

410609

PATENTE DE INVENCION

Ref: F.S. 708.

F. E. 27-2-75

Int. Cl. CO4B

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la producción de una estructura
cerámica permeable.

=====

Solicitante: POSECO INTERNATIONAL LIMITED; entidad inglesa, residen-
te en 285 Long Acre, Neshells, Birmingham B7 5JR, Ingle-
terra

=====

Este invento se refiere a la fabricación de ma-
terias cerámicas porosas o permeables.

Los métodos de fabricar materias cerámicas poro-
sas se describen en las patentes británicas 923.862,
5. 916.784, 1.004.352, 1.019.807, 1.054.421. Según es-

**POOR
QUALITY**



5. tos métodos, el procedimiento general consiste en emplear una masa de materia celular orgánica porosa, v.g., espuma de poliuretano; impregnar la espuma con una suspensión espesa de materia cerámica finamente dividida, normalmente en agua; y finalmente secar y cocer la estructura así obtenida. La espuma orgánica desaparece en la cocción dejando una estructura cerámica. Para tener la seguridad de conseguir coherencia, la suspensión espesa puede contener un aglutinante, por ejemplo una arcilla, un fosfato o un silicato sódico.
10. Si se emplean los métodos descritos en las patentes citadas, surgen dificultades debidas a una tendencia insuficiente por parte de la suspensión espesa cerámica a humedecer el material de la espuma y una tendencia a formar "puentes" y "paredes celulares" o "ventanillas" en la estructura
15. de la espuma. Si dichas "ventanillas" permanecen coherentes durante la cocción, entonces la permeabilidad final del producto cocido es indeseablemente baja para ciertas aplicaciones, v.g., soportes de catalizador, difusores y dispositivos de contacto de gas/líquido. Este es un inconveniente particular cuando la materia celular orgánica de partida se elige
20. como una espuma muy permeable, v.g., una espuma reticular sin paredes celulares o ventanillas.
25. La adición de agentes humectantes ayuda a la suspensión espesa a humedecer el material de la espuma pero no reduce en modo alguno la tendencia a la formación de puentes y la formación de ventanillas; de hecho, dicha tendencia se ve realizada generalmente.
30. Nosotros hemos descubierto que la dificultad mencionada de la formación de puentes se puede evitar y producirse materiales porosos de gran permeabilidad si la suspensión es-



pasa de impregnación, de materia cerámica finamente dividida, contiene una proporción muy elevada de un agente antiespumante conocido per se.

5. Por lo tanto, según el presente invento, se proporciona un procedimiento para fabricar una estructura cerámica permeable que comprende: impregnar una espuma orgánica con una suspensión espesa de una materia cerámica finamente dividida, cuya suspensión espesa contiene una elevada concentración de un agente antiespumante, y secar y cocer la espuma así impregnada.

10. La concentración de agente antiespumante necesaria para evitar la dificultad de la formación de puentes puede variar con el agente antiespumante particular empleado, el tipo de suspensión espesa y su contenido, pero será mucho mayor que la cantidad de agente que se empleara normalmente para evitar la espumación de la suspensión espesa. De preferencia, la suspensión contiene por lo menos un 0,01 % en peso (calculado como agente antiespumante) de agente antiespumante para que no sean evidentes los efectos de formación de puentes.

15. Resulta conveniente emplear agentes antiespumantes disponibles en mercado. Existen dos clases de materiales ampliamente disponibles para este fin: siliconas y alcoholes de elevado peso molecular. La experiencia ha demostrado que, con el procedimiento del presente invento, se puede emplear cualquier tipo para conseguir un buen efecto, pero se obtienen mejores resultados con una mezcla de los dos tipos. Con anterioridad a este invento, estos materiales se han utilizado en concentraciones de tan solo unas cuantas partes por millón para conseguir el efecto antiespumante deseado. Los agen



tes antiespumantes comerciales se pueden producir como soluciones o emulsiones que suelen contener de un 10 a un 40 % en peso de material activo, lo cual ha de tenerse en cuenta cuando el contenido real de agente espumante per se se ha de ajustar a un nivel deseado.

5.

Los ejemplos que siguen sirven para ilustrar el invento:

EJEMPLO 1

Se cortó a la forma deseada una pieza de espuma de poliuretano de poliéster reticular, que tenía entre 13 y 17 poros (o células) por centímetro lineal y se trató con poli-acrilamida aniónica, según las enseñanzas de nuestra solicitud pendiente número 1.929/72 (F.S. 707), de la misma fecha que la presente. Se preparó una pasta líquida cerámica con la composición que sigue:

15.

	<u>partes en peso</u>
Dextrina	20
Sierita lefelínica, toda ella de menos de 0,075 mm	35
Caolín	25
Mullita fundida, toda ella de menos de 0,075 mm	70
Agua	80

Se agitaron todos los ingredientes entre sí con un agitador de gran velocidad. Por cada litro de pasta líquida se añadieron 5 cm³ de SILCOLAPSE 5.000 (un agente antiespumante de silicona que contiene un 30 % en peso de material activo) más 5 cm³ de PERMANAL ANA (un alcohol de elevado peso molecular). Se empapó la espuma en la pasta líquida. Después se eliminó el exceso de pasta líquida por centrifugación y la espuma se secó por calentamiento por microondas.

20.



- Entonces se sumergió la espuma deshidratada en la pasta líquida una segunda vez, se centrifugó, se secó, después se trasladó a un horno de mufla eléctrico, donde se calentó a un régimen que no excedía de 100°C/hora hasta una temperatura de 300°C, se mantuvo a 300°C durante 4 horas, después se calentó a un régimen que no excedía de 100°C/hora hasta una temperatura de 1.300°C, se mantuvo a 1.300°C durante 16 horas, después se enfrió hasta alcanzar la temperatura ambiente a un régimen máximo de 100°C/hora, preferiblemente a un régimen no superior a 50°C/hora. Se obtuvo un cuerpo cerámico de porcelana reticular altamente permeable y fuerte, prácticamente exento de "puentes", "paredes celulares" o "ventanillas".

