



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETÀ INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UTBM

DOMANDA NUMERO	101983900002950
Data Deposito	04/03/1983
Data Pubblicazione	04/09/1984

Priorità	1343/82
Nazione Priorità	CH
Data Deposito Priorità	05-MAR-82

Titolo

Procedimento, per la fabbricazione di un collettore di corrente a grande superficie per una cella elettrochimica, sotto forma di una piastra porosa o di un foglio di titanio

DOCUMENTAZIONE RILEGATA

Inc.No. 02-866

Descrizione dell'invenzione industriale avente per titolo:

"Procedimento, per la fabbricazione di un collettore di corrente a grande superficie per una cella elettrochimica, sotto forma di una piastra porosa o di un foglio di titanio"

a nome della ditta BBC Aktiengesellschaft Brown, Boveri & Cie., con sede a Baden (Svizzera), ed elettivamente domiciliata presso il mandatario, Ing. Hans Benno Mayer, Milano, via dell'Orso 7/a.

Data di deposito: **- 4 MAR. 1983 19907A/83**

Inventori: Hubert Devantay, Samuel Stucki

Riassunto del trovato

Un collettore di corrente a grande superficie per una cella elettrochimica, sotto forma di una piastra porosa o di un foglio con porosità definita di titanio, viene realizzato per il fatto che polvere di titanio secca oppure polvere di titanio impastata in un liquido per formare una pasta (2) viscosa, omogenea, viene applicato sotto forma di uno strato (3) uniforme su un supporto (1) non adesivo, ad esempio sotto forma di una piastra piana realizzata di grafite speciale, priva di pori, con struttura orientata delle singole piastrine di grafite e che lo strato (essicato) viene presinterizzato sotto vuoto, laminato a freddo e postsinterizzato e che successivamente viene rivestito con un elettrocatalizzatore. La laminatura a freddo e la postsinterizzazione, possono essere ripetuti più volte in successione, fino a quando lo spessore del foglio raggiunge la misura desiderata.

Descrizione del trovato

La presente invenzione si riferisce ad un procedimento per la fabbricazione di un collettore di corrente a grande superficie del tipo come specificato nella parte introduttiva della rivendicazione 1. Durante la costruzione di dispositivi per l'elettrolisi, in particolare per l'elettrolisi dell'acqua, con l'impiego di elettroliti solidi, si pone il compito, di mettere a disposizione collettori di corrente resistenti alla corrosione e presentanti struttura porosa. Vantaggiosamente, per detti scopi sul lato dell'ossigeno risultante chimicamente aggressivo, trovano impiego fogli e piastre di titanio poroso. Elementi costruttivi di questo genere vengono realizzati quasi esclusivamente con metodi, derivanti dal campo della metallurgia delle polveri. In tal caso, trovano tra l'altro applicazione procedimenti come la pressatura a caldo, la compressione a caldo, la sinterizzazione a forza di gravità, la laminazione di polvere eccetera (brevetto U.S.A. 2.997 777: Poroshkovaya metallurgiya 7, pagine 13-16, luglio 1976; Poroshkovaya metallurgiya 6, pagine 96-99, giugno 1977).

Secondo i procedimenti sopra menzionati, sono stati realizzati in particolare fogli di titanio porosi con dimensioni limitate, per scopi sperimentali. Se si desidera passare a superfici grandi (fino ad 1 m²), come sono necessari per impianti d'elettrolisi industriali, si riscontrano delle difficoltà. Il problema consiste principalmente nel fatto, che sembra quasi impossibile ottenere per superfici con dimensioni a scelta, una distribuzione uniforme della polvere di

titanio, il che si manifesta poi in spessori differenti, porosità irregolare ed altre non-omogeneità. Con i noti procedimenti, non è quasi possibile ottenere una porosità desiderata e determinata per il foglio costituente il collettore di corrente.

Scopo della presente invenzione è di indicare un procedimento economico per la fabbricazione di un collettore di corrente, sotto forma di una piastra porosa o di un foglio di titanio la cui superficie non risulta delimitata ed il cui spessore nonché la cui porosità risulta uniforme per l'intera superficie, prevedendo che la densità rispettivamente la porosità può essere scelta entro ampi limiti in modo decisamente riproducibile e con strette tolleranze.

Tale scopo viene raggiunto secondo la presente invenzione con le caratteristiche secondo la rivendicazione 1.

L'invenzione sarà ora descritta più dettagliatamente tramite alcune forme d'esecuzione date solo a titolo d'esempio ed illustrate nelle 3 figure, nelle quali:

la figura 1 mostra l'andamento della temperatura rispetto al tempo per il trattamento termico;

la figura 2 mostra il funzionamento della apparecchiatura per la distribuzione della polvere; e

la figura 3 mostra un diagramma di corrente del procedimento.

