelle inorganiche della seconda composizione possono essere scelte tra uno o più dei composti scelti dal gruppo costituito da carburo di



calcio, tetraborato di potassio, carbonato di calcio, perborato di sodio, acido borico, ossido di calcio, solfato di potassio e solfato di sodio.

Inoltre, la seconda composizione può comprendere un agente emulsionante, ad esempio scelto dal gruppo costituito da acetato di potassio, carbonato di calcio e biossido di titanio.

Lo stadio di miscelazione per procedimento della presente invenzione può essere svolto ad esempio ad una temperatura tra 10 e 120°C, ad una pressione sub-atmosferica, atmosferica o sovra-atmosferica, e ad un rapporto in peso tra detta con prima composizione e detta seconda composizione tra 2 e 50.

Le particelle inorganiche possono avere ad esempio una dimensione media inferiore a 100 micrometri, in particolare tra 5 e 25 micrometri, ma anche una dimensione nanometrica (ad esempio, tra 5 e 30 nm, come nel caso di polveri nanometriche).

Le caratteristiche del materiale ceramico poroso ottenibile mediante il procedimento della presente invenzione risultano anche dalle figure allegate che riguardano alcuni esempi di applicazione del processo della presente invenzione.

La figura 1 è una rappresentazione schematica di una forma di realizzazione del procedimento della presente invenzione.

La figura 2 rappresenta un particolare della parte polimerica organica che riveste la superficie ceramica.

La figura 3 rappresenta lo stesso particolare della figura 2, con un diverso sensore atto ad evidenziare in una specie di semi-trasparenza le parti ceramiche sottostanti al polimero organico, più chiare.



La figura 4 mostra zone cave scaturite dall'agente di espansione (bolle) rivestite al loro interno da una guaina polimerica organica (b) e una parte, sezionata, microporosa ceramica (a) composta da silice ed altre particelle ceramiche prive di polimero organico.

La figura 5 è un particolare della figura 4 con evidenza la parte b.

La figura 6 è un particolare della figura 4 con evidenza la parte a.

Le figure 7 e 8 rappresentano particolari di strutture microsilicicheceramiche.

Le figure 9 e 10 rappresentano particolari delle interazioni tra polimero organico e silico-ceramico.

Alcuni parametri che possono influenzare le caratteristiche morfologiche del materiale sono:

- % silice, modulo della soluzione polisilicata di partenza SiO2/M2O rapportata non solo a Na2O ma anche agli altri metalli alcalini a seconda delle loro stabilità nel sistema silanolico della soluzione in H2O. Ad esempio nelle soluzioni industriali di silicato sodico colloidale questo rapporto è espresso come rapporto ponderale in peso R; questo rapporto è disponibile in una gamma di soluzioni più o meno ricche di silice normalmente da Na2O*1,6SiO2 a Na2O*3,8SiO2 e in vari rapporti intermedi. Un altro parametro importante dei sol polisilicatici è espresso in °Bè (gradi Beumé), un valore espresso per indicare la concentrazione delle soluzioni. Parametri simili si possono trovare nelle altre soluzioni di silice colloidale con altri metalli alcalini come ad esempio nel silicato potassico.
- % e natura delle particelle ceramiche della miscela A che sono stabili e



vanno scelte a seconda della composizione del ceramico finale. In genere Al_2O_3 , SiO_2 , TO_2 , ZrO_g , SiC, TiC, SiN, CaCO3, MgCO3, Mg(OH)2, Fe2O3 e altri ossidi e carbonati di metalli, in percentuali tali da non compromettere la stabilità della soluzione polisilicata presentando particolare attenzione alle variazioni del pH, che non deve risultare inferiore a pH 10.

- % e modalità di addizione dei componenti organici nella miscela B e loro rapporto con gli altri componenti inorganici (con particolare riguardo a quelli come il carburo di calcio) e naturalmente dalla loro eventuale interazione e grado di polimerizzazione degli organici (ottenibile mediante misure ottico-chimico microscopiche rivolte a riconoscere la loro struttura tridimensionale e stabilità nel tempo).
- rapporto in peso della relazione A/B in termini sia di peso sia di volume attraverso la loro densità e % singole parziali. Questo rapporto è stato verificato con prove sperimentali variabile da B=dal 2% al 35% in peso di A.
- Proprietà floculanti (di aggregazione e clusterizzazione) legate alla miscibilità delle sospensioni sia A sia B e di processo nelle varie fasi.
- Velocità complessiva delle reazioni chimiche A+B in relazione alla loro miscelazione dinamica. Queste variabili vengono influenzate dalle caratteristiche del sistema adottato per effettuarne la miscelazione.
- Viscosità e densità delle sospensioni A e B.
- Tempo e temperature di processo.

E' quindi evidente che le variabili dei materiali e dei processi sono certamente in relazione con le proprietà morfologiche del prodotto ceramico, sia nella sua sede finale dopo l'iniezione, sia della struttura granulare e



delle celle (numero e dimensioni) ed eventuale loro diversificazione nelle proprietà fisiche strutturali.

