

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 636 930**

51 Int. Cl.:

B28B 1/52	(2006.01)	C04B 35/111	(2006.01)
B22F 3/18	(2006.01)	C04B 35/622	(2006.01)
B22F 5/00	(2006.01)	C04B 35/626	(2006.01)
B22F 7/02	(2006.01)		
B28B 3/12	(2006.01)		
B28B 3/16	(2006.01)		
B32B 18/00	(2006.01)		
B30B 3/04	(2006.01)		
B30B 11/18	(2006.01)		
C04B 33/13	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.10.2012** **E 12290361 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.10.2016** **EP 2722143**

54 Título: **Proceso para elaborar una lámina inorgánica**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.10.2017

73 Titular/es:
IMERYS CERAMICS FRANCE (100.0%)
154 rue de l'Université
75007 Paris, FR

72 Inventor/es:
ZHANG, WEN;
GASGNIER, GILLES y
SEVAGEN, ALEXANDRE

74 Agente/Representante:
CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 636 930 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso para elaborar una lámina inorgánica

La presente solicitud está dirigida a un método para elaborar una lámina cerámica sinterizada.

Antecedentes de la invención

- 5 Los métodos tradicionales para conformar cuerpos inorgánicos especialmente cerámicas incluyen colado de barbotina, extrusión y presión. Sin embargo, los cuerpos verdes tal como se formaron son a menudo frágiles y difíciles de manejar. Por lo tanto, estos métodos no son adecuados, para formar láminas inorgánicas de gran tamaño. Adicionalmente, se complica utilizar métodos adicionales para formar un cuerpo que tenga una composición variable que pueda ofrecer propiedades interesantes tales como color, porosidad y resistencia mecánica.
- 10 Por ejemplo, se ha adaptado un método, para elaborar papel para conformar materiales cerámicos así como también láminas, como se describió en, por ejemplo, los documentos EP-A-0554820, WO-A-9406728 y US-B-7597781. En tales procesos, la suspensión para elaborar papel que comprende fibras, polvos cerámicos, ayudas para la retención, y aglutinantes se transfieren a la máquina para la elaboración de papel, donde una lámina, continua de papel es luego formada al desaguar y secar. Sin embargo, existen desventajas: i) se requieren suspensiones con cargas de sólidos muy bajas (<2%); ii) extensos estudios preliminares son necesarios para determinar las características de dispersión – floculación de las dispersiones para diferentes composiciones cerámicas; iii) se genera una gran cantidad de agua de desperdicio; iii) la alta cantidad de orgánicos tales como fibras agregadas puede dar como resultado una cerámica muy porosa después de ignición; y iv) el grosor de una capa única producida es a menudo limitado (es decir, <2 mm).
- 15
- 20 El colado en cinta también se ha utilizado para preparar capas delgadas de cerámica, tales como las descritas en el documento WO-A-0302167, US-A-4329271 y FR-B-2818015. En este método, se mezclan polvo cerámico, aglutinante/plastificante y otros aditivos en un solvente para producir una suspensión. La suspensión es luego fluida hacia afuera continuamente de un espacio entre una cuchilla tangente y una película portadora que se mueve a una velocidad dada. Después de eso, la suspensión se seca y se separa de la película portadora para producir una
- 25 lámina cerámica. Utilizando este método es posible producir capas cerámicas con un grosor por debajo de unos pocos micrómetros. Sin embargo, es difícil mantener el espesor de una suspensión e inhibir la sedimentación durante el secado. Por lo tanto, una lámina de grosor (>1-2 mm) no puede ser fácilmente moldeada de una suspensión mediante colado en cinta. Otras desventajas son las cantidades relativamente altas de orgánicos tales como aglutinantes, plastificantes y/o los solventes requeridos en el proceso. Este posee tanto problemas
- 30 económicos como ambientales.
- Los métodos de extrusión consisten de extrudir una mezcla moldeable en una lámina a través de una extrusora de tornillo o apisonado. Sin embargo, es difícil obtener láminas relativamente grandes y capas delgadas sin arrugas. El documento US-A-7090480 propone precisamente controlar la temperatura del área de troquel con el fin de producir una lámina cerámica relativamente plana. El documento EP-A-1726419 describe un sistema combinado de una
- 35 extrusora de hélices gemelas con una extrusora de hélices única para producir lámina cerámica. Otros métodos para producir capas de cerámica delgadas son cortar un cilindro extrudido en un tablero y luego compactarlo en una lámina del grosor deseado mediante enrollado como se describió en el documento US-A-6399013, o calandrar directamente los materiales extrudidos entre un conjunto de rodillos tal como se describe en el documento US-A-5800647. Sin embargo, a pesar de las mejoras presuntas ofrecidas por estos métodos, subsiste el caso de que para cualquier extrusora dada, subsiste una necesidad de optimizar la proporción entre el diámetro del apisonado/tornillo y el ancho del troquel. Así, el ancho de la lámina extrudida se reduce por la extrusora y el correspondiente tamaño del troquel. Así, subsiste el problema de elaborar láminas relativamente grandes. Además, los métodos de extrusión requieren que se llene una cantidad específica de mezcla en la extrusora antes de que pueda comenzar la producción de cualquier lámina, y más aún, es necesaria una limpieza completa de la extrusora si se cambia la
- 40 composición.
- 45 El documento WO-A-03049935 describe un método para producir lámina inorgánica con resina PTFE al enrollar sin preextrusión. Sin embargo, se encontró que era difícil obtener una capa homogénea de una formulación sin resina con tal equipo. Otro ejemplo para producir láminas de polímero orgánico inorgánicamente llenadas directamente al enrollar se describe en el documento US-A-2005508072. Sin embargo, este método no está relacionado con la elaboración de materiales sinterizados.
- 50 El documento US 2 917 821 divulga un método para elaborar una lámina de metal, en donde los polvos metálicos se pasan a través de al menos un par de rodillos indentados y posteriormente a través de al menos un par de rodillos de acabado.