Nella figura 1, l'andamento della temperatura è illustrato in funzione del tempo, per il trattamento termico della polvere di titanio.

Il diagramma è autoesplicativo. Il riscaldamento a 500°C può essere

effettuato, scostandosi dal diagramma, anche in un periodo da 30 a 90 min. La temperatura di sinterizzazione può essere da 900 a 1200°C.

La figura 2 mostra schematicamente l'impiego di un dispositivo per l'applicazione della polvere di titanio secca, rispettivamente della pasta di titanio. Con 1 è indicato il supporto sotto forma di una piastra piana (grafite non adesiva e priva di pori). Con 2 è indicata la pasta omogenea viscosa, costituita da polvere di titanio ed olio di terpentina ($C_{10}H_{18}O$). Con 3 è indicato lo strato unito, uniforme di questa pasta. Un'apparecchiatura di rivestimento 4 da spostare nel senso della freccia, sotto forma di un contenitore rastremantesi a punta verso il basso, può trovare impiego come mezzo per l'applicazione della pasta.

In una variante del procedimento, con 2 e con 3 è indicata la polvere di titanio secca, scorrevole, rispettivamente lo strato superiore generato con detta polvere sul supporto 1.

Esempio 1:

Vedansi anche le figure 1 e 2.

Per la fabbricazione di un collettore di corrente per una cella per l'elettrolisi dell'acqua, sotto forma di un foglio di titanio poroso avente uno spessore di 0,5 mm, dapprima veniva mescolata una pasta 2 omogenea, viscosa di polvere di titanio con dimensioni di particella da $15\ \mu$ a $120\ \mu$ e con olio di terpentina $C_{10}H_{18}O$ priva di acqua. La polvere di titanio derivava da spugna di titanio con grande superficie interna. Le particelle di polvere presentavano una

forma molto irregolare con diramazioni e protuberanze. Il rapporto di mescolamento veniva registrato in modo tale da far sì, che a 6 ml di olio di terpentina, corrispondevano 9 g di polvere di titanio. La pasta 2 omogenea viscosa, veniva confezionata in un'apparecchiatura 4 di rivestimento movibile per piastre cromatografiche a strato sottile, sotto forma di un contenitore rastremantesi in modo acuto verso il basso e lo strato veniva applicato come strato 3 unito, uniforme, su un supporto 1 avente la forma di una piastra piana. In tal caso, la freccia secondo la figura 2 mostra il senso di movimento della apparecchiatura 4 di rivestimento. Come supporto 1 veniva scelto un tipo di grafite speciale, priva di pori e non adesiva, che presentava una struttura orientata delle singole piastrine di grafite (sigraflex della ditta Sigri). In una ulteriore fase del procedimento, il liquido (nel presente caso olio di terpentina), veniva fatto evaporare mediante riscaldamento a circa 200°C. Lo strato 3 veniva in seguito essicato insieme alla sostanza 1 di supporto in un armadio di essiccazione sotto vuoto a circa 200°C. In tal caso, si manifestava già una compressione della polvere di titanio. Inoltre, il materiale veniva sottoposto ad un trattamento termico a più stadi. A tale scopo, lo strato 3 veniva applicato sulla sostanza 1 di supporto in un forno vacuum, il cui vacuum si trovava ad un valore di 10^{-5} - 10^{-6} Torr. Dapprima, il materiale veniva riscaldato durante circa 90 minuti fino ad una temperatura di 500°C e, per 30 minuti veniva mantenuto a questa temperatura. Il solvente (olio di terpentina) eventualmente

rimasto, viene evaquato completamente durante questo procedimento. Successivamente, il materiale durante circa 30 minuti veniva ulteriormente riscaldato ad una temperatura di circa 900°C e per circa 3 ore veniva mantenuta questa temperatura. In tal caso, la polvere di titanio si univa per sinterizzazione, per formare un foglio poroso unito. Bisogna tener presente, che questa temperatura di sinterizzazione non venga regolata a livelli troppo elevati per evitare che lo strato di titanio aderisca sul supporto 1. Dopo la sinterizzazione, il materiale è stato raffreddato ed il foglio veniva staccato dal supporto 1. In seguito, il foglio veniva laminato a freddo in un gruppo a rulli di laminazione con un diametro di 300 mm ed una velocità di rullatura pari a 2m/min. La diminuzione d'altezza mediante questo trattamento a rulli, corrispondeva al 15% il che corrispondeva ad una riduzione della porosità dal 70% al 64%. Ora, il foglio laminato a freddo veniva disposto su un supporto 1 in grafite, rivestito con polvere di grafite per essere sottoposto ancora una volta ad un trattamento termico secondo la figura 1. La porosità misurata corrispondeva ancora al 58%. Ora, sul foglio di titanio poroso in modo elettrochimico veniva applicato uno strato che era costituito di platino. La dotazione corrispondeva a 0,1 mg platino per cm². Dopo un idoneo trattamento termico, il collettore di corrente veniva rivestito inoltre con un elettrocatalizzatore, costituito da metalli del platino, rispettivamente ossidi del metallo di platino. Nel presente caso, si trattava di una miscela di ossido di rutenio e di ossido di iridio, con una quantità