Sostanzialmente, il procedimento della presente invenzione comprende la miscelazione di due composizioni stabili distinte, una composizione in forma di soluzione o sospensione di silice colloidale a base acquosa (A) e una composizione in forma di sospensione di particelle inorganiche in un liquido organico o in una miscela di liquidi organici di (B), che possono essere preparate e depositate separatamente per lungo tempo senza subire alterazioni.

In una forma di realizzazione, un nuovo materiale ibrido ceramicoorganico è ottenuto mediante il procedimento della presente invenzione
miscelando:

- Una soluzione stabile A di silice colloidale comprendente, in dispersione, altre particelle ceramiche a seconda del tipo ceramico-organicizzato da sviluppare.
- Una sospensione stabile B di liquidi organici comprendenti, in dispersione, altre particelle inorganiche e organiche atte a destabilizzare ed a innescare la condensazione polimerica della sospensione A in A+B.

Le due sospensioni reagenti, "A" e "B", utilizzate nel procedimento della presente invenzione vengono preparate separatamente mescolando uniformemente dapprima le polveri in sospensione nei rispettivi solventi. Nel caso A sono ad esempio: il sodio silicato liquido allo stato di aggregazione acquosa colloidale di SiO₂ a cui si sommano polveri di metalli, ossidi e carbonati di metalli e metalli alcalini. Nel caso B sono ad



esempio: anidride acetica e l'etile aceto acetato, entrambi liquidi come agenti destabilizzanti della SiO2 di tipo elettrolitico a cui si sommano ossidi, carbonati, borati di metalli e metalli alcalini, una volta miscelati alla sospensione A questi diventano i responsabili della trasformazione dallo stato colloidale della silice a stato di gel in dipendenza del pH della miscela composta di A+B. In questa transizione di fase, la silossanica, avviene usando condensazione come base polimeriche organiche, anche queste originate da reazioni risultati da A+B. In questa condensazione polimerica ibrida organico-inorganica si consolida un network formato dalle catene ramificate di struttura tridimensionale, che inseriscono nelle maglie della rete dei composti chimici polimerizzati sia come catene di silice sia come particelle colloidali sempre di silice, anche soprattutto in presenza di sostanze alcaline che vanno ad occupare i larghi spazi della struttura tetraedrica colloidale della silice formando come nel vetro polisilicati metallo alcalini, idrossidi e carbonati.

Si potrebbe quindi sintetizzare che durante il processo la presente invenzione, si passa ad esempio attraverso le seguenti fasi:

- Una <u>dispersione 1A</u> delle particelle ceramiche in una soluzione colloidale di silice A
- Una <u>dispersione 1B</u> delle particelle destabilizzatrici in una miscela di liquidi organici a matrice polimerica B
- Una <u>destabilizzazione 2</u> in A+B mediante composti organici e inorganici presenti in B oppure generati per miscelazione di A e B, che possono o non possono polimerizzare, ma che certamente contribuiscono alla trasformazione da sol a gel.



- La <u>polimerizzazione 3</u> degli elementi organici simultanea alla fase di condensazione silossanica da sol a gel. Permettendo così la formazione di uno scheletro organico in concomitanza di due processi: un processo di formazione di gas espandenti; un processo di agglomerazione delle particelle ceramiche polisilicatiche, che amalgamandosi allo scheletro organico mediante dei legami silanolici organo funzionali o semplicemente da interazioni di affinità ionica, formeranno la struttura ceramica organicizzata porosa della presente invenzione.
- La <u>essiccazione 4</u> permette di accelerare il processo di eliminazione del solvente in eccesso e può essere effettuata a temperature comprese tra i 40 e i 160° gradi senza alterare le proprietà morfologiche del materiale. Questa operazione può essere effettuata in forni o direttamente nel luogo di posa adottando un innalzamento controllato e graduale delle temperature.
- La <u>sinterizzazione 5</u>, è facoltativa, e permette di consolidare una costruzione di tipo strutturale a tre dimensioni amalgamando i composti metallo alcalini silicatici come una vera e propria ceramica, migliorando così le doti fisiche del materiale. Da notare che portando a temperatura di sinterizzazione il materiale, si verificherà la pirolizzazione della struttura organica polimerica.

In una particolare forma di realizzazione, la parte A è una soluzione colloidale stabile di silicato di sodio e la parte B è una sospensione stabile contenente carburo di calcio, anidride acetica e estere etilico.

In ulteriori forme di realizzazione preferite, la parte A contiene anche uno o più composti scelti tra diossido di zirconio, carbonato di





calcio, allumina, carbonato di magnesio, ossido di titanio e alluminio.

In una forma di realizzazione la parte A comprende la soluzione colloidale di silicato di sodio e la parte B comprende polvere di carburo di calcio, anidride acetica e estere etilico.

In un'altra forma di realizzazione la parte A comprende una soluzione colloidale di silicato di sodio, polvere di carbonato di calcio, polvere di allumina e polvere di ossido ferrico e la parte B comprende polvere di ossido di calcio, polvere di carburo di calcio, polvere di silice, polvere di solfato di potassio, anidride acetica e estere etilico.