Así, subsiste la necesidad de láminas inorgánicas grandes, particularmente, láminas cerámicas sinterizadas, y métodos y maquinaria novedosa para elaborarlas.

Resumen de la invención

5 De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se suministra un método para elaborar una lámina cerámica sinterizada con las características de la reivindicación 1 anexa.

De acuerdo con un segundo aspecto de la presente divulgación, el método puede comprender calentar la lámina cerámica secada a una temperatura adecuada para quemar los aditivos inorgánicos antes del sinterizado.

De acuerdo con un tercer aspecto de la presente divulgación, se suministra un método para elaborar un compuesto cerámico multicapa, dicho método comprende:

10 un método de acuerdo al primer aspecto de la presente invención en el cual la composición de formación de lámina es una composición precursora de cerámica; y además comprende cualquiera de las etapas de:

(a1) secar la lámina cerámica para formar una lámina de cerámica verde;

(b1) apilar dicha lámina cerámica verde con lámina (s) similares o unas láminas que tienen una composición diferente para formar un producto laminado verde, y

15 (c1) sinterizar dicho producto laminado verde a una temperatura adecuada para formar un compuesto cerámico multicapa;

o

(a2) apilar la lámina cerámica con una lámina o láminas similares o una lámina o láminas que tienen una composición diferente de diferencia para formar un producto laminado;

20 (b2) secar el producto laminado para formar un producto laminado verde; y

(c2) sinterizar dicho producto laminado verde a una temperatura adecuada para formar un compuesto cerámico multicapa sinterizando;

opcionalmente en donde en cualquier método, la lámina cerámica seca o el producto laminado se calienta a una temperatura adecuada para quemar los aditivos orgánicos antes de la sinterización.

25 De acuerdo con un quinto aspecto de la presente divulgación, se suministra un aparato configurado para llevar a cabo un método de acuerdo con uno cualquiera del primero, segundo y tercer aspecto de la presente divulgación, dicho aparato comprende un par de rodillos indentados y al menos un par de rodillos de acabado ubicados corriente abajo desde el par de rodillos indentados.