totale pari a 3 mg/cm² della superficie del foglio.

I singoli passi del procedimento della laminatura a freddo e della sinterizzazione, possono essere effettuati più volte in successione, fino ad ottenere la desiderata densità rispettivamente la desiderata porosità del foglio o della piastra.

Per principio, la pasta 2 può essere realizzata anche con l'ausilio di un altro liquido idoneo usato al posto del C₁₀H₁₈O. Anche l'applicazione della pasta non è legata all'apparecchiatura 4 di applicazione per le piastre a strato sottile, ma detta applicazione può avvenire anche con l'ausilio di qualsiasi altro dispositivo idoneo. Condizione è, che dapprima viene prodotta una pasta viscosa, omogenea e che questa viene applicata in successione ed in modo preferibilmente uniforme su un substrato non adesivo (supporto 1).

Esempio II:

Un collettore di corrente per una cella di ozono elettrochimica, sotto forma di un foglio di titanio poroso, con uno spessore pari a 1,45 mm, veniva prodotta nel seguente modo: su un supporto 1 rivestito con polvere di grafite (KS 75 della ditta Lonza), grafite a granulometria fine (piastra livigata, qualità Ringsdorff EK 72) veniva rivestita mediante una apparecchiatura di rivestimento 4 movibile (Camag apparecchio per strato sottile per la cromografia) con polvere di titanio 2 scorrevole, secca (Sumitomo, Osaka) sotto forma di uno strato 3 uniforme. Lo strato di spessore era di circa 1,9 mm; questa superficie era un quadrato con una lunghezza di

lato pari a 200 mm. Il tutto, a scopi di sinterizzazione della polvere di titanio veniva sottoposto ad un trattamento termico a più stadi in un forno a vuoto. Dapprima, durante circa 90 minuti, si effettuava un riscaldamento da temperatura d'ambiente a 500°C e, questa temperatura veniva mantenuta costante durante ulteriori 30 minuti. In seguito, durante 30 minuti veniva riscaldato a 1000°C e questa temperatura veniva mantenuta per 3 ore. Dopo il raffreddamento alla temperatura d'ambiente il foglio di titanio presinterizzato in questo modo, poteva essere staccato facilmente dal supporto 1, dato che la polvere di grafite aveva formato uno strato di protezione. Lo spessore del foglio corrispondeva dopo la presinterizzazione a circa 1,8 mm e la porosità corrispondeva al 70%. Ora, il foglio in un gruppo a rulli con rulli aventi un diametro di 130 mm, veniva laminato a freddo a più passaggi. La diminuzione dell'altezza per ogni passaggio, corrispondeva a circa 0,1 mm, in modo che dopo 3 passaggi si otteneva uno spessore del foglio di circa 1,5 mm. In tal caso, la velocità di calandratura corrispondeva ad 1,2 m/min. Si doveva tener conto, che la riduzione totale della sezione trasversale, prima del successivo trattamento termico non superava il 30%, dato che in tal caso il materiale avrebbe potuto formare delle incrinature. La diminuzione d'altezza per ogni passaggio doveva essere al massimo del 15%. La velocità di laminazione può essere regolata vantaggiosamente da 1 a 30 m/min. La porosità dopo la laminatura a freddo, era diminuita ad un valore di circa il 62%. Ora, il foglio di titanio laminato a

freddo veniva sottoposto ad un ulteriore procedimento di sinterizzazione secondo il trattamento termico sopra descritto. Lo spessore del foglio corrispondeva, dopo la fase di sinterizzazione, ancora a circa 1,45 mm, la porosità era circa del 59%. Il foglio di titanio poroso veniva ora rivestito di platino, secondo l'esempio I. In seguito veniva applicato uno strato supplementare costituito da PbO_2 con una quantità pari a 15 mg/cm² sulla superficie del foglio. Con una definita ripetizione delle fasi del procedimento della calandratura a freddo, con uno o più passaggi ed un trattamento termico che serviva alla sinterizzazione, si può ottenere qualsiasi spessore desiderato del foglio e qualsiasi porosità tra 0 e quella che corrisponde approssimativamente alla polvere di titanio versata in modo fuso. Il trattamento termico che serve prevalentemente per la sinterizzazione, può essere effettuato sotto un vacuum o sotto un gas protettivo.