In un'altra forma di realizzazione la parte A comprende soluzione colloidale di silicato di sodio, polvere di carbonato di calcio, polvere di carbonato di magnesio, polvere di diossido di titanio, polvere di allumina, polvere di ossido ferico e polvere di alluminio e la parte B comprende tetraborato di potassio, acetato di potassio, carburo di calcio, silice, carbonato di calcio, anidride acetica e estere etilico.

Senza voler essere vincolati da una specifica ipotesi di meccanismo si può supporre che il processo dell'invenzione in particolari forme di realizzazione avviene dopo la miscelazione delle componenti A e B secondo le seguenti sottofasi principali:

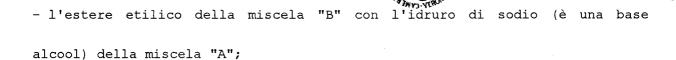
SOTTOFASE 1

- il carburo di calcio della miscela "B" si combina chimicamente l' H_2O della miscela "A";

$$CaC_2 + 2H_2O \rightarrow Ca(OH)_2 + C_2H_2\uparrow$$

- l'anidride acetica della miscela "B" con H2O della miscela "A";

$$(CH_3CO)_2 O + H_2O \rightarrow 2CH_3COOH$$



$$\mathtt{CH_3COCH_2COOCH_2CH_3} \ + \ \mathtt{2NaOH} \ \rightarrow \ \mathtt{2CH_3COONa} \ + \ \mathtt{C_2H_5OH}$$

I composti formatisi nella prima sottofase, reagiscono formando polimeri organici che costituiscono l'ossatura organica. Queste reazioni si sviluppano in concomitanza, e in maggiore concentrazione, nella formazione delle celle porose grazie al duplice effetto del blowing agent. Questo si comporterà da espandente con formazione di celle aperte e chiuse; e avrà il ruolo fondamentale di iniziatore delle reazioni di condensazione polimerica organica.

La struttura polimerica organica così risultante si comporterà come una guaina, ossia fungendo da scheletro, avvolgerà le strutture inorganiche dei polisilicati, dandone il supporto necessario al consolidamento delle catene silossaniche formatesi dalla transizione di fase da Sol a Gel.

SOTTOFASE 2

- L'acido acetico si combina all'acetilene e reagisce producendo polivinilacetato;

$$CH_3COOH + C_2H_2 \rightarrow (CH_2CHOCOCH_3) n$$

- Il sodio acetato si combina all'acetilene e all'acqua, reagisce producendo polivinilacetato e idrossido di sodio;

$$CH_3COON_a + C_2H_2 + H_2O \rightarrow (CH_2CHOCOCH_3)_n + NaOH$$

- Il potassio acetato si combina all'acetilene e all'acqua, reagisce producendo polivinilacetato e idrossido di potassio;

$$CH_3COOK + C_2H_2 + H_2O \rightarrow (CH_2CHOCOCH_3)n + KOH$$

- L'alcool etilico si combina al carburo di calcio e all'acqua, reagisce



producendo idrossido di calcio ed etilene;

$$2C_2H_5OH + 2CaC_2 + H_2O \rightarrow 2Ca(OH)_{2+} 2C_2H_4\uparrow$$

- L'acido acetico si combina al carbonato di calcio ed agisce producendo acetato di calcio, acqua ed anidride carbonica;

$$2CH_3COOH + CaCO_3 \rightarrow Ca(CH_3COO)_2 + H_2O + CO_2\uparrow$$

SOTTOFASE 3

Le catene polimeriche organiche formatesi nella sottofase 2, subiscono in presenza della base alcolica di sodio ulteriori reazioni.

Si ottiene così che lo scheletro organico finale, che può essere definito chimicamente come una condensazione polimerica di valenza secondaria con legami intermolecolari e intramolecolari del tipo ramificato di copolimero di polivinil alcool e polivinil acetato di un certo peso molecolare contenente impurità quali acetati di K, Ca, Na, comprendenti legami silanolici organo funzionali.

Contemporaneamente alle reazioni di polimerizzazione, si verifica un abbassamento dei valori di pH e la condensazione dei polisilicati alcalini, compresi gli ioni ed altre molecole inorganiche presenti, che vengono attratti dalla carica negativa delle componenti organiche elettrolitiche

dello scheletro organico dopo la miscelazione di A+B, ove avvengono le formazioni dei carbonati e silicati amorfi ceramizzanti organicizzati allo strato vetroso o cristallino con le porosità provocate dalle attività di gas espandenti quali CO_2 , C_2H_2 , C_2H_4 presenti.

Esempi

A titolo indicativo soltanto e non limitativo per l'ambito della presente invenzione vengono presentati i seguenti esempi di composizioni delle parti A e B utilizzate nel procedimento della presente invenzione.