30 De acuerdo con un sexto aspecto de la presente divulgación, se suministra una lámina inorgánica o una lámina cerámica obtenible mediante el método de uno cualquiera del primero, segundo o tercer aspectos de la presente divulgación.

De acuerdo con un séptimo aspecto de la presente divulgación, se suministra una lámina inorgánica verde, o una lámina cerámica verde, o un producto laminado verde obtenible mediante el método de uno cualquiera del primero, segundo y tercer aspecto de la presente divulgación.

35 De acuerdo con un octavo aspecto de la presente divulgación, se suministra una lámina cerámica sinterizada o un compuesto cerámico multicapa sinterizado obtenible mediante el método de uno cualquiera del segundo y tercer aspectos de la presente divulgación.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es una descripción esquemática de una realización ilustrativa de la presente invención.

40 La Figura 2 es una representación gráfica del ciclo de ignición utilizados en los Ejemplos.

La Figura 3 es una gráfica que muestra las propiedades mecánicas para una serie de muestras preparadas en los Ejemplos.

La Figura 4 es una descripción esquemática de una realización ilustrativa adicional de la presente divulgación.

Descripción detallada de la invención

5 Los términos “tablero” y “lámina” se utilizan aquí simplemente para diferenciar el cuerpo formado después de que la composición pasa a través del primer par de rodillos indentados y los rodillos de acabado corriente abajo. Se entenderá que un tablero tiene propiedades similares a las de la lámina, por ejemplo, una forma sustancialmente plana que tiene una escala ancho/largo significativamente mayor que su grosor. Así, en las realizaciones en las cuales el al menos un par de rodillos de acabado es un par de rodillos de alisado, la diferencia entre cualquier
10 tablero y lámina formada en el mismo proceso es que la lámina tendrá una superficie exterior más lisa y/o un grosor reducido comparado con el tablero del cual este se forma.

Como se utilizan aquí, los términos “tablero inorgánico” o “lámina inorgánica” significan que el tablero y la lámina se forman de una composición que se forma de lámina que comprende una cantidad principal de material en partículas inorgánico, por ejemplo, mayor de aproximadamente 50% en peso de material en partículas inorgánico, o al menos
15 aproximadamente 60% en peso de material en partículas inorgánico, con base en el peso total de la composición formadora de lámina.

Como se utiliza aquí, el término “verde” que se refiere, por ejemplo a una lámina inorgánica o cerámica o un compuesto cerámico multicapa, significa un cuerpo en un estado sin ignición. El cuerpo, por ejemplo, la lámina o compuesto multicapa, se puede formar al sinterizar una composición precursora cerámica como se definió aquí.

20 A menos que se establezca otra cosa, el diámetro de partícula equivalente medio (promedio) (valor d_{50}) denominado aquí es como se midió de una manera bien conocida mediante dispersión de la luz láser del material en partículas en una condición completamente dispersada en un medio acuoso utilizando una máquina LA950 como la suministra Horiba, denominada aquí como “La unidad Horiba LA950” tal máquina suministra mediciones y una gráfica del porcentaje acumulado en volumen de las partículas que tienen un tamaño, denominadas en la técnica como el
25 “diámetro esférico equivalente” (esd), menor que los valores esd dados. El tamaño d_{50} de la partícula media es el valor de acabado de esta manera de la partícula esd en la cual existen 50% en volumen de las partículas que tienen un diámetro esférico equivalente menor de aquel valor d_{50} . De manera similar, d_{90} es el valor de acabado de esta manera de las partículas esd en las cuales existe un 90% en volumen de las partículas que tienen un diámetro esférico equivalente menor de aquel valor d_{90} . De manera similar, d_{10} es el valor de acabado de esta manera de la
30 partícula esd en la cual existe 10% en volumen de las partículas que tienen un diámetro esférico equivalente menor de ese valor d_{10} .