Dopo l'ultimo procedimento di sinterizzazione, il foglio di titanio poroso viene munito di uno strato di platino sottile, sul quale viene applicato un ulteriore strato di un elettrocatalizzatore, costituito da almeno un metallo del platino da un ossido del metallo del platino o da PbO_2 .

Con il procedimento proposto secondo la presente invenzione, diventa possibile la produzione economica di collettori di corrente sotto forma di fogli porosi di titanio e piastre di titanio con uno spessore da 0,1 a circa 5 mm e con spessore uniforme e porosità definita, uniforme e avente praticamente dimensioni di superficie

qualsiasi, come sono necessari per la costruzione di grandi apparecchiature industriali elettrochimiche, in particolare di apparecchiature per l'elettrolisi (pezzi singoli o batterie complete realizzate secondo il principio della pressa a filtri).

Rivendicazioni

1. Procedimento per la fabbricazione di un collettore di corrente a grande superficie, per celle elettrochimiche, sotto forma di una piastra o di un foglio poroso con porosità definita, di titanio, basandosi su polveri di titanio, prevedendo che quest'ultima viene applicata direttamente o indirettamente sotto forma di uno strato (3) uniforme su un supporto (1) e, dove lo strato (3) viene sottoposto ad un procedimento di sinterizzazione, caratterizzato dal fatto, che lo strato (3) viene sottoposto ad un trattamento termico a vari stadi sotto vuoto o sotto gas protettivo e che viene presinterizzato per formare un foglio poroso unito e che quest'ultimo viene laminato almeno una volta a freddo e che supplementarmente, almeno ancora una volta, dopo il menzionato trattamento termico a vari stadi, viene sinterizzato e rivestito infine con un elettrocatalizzatore.

2. Procedimento secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto, che il trattamento termico dello strato (3) viene eseguito sullo stesso supporto (1) originario e che comprende i seguenti passi effettuati sotto vuoto a 10^{-5} - 10^{-6} Torr:

- riscaldamento durante 30 - 90 min fino a 500°C;
- mantenimento della temperatura per 30 minuti a 500°C;
- riscaldamento durante 30 min da 500°C a 900 e 1000°C;

- sinterizzazione dello strato tramite mantenimento della temperatura per 3 ore tra 900 e 1000°C.

3. Procedimento, secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto, che il foglio presinterizzato con una o più passate di laminatura con sempre una diminuzione dell'altezza al massimo del 15% per ogni passata ed una diminuzione dell'altezza totale al massimo del 30%, ad una velocità di laminazione da 1 a 30 m/min, viene ridotto nel suo spessore e che in seguito durante 1/2 h viene sinterizzata a 500°C e durante ulteriori 3 ore alla temperatura di 1100°C.

4. Procedimento, secondo la rivendicazione 3, caratterizzato dal fatto che le fasi del procedimento della laminazione a freddo e della successiva sinterizzazione, vengono effettuate più volte in successione.

5. Procedimento, secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che il foglio sinterizzato viene munito dapprima di uno strato di platino e supplementarmente con un ulteriore strato, costituito almeno da un metallo del platino o da almeno un ossido del metallo del platino.

6. Procedimento, secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che il foglio sinterizzato viene munito dapprima di uno strato di platino e supplementarmente di un ulteriore strato costituito da PbO₂.

7. Procedimento, secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che la polvere di titanio viene applicata direttamente sotto

forma scorrevole e secca come strato (3) su un supporto (1), rivestito precedentemente con polvere di grafite e che il supporto è costituito da grafite a granulometria fine.

8. Procedimento, secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che la polvere di titanio viene impastata in un liquido e che la pasta (2) omogenea, viscosa, realizzata in questo modo, viene applicata sotto forma di strato (3) unito, uniforme su un supporto (1), costituito da grafite non adesiva speciale, priva di pori con struttura orientata delle singole piastrine di grafite, che il liquido evapora nell'aria e che lo strato (3) viene essiccato successivamente in un vuoto.

9. Procedimento, secondo la rivendicazione 8, caratterizzato dal fatto che il liquido utilizzato per la impastazione è costituito da olio di terpentina ($C_{10}H_{18}O$) che evapora ad una temperatura di $200^{\circ}C$ e che lo strato (3) viene essiccato a 200° in un vuoto.