Esempio 1

Parte "A"	Stato di	ક in peso	Osservazioni
Composizione chimica	aggregazione	(g)	
Na ₂ O-3,4 SiO ₂ - H ₂ O	Soluzione	44,5	La soluzione è
Sodio silicato	colloidale		stabile solo a se
			stante

Tabella 1.2

			
Parte "B" Composizione chimica	Stato di aggregazione	<pre>% in peso per 5,50 grammi totali (g)</pre>	Osservazioni
CaC ₂ Carburo di calcio	Polvere gra- nulometria media 25 µm	3,00	E' concepito come un blowing agent attivo per la formazione delle celle a bassa temperatura il cui gas dalla reazione in H ₂ 0 come iniziatore della polimerizzazione organica.
(CH ₃ CO) ₂ O Anidride acetica CH ₃ COH ₂ COOCH ₂ CH ₃ etile aceto acetato	Liquido solvente organico Liquido solvente organico	1,00 1,5	Reagenti elettroliti polimerici che desta- bilizzano la silice della miscela A e po- limerizzano





Esempio 2

Tabella 2.1

Parte "A" Composizione	Stato di	% in peso per 100 grammi
chimica	aggregazione	totali (g)
Na ₂ O-3,4 SiO ₂ -H ₂ O	Soluzione	56
Sodio silicato	colloidale	
CaCO₃	Polvere	32
Calcio carbonato		
Al ₂ O ₃	Polvere	9
Allumina		
Fe ₂ O ₃	Polvere	3
ossido ferrico		

Tabella 2.2

grammi
i
,





Esempio 3

Tabella 3.1

		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	,
Parte "A"	Stato di	% in peso per	Osservazioni*
Composizione	aggregazione	100 grammi	
organica		totali (g)	
Na ₂ O-3,4 SiO ₂ -H ₂ O Sodio silicato	Soluzione colloidale	65,01	La sospensione è stabile solo a se stante
CaCO₃	Polvere 2,8 µm	29,58	Le polveri non
Calcio carbonato	(media)		subiscono nessuna
Mg CO₃	Polvere 2,8 µm	0,35	variazione di
Magnesio carbonato	(media)		dimensione
TiO ₂	Polvere 2,3 µm	2,1	durante il processo
Titanio biossido	(media)		processo
Al ₂ O ₃	Polvere 3,2 μm	2,93	
Ossido di Al-	(media)		
Allumina			
Fe ₂ O ₃	Polvere 2,2 µm	0,02	
Ossido ferrico	(media)		
Al	Polvere 10 µm	0,01	
alluminio	(media)		

^{*} La sospensione sodio silicato subisce delle variazioni di dissoluzione ma diventa stabile in un certo tempo. Le polveri non variano o sono concepite solo per il prodotto ceramico finale.



Tabella 3.2

Parte "B" Composizione chimica	Stato di aggregazione	% in peso per 10 grammi totali (g)	Osservazioni*
$K_2B_4O_7$ Potassio tetra borato	**	1,87	Destabilizzazione Sol
CH₃COOK Potassio acetato	**	0,35	Emulsionante "B" Reagente elettrolita
CaC₂ Carburo di calcio	**	2,06	E' concepito come un blowing agent attivo per la formazione delle celle a bassa temperatura e per generare la polimerizzazione organica.
SiO₂ Silice	**	0,05	Destabilizzazione Sol
CaCO₃ Carbonato di calcio	**	0,67	Emulsionante "B" Ceramizzante "A"
(CH ₃ CO) ₂ O Anidride acetica	Liquido solvente organico	2,85	Reagenti elettroliti
CH ₃ CH ₂ COOCH ₂ CH ₃ Etile aceto acetato	Liquido solvente organico	2,15	polimerici che destabilizzano la silice della miscela A e polimerizzano

- * La sospensione subisce delle variazioni fisiche ma diventa stabile in un certo tempo
- * * Le polveri inorganiche vengono omogenizzate meccanicamente o con ultrasuoni fino ad ottenere una granulometria tra i 5 e i 25 μm



Il procedimento secondo la presente invenzione permette l'ottenimento di un materiale ceramico poroso che comprende parti di silice eventualmente aggregati di silice e di parti ceramiche, costituenti una parte inorganica assestante contenuta in una rete organica assestante che fa da scheletro, da sostegno, alla parte inorganica, alle particelle ceramiche anche agglomerate, con porosità, in cui la rete organica è realizzata per polimerizzazione e potrebbe oltre ad avvolgere la parte inorganica essere anche legata a questa.

Sebbene nella descrizione siano state illustrate solo alcune forme realizzative del trovato, il tecnico del ramo comprenderà immediatamente come sia comunque possibile ottenere altre forme realizzative ugualmente vantaggiose e preferite.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] Brevetto USA, 3,892,580
- [2] Domanda di brevetto USA, 2005/0207928 Al.
- [3] A. Brykov, "The use of colloidal silica solutions in the perspective technologies of fire resistance glass and multilayer decorative panels". GPD 2005, Proceedings; pp. 327-329.
- [4] P. Colombo, E. Bernardo, "Micro and microcellular porous ceramic from pre-ceramic polymers". Composite science and technology. 2003
- [5] Brevetto USA 6,773,825 B2