EJEMPLO 2

- Se cortó a la forma deseada una pieza de espuma de poliuretano de poliéster reticular, que tenía entre 20 y 30 poros (o células) por centímetro lineal, y se trató con poliuretano de diisocianato según las enseñanzas de nuestra solicitud pendiente número 1.929/72 (F.S. 707), de la misma fecha que la presente. Se preparó una pasta líquida cerámica con la composición que sigue:

	<u>partes en peso</u>
Dextrina	13
Sienita nefelínica, toda ella de menos de 0,075 mm	23
Caolín	17
Alúmina micronizada, toda ella de menos de 0,01 mm	47
Agua	80
Monoetanolamina	6

- Se agitaron todos los ingredientes entre sí, con una agitadora de gran velocidad. Se añadieron, por cada litro de



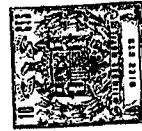
5. pasta líquida, 8 cm³ de emulsión antiespumante RD, una emulsión de agente antiespumante de silicona, que contenía un 10% en peso de material activo. Entonces se empapó la espuma en la pasta líquida, se eliminó el exceso de pasta líquida por centrifugación y la espuma se deshidrató por calentamiento por microondas. Se sumergió la espuma seca de nuevo en la pasta líquida, se centrifugó y se secó, después se coció en un horno de mufla eléctrico, con el mismo programa de temperaturas que se ha descrito en el Ejemplo 1. Se obtuvo un cuerpo cerámico reticular altamente permeable y fuerte de porcelana con gran contenido de alúmina, prácticamente exenta de "ventanillas" según se ha descrito.
- 10.

EJEMPLO 3

15. Se cortó a la forma deseada una pieza de espuma de poliuretano de poliéster reticular, que tenía entre 4 y 6 poros por centímetro lineal, y se trató con una poliacrilamida según la enseñanza de nuestra solicitud pendiente número 1.929/72 (F.S. 707), de la misma fecha que la presenta. Se preparó una pasta líquida cerámica agitando entre sí los ingredientes con la composición que sigue, con una agitadora de gran velocidad.
- 20.

	<u>partes en peso</u>
Petalita, toda ella de menos de 0,075 mm	70
Caolín	30
25. Dextrina	25
Agua	100

30. Se añadieron, por cada litro de pasta líquida, 22,5 cm³ de PERMANAL ANA. Entonces se empapó la espuma en la pasta líquida, se eliminó el exceso de pasta líquida por centrifugación y se secó la espuma. Debido a la naturaleza tan abierta



de la espuma empleada en este ejemplo, fué suficiente emplear una corriente de aire caliente para secar la espuma recubierta con la pasta líquida.

5. Se sumergió la espuma seca de nuevo en la pasta líquida, se centrifugó y se deshidrató, después se colocó en una caja de arcilla refractaria cerrada, en un horno caldeado por gas, y se calentó a 1.290°C , a un régimen que no excedía de $100^{\circ}\text{C}/\text{hora}$, y se mantuvo a 1.290°C por espacio de 14 horas, después de lo cual se desactivó el horno y se dejó que su contenido se enfriara en su interior. El promedio de enfriamiento fué de $50^{\circ}\text{C}/\text{hora}$. Se obtuvo un cuerpo reticular muy permeable y fuerte de cerámica, resistente al choque térmico, prácticamente exento de los defectos de "ventanillas" descritos anteriormente.
- 10.
15. La finalidad de la dextrina mencionada en los ejemplos anteriores, tiene por objeto: primero, aglutinar la materia particulada, con seguridad, al sustrato de poliuretano después del secado, pero antes de la cocción; y en segundo lugar, carbonizar durante el proceso de cocción para formar un esqueleto de carbono que sostiene la estructura en la gama de temperaturas entre el reblandecimiento y descomposición de poliuretano de poliéster ($200 - 300^{\circ}\text{C}$) y el comienzo del aglutinamiento cerámico (aproximadamente 1.000°C , dependiendo de la fórmula). Este esqueleto se calcina finalmente y no quedan trazas en el producto final. El aglutinante de la materia particulada en el artículo sin cocer se puede mejorar también empleando solución de poliacrilamida (según se indica en nuestra solicitud pendiente número 1.929/72), y secando entre el primer y el segundo recubrimientos de pasta líquida cerámica.
- 20.
- 25.
- 30.

410609



- 8 -

- N O T A -

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Inglaterra con fecha 14 de enero de 1972, bajo el número 1930/72, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los
10. Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA ESTRUCTURA CERAMICA PERMEABLE; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1ª.- Procedimiento para la producción de una estructura cerámica permeable, caracterizado porque comprende impregnar una espuma orgánica con una suspensión espesa de una materia cerámica finamente dividida, cuya suspensión espesa contiene una elevada concentración de un agente antiespumante, y
20. secar y cocer la espuma así impregnada.
- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración de agente antiespumante es de por lo menos un 0,1 % en peso.
25. 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el agente antiespumante es una silicona o un alcohol de un elevado peso molecular.
30. 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el agente antiespumante es una mezcla de una o más siliconas y uno o más alcoholes de elevado peso molecular.

410609 - 9 -

30



5. Procedimiento para la producción de una estructura cerámica permeable, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 9 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid 30 MAR. 1973

POSECO INTERNATIONAL LIMITED

J. GOMEZ ACEBO Y MOUET
Por el Firmado: L. Gaita Fernández

ME