10. Procedimento, secondo la rivendicazione 8,, caratterizzato dal fatto che la pasta (2) viscosa viene realizzata con polvere di titanio con dimensioni di particella da 15μ a 120μ , con forme molto irregolari e diramazioni e protuberanze, che è stata prodotta da spugna di titanio e da olio di terpentina con un rapporto di miscelazione 9 g titanio per 6 ml di olio di terpentina .

11. Procedimento, secondo la rivendicazione 8, caratterizzato dal fatto che la pasta (2) viscosa viene applicata sul supporto (1) con una apparecchiatura (4) di rivestimento mobile per piastre a strato sottile.

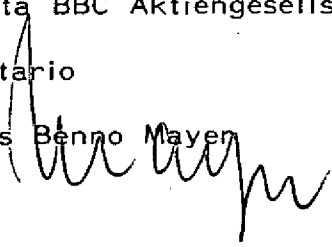
Il tutto, sostanzialmente come descritto ed illustrato, agli scopi sopra specificati.

Milano, li **- 4 MAR. 1983**

p. la ditta BBC Aktiengesellschaft Brown, Boveri & Cie.

Il mandatario

Ing. Hans Benno Mayer



199 07 A/83

08538

Classe Prevista: B22F

Domanda di Brevetto Nr. 1 343/82-0

Richiedente: BBC Aktiengesellschaft
Brown, Boveri & Cie.
5401 Baden
Svizzera

C.B.

Titolo: "Procedimento, per la fabbricazione di un collettore
di corrente a grande superficie per una cella elettro-
chimica, sotto forma di una piastra porosa o di un
foglio di titanio"

Data di deposito: 5.3.82

Priorità: -

Riferimento: 22/82 CH

Procedimento per produrre una lastra o foglio di titanio poroso e di grande estensione superficiale

L'invenzione parte da un procedimento per produrre una lastra o
5 foglio di titanio poroso, di grande estensione superficiale, del genere secondo la rivendicazione 1.

Per la costruzione di dispositivi per elettrolisi, specialmente per l'elettrolisi dell'acqua, impiegando elettroliti solidi, si pone il compito di rendere disponibili collettori elettrici porosi, resistenti
10 alla corrosione. Preferibilmente per tali scopi sul lato dell'ossigeno, chimicamente aggressivo, si impiegano fogli e lastre di titanio poroso. Tali componenti vengono prodotti quasi esclusivamente secondo metodi della metallurgia delle polveri. In particolare, si utilizzano fra l'altro fasi di procedimenti come
15 pressatura a caldo, pressatura ad altissima temperatura, sinterizzazione a gravità, cilindatura di polveri ecc. (US-PS 2997 777; Poroshkovaya Metallurgiya 7, pagg. 13 - 16, Luglio 1976; Poroshkovaya Metallurgiya 6, pagg. 96 - 99, Giugno 1977).

In base ai procedimenti sopramenzionati si sono prodotti soprattutto
20 fogli di titanio porosi di dimensioni limitate per scopi sperimentali. Se si intende passare a grandi superfici (fino ad 1 m^2) come quelle necessarie per impianti per elettrolisi di tipo industriale, si incontrano difficoltà. Il problema consiste principalmente nel fatto,

che sembra quasi impossibile ottenere una distribuzione uniforme della polvere di titanio per superfici di grandezza a piacere, il che provoca quindi differente spessore, porosità non uniforme ed altre eterogeneità.

5 L'invenzione si pone il compito di indicare un procedimento economicamente conveniente per produrre una lastra o foglio di titanio poroso, di superficie non limitata e di spessore e porosità uniformi sull'intera superficie.

Questo problema viene risolto, secondo l'invenzione, con le
10 caratteristiche delle rivendicazione 1.

L'invenzione viene descritta in base al seguente esempio della realizzazione illustrato da due figure.

In particolare:

la fig. 1 mostra un andamento della temperatura in funzione del
15 tempo per il trattamento termico;

la fig. 2 mostra l'impiego dell'apparecchio di rivestimento per lastre a strati sottili.

In fig. 1 è rappresentata l'andamento della temperatura in funzione del tempo per il trattamento termico della polvere di titanio
20 compressa. Il diagramma è di per se eloquente.

La fig. 2 mostra schematicamente l'impiego di un dispositivo per applicare la pasta. Con 1 è contrassegnata la sostanza di supporto nella forma di una vasta piana (priva di pori, grafite non adesiva). Con 2 è rappresentata la pasta omogenea, viscosa, fatta
25 di polvere di titanio e terpineolo ($C_{10}H_{18}O$). Con 3 è rappresentato lo strato coerente ed uniforme di questa pasta. Un apparecchio di

rivestimento 4, mobile e da spostare in direzione della freccia, nella forma di un recipiente che converge a punta verso il basso, può essere impiegato come mezzo per applicare la pasta.