RIVENDICAZIONI

- 1. Procedimento per la preparazione di un materiale ceramico poroso, in particolare per isolamento termico, comprendente gli stadi:
- fornire una prima composizione in forma di soluzione colloidale acquosa stabile di silice e ossidi di metalli alcalini;
- fornire una seconda composizione stabile in forma di sospensione in un liquido organico di particelle inorganiche e/o organiche, detta seconda composizione contenendo composti in grado, quando detta seconda composizione è miscelata con detta prima composizione, di destabilizzare detta prima composizione con formazione di gel e di formare una rete polimerica organica unitamente ad un agente espandente;
- miscelare detta prima composizione e detta seconda composizione per formare una miscela;
- formare da detta miscela una struttura porosa in forma di gel, dove una struttura organica sostiene strutture inorganiche in formazione;
- solidificare detta struttura porosa in forma di gel ottenendo un materiale ceramico poroso in cui una rete polimerica organica circonda parti inorganiche.
- 2. Procedimento secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che detta prima composizione comprende anche materiali ceramici.
- 3. Procedimento secondo la rivendicazione 2, caratterizzato dal fatto che detti materiali ceramici sono scelti dal gruppo costituito da ossido di alluminio, ossido di silicio, ossido di titanio, ossido di zirconio, carburo di silicio, carburo di silicio, carburo di titanio, nitruro di silicio, ossido ferrico, idrossido di magnesio, ossidi e carbonati di metalli.



- 4. Procedimento secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che detti ossidi di metalli alcalini sono scelti dal gruppo costituito da ossido di sodio, ossido di potassio, ossido di litio, essendo preferibilmente ossido di sodio.
- 5. Procedimento secondo una delle rivendicazioni da 1 a 4, caratterizzato dal fatto che detta prima composizione acquosa comprende inoltre un catalizzatore di polimerizzazione.
- 6. Procedimento secondo una delle rivendicazioni da 1 a 5, caratterizzato dal fatto che detti composti in grado di destabilizzare detta prima composizione colloidale con formazione di un gel sono scelti dal gruppo costituito da acidi organici e minerali, silice, esteri, eteri, anidridi e sali di acidi di minerali, elettroliti organici, borati, carbonati, carburi, nitriti, nitruri, sali di ammonio, ossidi, perossidi, silicati, fosfati, fosfiti, solfati, cloruri, seleniuri, titanati.
- 7. Procedimento secondo una delle rivendicazioni da 1 a 6, caratterizzato dal fatto che detti composti in grado di formare, quando detta seconda composizione è miscelata con detta prima composizione, una rete polimerica organica e simultaneamente un agente espandente sono scelti tra uno o più composti del gruppo costituito da composti organici adatti per fornire per reazione con acqua monomeri polimerizzabili organici, anidridi di acidi organici, esteri di acidi organici, alcossi esteri di acidi organici, sali di acidi organici, eteri e acidi organici e acetiluri metallici.
- 8. Procedimento secondo una delle rivendicazioni da 1 a 8, caratterizzato dal fatto che detta seconda composizione comprende carburo di



calcio.

- O CONTROL OF THE PROPERTY OF T
- 9. Procedimento secondo la rivendicazione 8, caratterizzato dal fatto che detta seconda sospensione comprende carburo di calcio, anidride acetica e/o etile aceto acetato.
- 10. Procedimento secondo una qualsiasi delle precedenti rivendicazioni in cui la prima composizione contiene sodio silicato e la seconda composizione contiene carburo di calcio e anidride acetica.
- 11. Procedimento secondo una qualsiasi delle precedenti rivendicazioni, caratterizzato dal fatto che dette particelle inorganiche sono scelte tra uno o più dei composti scelti dal gruppo costituito da carburo di calcio, tetraborato di potassio, carbonato di calcio, perborato di sodio, acido borico, ossido di calcio, solfato di potassio e solfato di sodio.
- 12. Procedimento secondo una qualsiasi delle precedenti rivendicazioni, caratterizzato dal fatto che detta seconda composizione comprende un agente emulsionante.
- 13. Procedimento secondo la rivendicazione 12, caratterizzato dal fatto che detto agente emulsionante è scelto dal gruppo costituito da acetato di potassio, carbonato di calcio e biossido di titanio.
- 14. Procedimento secondo una qualsiasi delle precedenti rivendicazioni, caratterizzato dal fatto che detto stadio di miscelazione è svolto ad una temperatura tra 10 e 120°C, ad una pressione sub-atmosferica, atmosferica o sovra-atmosferica, e ad un rapporto in peso tra detta con prima composizione e detta seconda composizione tra 2 e 50.
 - 15. Procedimento secondo una qualsiasi delle precedenti

rivendicazioni, caratterizzato dal fatto che dette particelle inorganiche hanno una dimensione media inferiore a 100 micrometri, in particolare tra 5 e 25 micrometri.