El “peso total” de la composición formadora de lámina que comprende material en partícula inorgánica se refiere al peso total de cualquiera de los compuestos discutidos aquí por ser adecuado para ser utilizado en la composición formadora de lámina, es decir, el peso total de cualquiera de los compuestos discutidos aquí por ser adecuado para
35 ser utilizado en la composición formadora de lámina, es decir, el peso total de los compuestos precursores intermetálicos, metálicos y/o cerámicos y las composiciones y los aditivos orgánicos tales como la fibra, aglutinante, plastificador, lubricante, etc. El “peso total” se entiende así por incluir tales aditivos orgánicos que son líquidos bajo condición ambiente, pero no incluyen solvente, por ejemplo, agua en soluciones acuosas de tales compuestos y composiciones si tales se utilizan para preparar la composición formadora de lámina.

40 A menos que se establezca otra cosa, los términos “% en peso” o “% p” o “en peso” están basados en el peso total de la composición formadora de lámina que comprende mantener en partícula inorgánico.

Como se utiliza aquí, el término “ancho de un rodillo” significa la dimensión del rodillo paralelo a su eje central. Como se utiliza aquí, El término “diámetro de un rodillo” significa la dimensión en sección transversal, en línea recta, más larga del rodillo perpendicular a su eje central. Como se utiliza aquí el término “profundidad de indentación” significa
45 la distancia (a lo largo de un radio del rodillo) entre una circunferencia exterior del rodillo, que es tangencial con respecto a la superficie mas exterior de un segmento/saliente, y una circunferencia interior del rodillo. La circunferencia interior es una circunferencia de un rodillo indentado que se ubica en la superficie del rodillo de la cual se extienden o sobresalen los segmentos/salientes.

Como se utiliza aquí el término “composición precursora cerámica” significa una composición que comprende materiales que pueden estar íntimamente mezclados y molidos, opcionalmente en la presencia de un medio líquido (por ejemplo agua), formado en una lámina cerámica, y con ignición (por ejemplo a una temperatura de al menos
50 aproximadamente 800°C) para formar un artículo cerámico, por ejemplo un compuesto cerámico multicapa o una baldosa de porcelana. Los materiales típicamente comprenden una mezcla de minerales inorgánicos, arcillas y

ayudas de procesamiento, tales como ayudas de sinterización fibras (orgánicas y/o inorgánicas), agentes aglutinantes, lubricantes, plastificantes y dispersantes/desfloculantes.

5 Como se utiliza aquí, el término "lámina interior" significa una lámina inorgánica (por ejemplo lámina cerámica) que está en emparedado entre al menos dos láminas inorgánicas adyacentes (por ejemplo láminas cerámicas). Así, en un compuesto cerámico sinterizado de tres capas, por ejemplo, la lámina interior es la capa media en emparedado entre dos capas exteriores.

Metodología

10 De acuerdo con el primer aspecto de la presente invención, la composición formadora de lámina se pasa a través de al menos un par de rodillos indentados que forman un tablero inorgánico. El tablero inorgánico es luego pasado a través de al menos un par de rodillos de acabado, que forman una lámina inorgánica. En ciertas realizaciones, el tablero inorgánico se pasa a través de al menos un par de rodillos de alisado para alisar y/o reducir el grosor del tablero.