Esempio di realizzazione:

5 Vedere le figg. 1 e 2.

Per produrre un foglio di titanio poroso dello spessore di 0,5 mm dapprima si è mescolata una pasta viscosa, omogenea 2, fatta di polvere di titanio con grandezza delle particelle da 15 u fino a 120 u per terpineolo C₁₀H₁₈O privo di acqua. La polvere di titanio
10 proveniva da titanio spugnoso con grande superficie interna. Le particelle di polvere presentavano forme assai irregolari con diramazioni e protuberanze. Il rapporto di mescolamento è stato impostato in modo che per 6 ml di terpineolo si sono presi 9 g di polvere di titanio. La pasta viscosa ed omogenea 2 è stata immessa
15 in un apparecchio di rivestimento 4 mobile per lastre cromatografiche a strato sottile, avente la forma di un recipiente appuntito verso il basso, e nella forma di strato uniforme e coerente 3 è stata applicata sulla sostanza di supporto 1 nella forma di una lastra piana. In particolare la freccia della fig. 2
20 indica la direzione di movimento dell'apparecchio di rivestimento 4. Come sostanza di supporto 1, si è scelta una speciale qualità di grafite, priva di pori e non adesiva, che presentava una struttura orientata delle singole lastre di grafite (Sigraflex della Sigri). In un'ulteriore fase di procedimento, il liquido (nel caso in questione
25 terpineolo) è stato vaporizzato in aria mediante riscaldamento a ca. 200° C. Lo strato 3 è stato successivamente essiccato insieme alla

sostanza di supporto 1 in un armadio di essiccazione sotto vuoto a ca. 200° C. In particolare, si è verificata già una compressione della polvere di titanio. Inoltre, il materiale è stato sottoposto ad un trattamento termico a più stadi. A tale scopo, lo strato 3 sulla
5 sostanza di supporto 1 è stato introdotto in un forno a depressione, la cui depressione era dell'ordine di 10^{-5} fino 10^{-6} torr. Dapprima il materiale nel corso di un periodo di ca. 90 min è stato riscaldato dalla temperatura di 500° C e per 30 min è stato mantenuto a questa temperatura. Il solvente (terpineolo)
10 eventualmente ancora rimasto, viene espulso completamente durante questo processo. Successivamente, il materiale per un periodo di ca. 30 min è stato ulteriormente riscaldato dalla temperatura di ca 900° C e per ca. 3 ore è stato mantenuto a questa temperatura. In particolare, la polvere di titanio sinterizza formando un foglio
15 poroso coerente. E' necessario curare affinché questa temperatura di sinterazione non venga impostata troppo alta affinché lo strato di titanio non si incolli con la sostanza di supporto 1. Dopo la sinterazione, il materiale è stato raffreddato ed il foglio finito è stato staccato dalla sostanza di supporto 1.

20 Dopo la sinterazione, il materiale è stato raffreddato ed il foglio finito è stato staccato dalla sostanza di supporto 1.

In via di principio, la pasta 2 può essere prodotta anche con l'ausilio di un altro liquido adatto diverso dal C H O. Anche
l'applicazione della pasta non è legata all'apparecchio di
25 rivestimento 4 per la lastra a strato sottile, ma può avvenire con l'ausilio di qualsiasi altro dispositivo adatto. La condizione

essenziale è che dapprima si producono la pasta viscosa ed omogenea e che questa venga successivamente applicata in maniera più uniforme possibile su uno substrato non adesivo (sostanza di supporto 1).

- 5 Mediante il procedimento, secondo l'invenzione, viene resa possibile la produzione economica di fogli di titanio e lastra di titanio porosi di spessore costante da 0,1 fino a ca. 5 mm con porosità uniforme e superficie praticamente di grandezza a piacere, come quelle necessarie per la costruzione di grandi apparecchiature
10 industriali per l'elettrolisi (singole parti e intere batterie costruite in base al principio della pressa di filtrazione).

Rivendicazioni

1. Procedimento per produrre una lastra o un foglio di titanio poroso, di grande estensione superficiale, partendo da polvere di
15 titanio, caratterizzato dal fatto, che la polvere di titanio viene messa in sospensione in un liquido e la pasta viscosa ed omogenea (2) in tal modo prodotta, viene applicata su una sostanza di supporto (1) nella forma di uno strato (3) coerente ed uniforme, il liquido viene vaporizzato nell'aria e lo strato (3) viene
20 successivamente essiccato sotto vuoto ed ulteriormente trattato termicamente in più stadi sotto vuoto.