- 16. Procedimento secondo una qualsiasi delle precedenti rivendicazioni, caratterizzato dal fatto che dette particelle inorganiche hanno dimensioni nanometriche, preferibilmente tra 5 e 30 nm.
- 17. Processo secondo una qualsiasi delle precedenti rivendicazioni, comprendente inoltre le fasi di:
- introduzione di detto gel prima della detta solidificazione in uno stampo, un intercapedine o una cavità mediante iniezione oppure estrusione di detto gel; seguita da
- solidificazione del gel in situ nel detto stampo, intercapedine o cavità ottenendo un materiale ceramico poroso in cui una rete polimerica organica circonda parti ceramiche inorganiche.
- 18. Materiale ceramico poroso, in particolare per isolamento termico, ottenibile mediante il procedimento o il processo secondo una o più delle precedenti rivendicazioni.

p.i. Z.G. CAMINI INOX S.R.L.

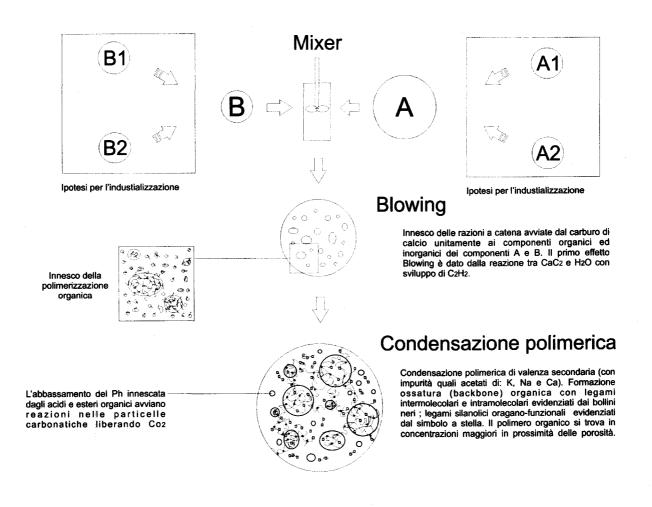
Il Mandatario:

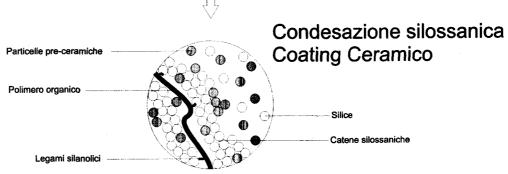
Dr. Ing. Domenico SIGNORI -

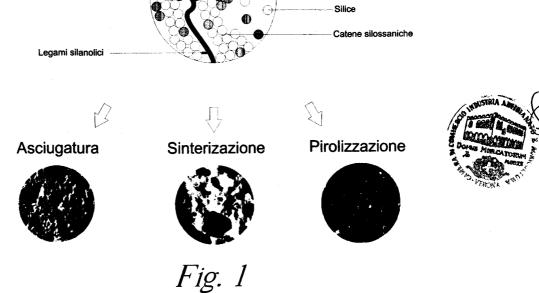


VR 2 0 0 6 A 0 0 0 0 3 5









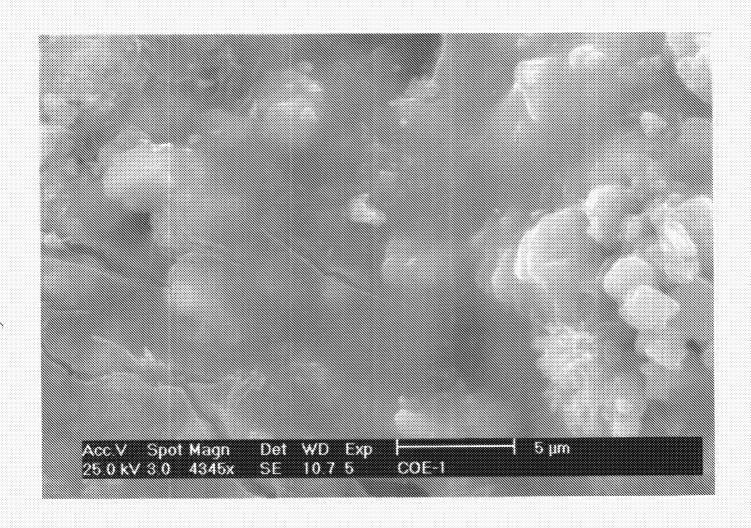


Fig. 2

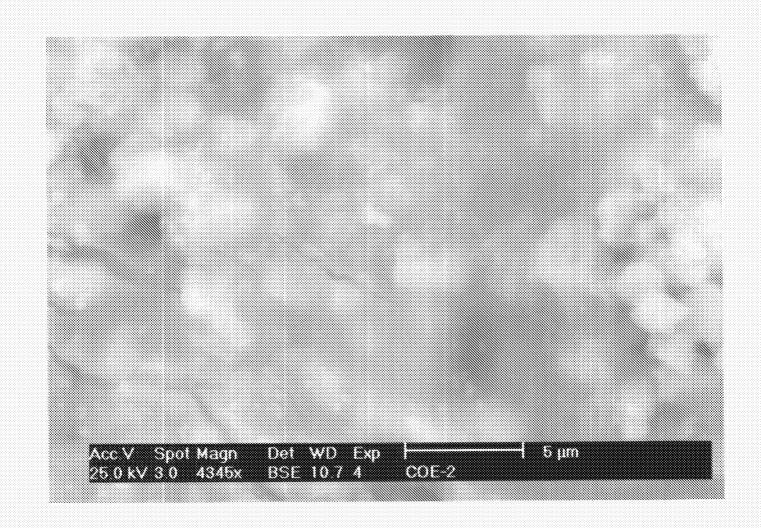


Fig. 3

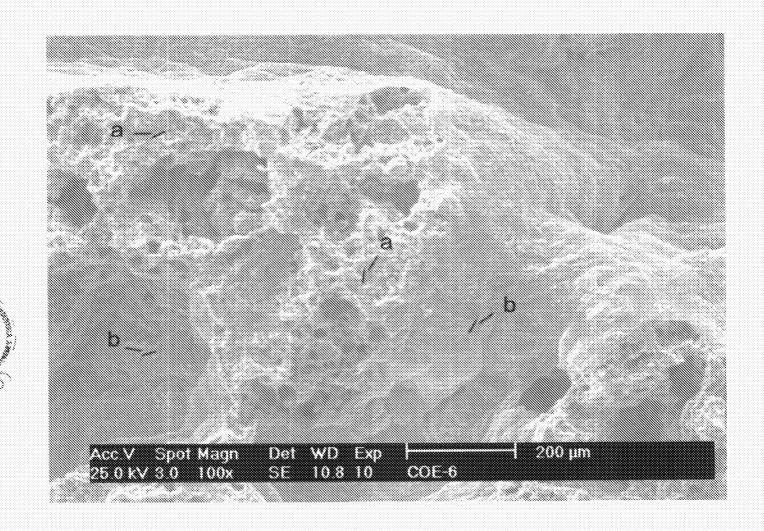


Fig. 4