2. Procedimento, secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto, che il trattamento termico dello strato viene attuato sulla stessa sostanza di supporto originaria (1) e si compone delle
25 seguenti fasi effettuate sotto vuoto da 10^{-5} fino a 10^{-6} torr:

- Riscaldamento nel corso di 90 min fino a 500° C,

- Mantenimento della temperatura durante 30 min ad 500° C,
- Riscaldamento nel corso di 30 min da 500° C fino a 900° C,
- Sinterazione dello strato mantenendo la temperatura a 900° C per 3 ore.

5 3. Procedimento, secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto, che il liquido impiegato per la produzione della pasta è terpineolo $C_{10}H_{18}O$, nonché del fatto che la sostanza di supporto (1) è fatta di speciale grafite, priva di pori e non adesiva, con struttura orientata delle singole piastrine di grafite.

10 4. Procedimento, secondo la rivendicazione 3, caratterizzato dal fatto, che il terpineolo viene vaporizzato a 200° C e lo strato (3) viene essiccato sotto vuoto a 200° C.

5. Procedimento, secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto, che la pasta viscosa di (2) è stata prodotta da polvere di 15 titanio con particelle della grandezza di 15 μ fino a 120 μ con forme assai regolari, presentanti diramazioni e protuberanze, polvere prodotta da titanio spugnoso, ed inoltre da terpineolo nel rapporto di miscelazione di 9 g di titanio per 6 ml di terpineolo.

6. Procedimento, secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal 20 fatto, che la pasta viscosa (2) viene applicata sulla sostanza di supporto (1) con un apparecchio di rivestimento mobile (4) per lastre a strato sottile.

Riassunto del trovato

Una lastra o foglia porosa di titanio, di grande estensione 25 superficiale viene prodotta per il fatto, che la polvere di titanio viene messa in sospensione in un liquido in modo che si ottiene una

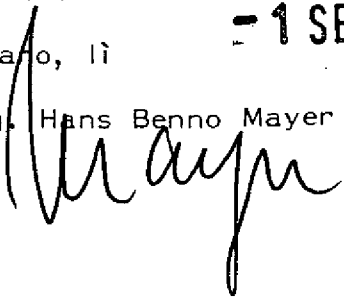
pasta viscosa ed omogenea (2), e quest'ultima nella forma di stato
uniforme e coerente viene applicata su una sostanza di supporto (1)
non adesiva, ad esempio nella forma di una lastra piana di
speciale grafite, priva di pori, con struttura orientata delle
5 singole lastre di grafite, ed il liquido viene vaporizzato, lo strato
(3) viene essiccato sotto vuoto e sinterizzato (fig. 2).

La presente traduzione è conforme al testo del documento di Priorità
a cui si riferisce.