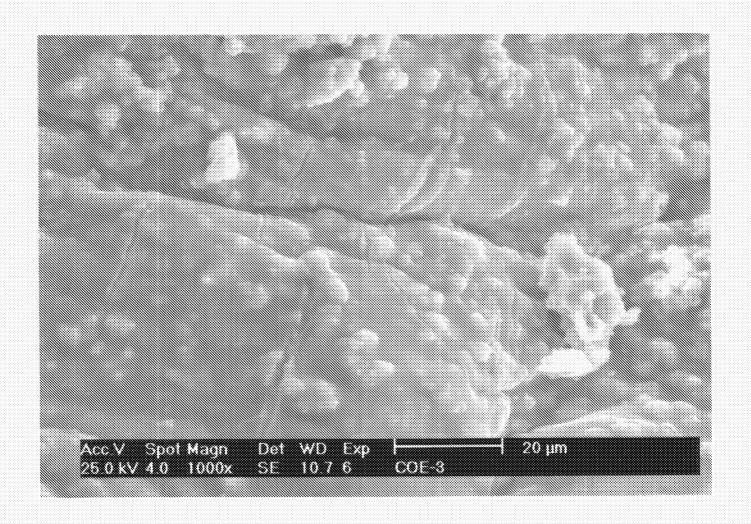


Fig. 5

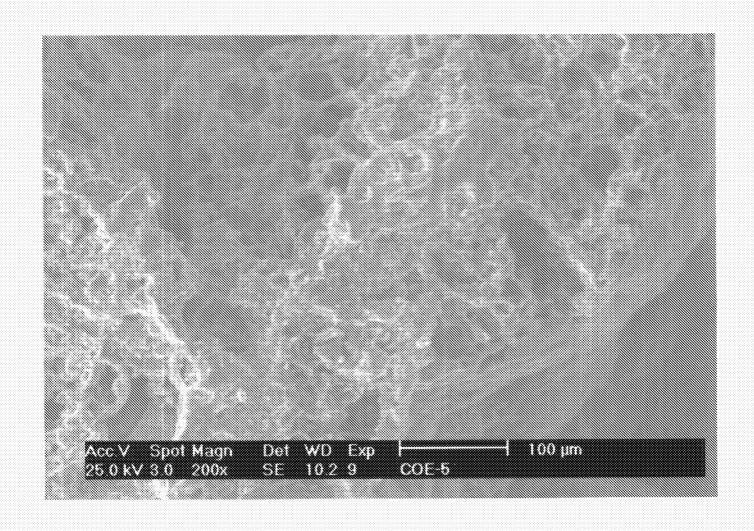


Fig. 6

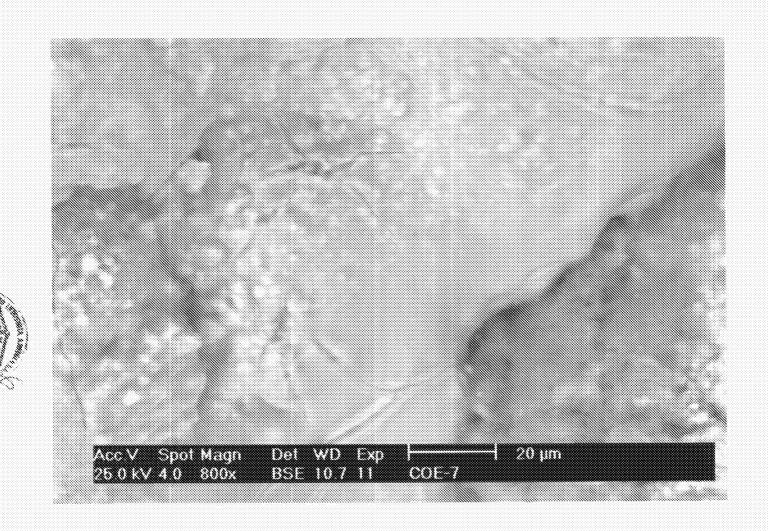


Fig. 7

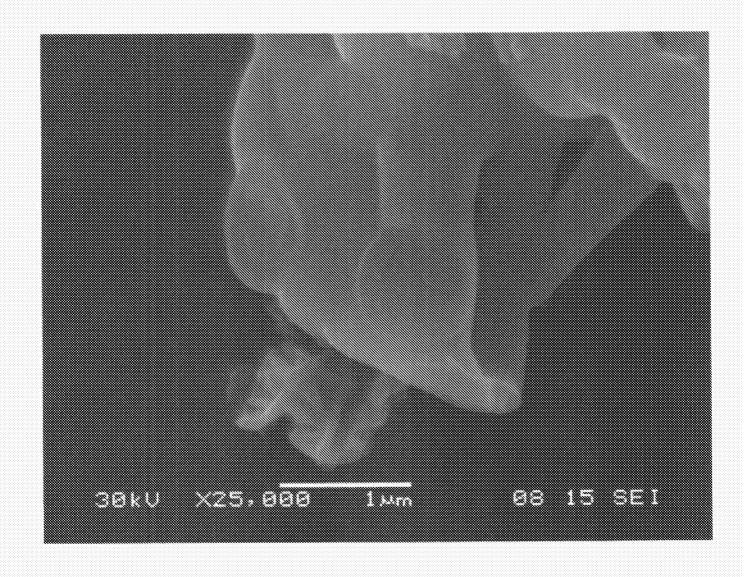


Fig. 8

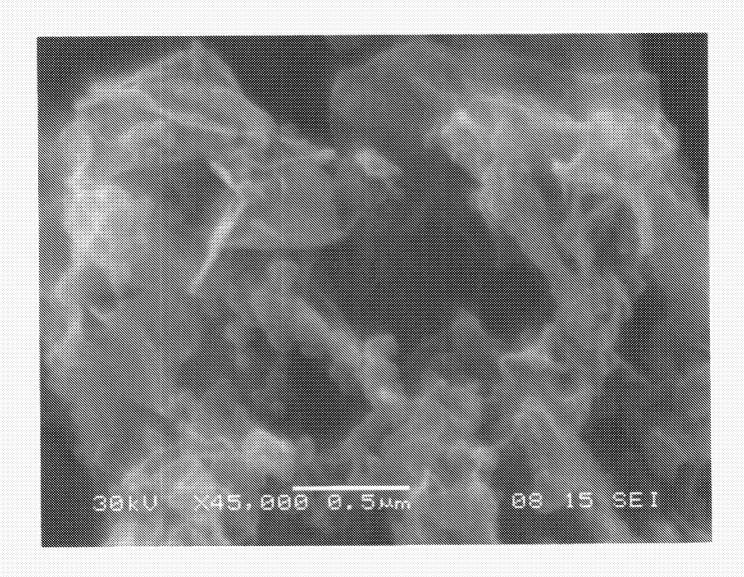


Fig. 9

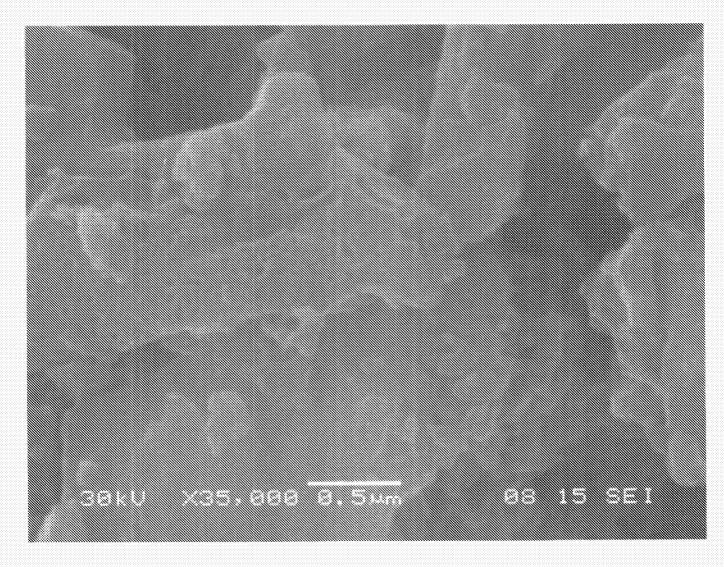


Fig. 10