Milano, lì

- 1 SET. 1983

10 Ing. Hans Benno Mayer



19907A/83

FIG.1

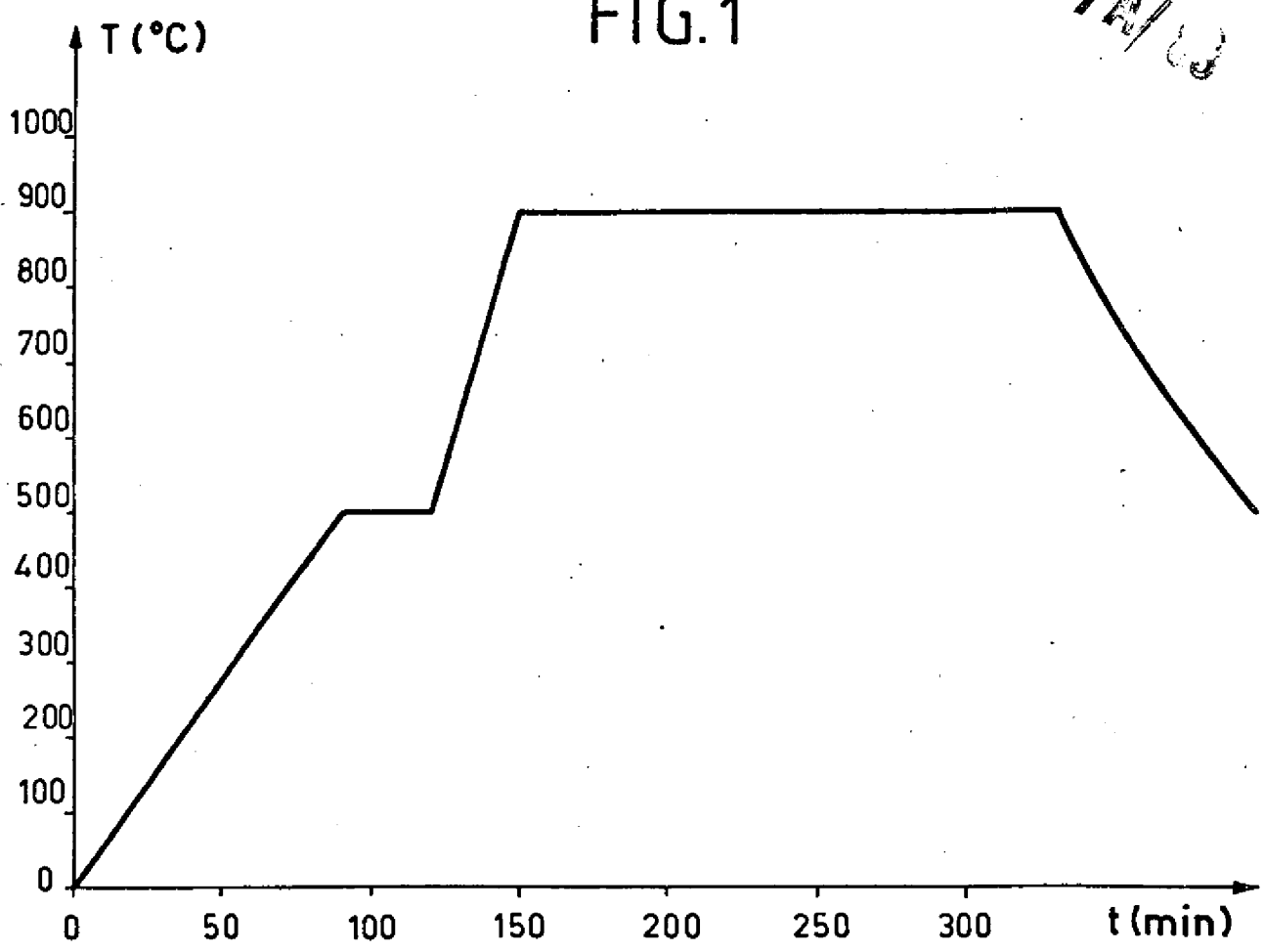
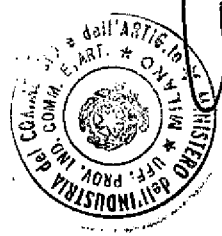
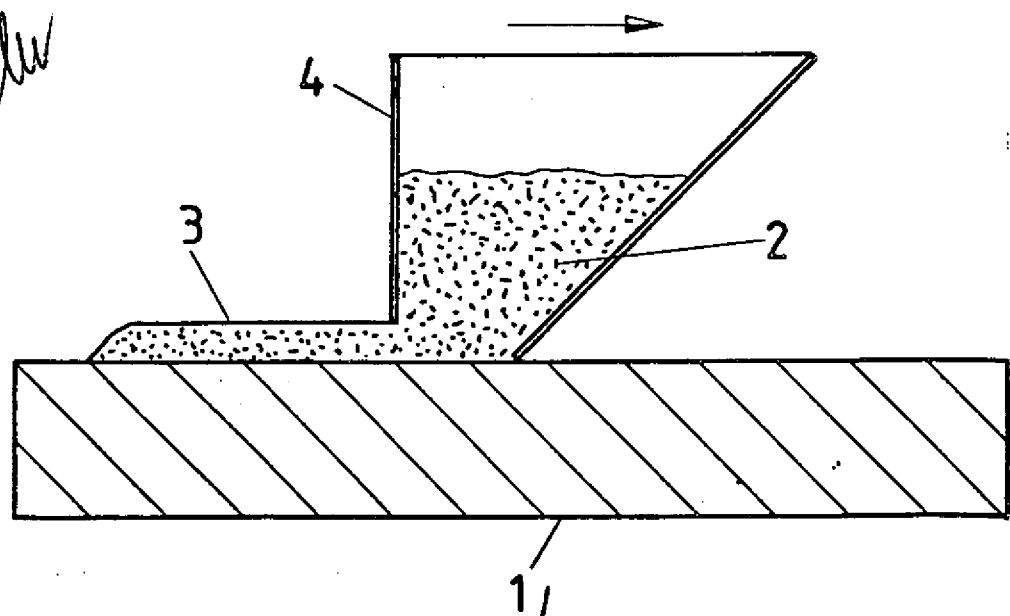


FIG.2



ING. HANS BENNO MAYER
CONSULENTE BREVE

13/83 1/2

FIG.3

19907A/83