15 Por "indentado" quiere decir que la distancia radial entre el eje central de la superficie enfrentada hacia afuera de los rodillos varía alrededor del eje central del rodillo. El rodillo indentado puede tener una serie de segmentos elevados y/o salientes alrededor de su superficie. Las salientes pueden estar separadas regular o irregularmente alrededor de la superficie del rodillo. La saliente puede tener la forma de un cubo, cuboide, cono, frustocono, pirámide (de base triangular o cuadrada), cilindro, domo (por ejemplo semiesfera), cilindro con domo, prisma triangular, o prisma hexagonal. Los segmentos elevados pueden atravesar lateralmente (es decir axialmente) a lo largo de la superficie y pueden ser continuos o discontinuos. En la realización, los segmentos elevados transversal atraviesan lateralmente (es decir axialmente) a lo largo de la superficie del rodillo. El segmento o segmentos elevados pueden atravesar parte de la vía a lo largo del ancho del rodillo, o extenderse aproximadamente todo el camino a lo largo del ancho del rodillo. Puede haber una pluralidad de segmentos elevados separados. Por ejemplo, puede haber entre aproximadamente 5 y aproximadamente 40 segmentos elevados separados, por ejemplo, de aproximadamente 5 a aproximadamente 30, o de aproximadamente 5 a aproximadamente 25, o de aproximadamente 10 a aproximadamente 20 segmentos elevados separados. El espaciamiento entre los segmentos elevados adyacentes puede ser igual o no igual, preferiblemente igual. La pluralidad de segmentos elevados se puede orientar de tal manera que cada segmento es sustancialmente paralelo a un segmento adyacente. Cada uno de una pluralidad de los segmentos elevados puede seguir una senda sustancialmente lineal a lo largo del ancho del rodillo o puede atravesar alrededor del rodillo en una disposición en forma de bovina, espiral, helicoidal o de tornillo. De manera ventajosa, el patrón de indentación será igual para cada par de rodillos. Visto en sección transversal (en la dirección axial) el perfil de segmento o segmentos puede ser angular o curvado. Por ejemplo, el perfil del segmento de los segmentos puede ser aproximadamente, triangular, cuadrado, rectangular o de otra forma poligonal. El uso del término "aproximadamente" en ese contexto pretende reflejar que ese perfil no es un polígono regular ya que uno de sus bordes será la superficie redondeada del rodillo. Las esquinas del perfil poligonal pueden ser redondeadas. En una realización ventajosa, el perfil de cada segmento es curvado, aproximadamente en forma de U, y una pluralidad de tales segmentos formará un perfil ondulante alrededor de la circunferencia del rodillo, por ejemplo una serie de formas de U alternativas y de forma de U invertidas.

40 Sin desear estar unidos por la teoría, se cree que el uso de al menos un par de rodillos indentados en la etapa inicial formadora del tablero tiene un efecto compactante ventajoso, que produce el tablero y, así, la lámina que tiene la integridad mecánica deseable, por ejemplo, la resistencia incrementada al rasgado y la formación de hueco. Esto significa que se pueden producir tableros y láminas mayores que de otra manera sería el caso utilizando los métodos convencionales en la técnica. Esto, a su vez, puede facilitar el procesamiento adicional de la lámina, por ejemplo, conformado, corte estampado, apilado para formar una lámina, con las láminas menos propensas a daño o falla. En aplicaciones cerámicas, el efecto de compactación que utiliza al menos un par de rodillos indentados también se ha encontrado para mejorar las propiedades mecánicas de la cerámica sinterizada final. Una ventaja adicional es que los métodos y aparatos de la presente invención no requieren una etapa de extrusión y la maquinaria extrusora asociada.

50 Los rodillos indentados y de acabado se pueden hacer de cualquier material adecuado, que incluyen pero no están limitados a, hierro fundido, acero inoxidable y cualquier material polimérico adecuadamente robusto, por ejemplo, caucho. De manera ventajosa, los rodillos son hechos de acero inoxidable. Cualquiera de los rodillos puede ser tratado en la superficie para modificar (por ejemplo, reducir) la adhesión y/o la abrasión de la mezcla formadora de lámina a la superficie de los rodillos. Para los rodillos de acero inoxidable, el tratamiento superficial incluye tratamiento con Cr o Ni, que disminuirá la adhesión y/o la abrasión de la mezcla formadora de lámina a la superficie de los rodillos. En otras realizaciones, los rodillos se pueden calentar para facilitar la formación de lámina. El calor se puede suministrar por un elemento de calentamiento ubicado dentro del cuerpo del rodillo, por ejemplo, un mandril calentado. Alternativamente, los rodillos se pueden ubicar en una zona de calentamiento.

En una realización, el método incluye un par de rodillos indentados seguido por dos o más pares de rodillos de acabado (por ejemplo rodillos de alisado). En otra realización, el método incluye dos pares de rodillos indentados,

seguido por al menos uno dos o más pares de rodillos de acabado (por ejemplo rodillos de alisado). En realizaciones que comprenden múltiples pares de rodillos indentados y/o múltiples pares de rodillos de acabado (por ejemplo rodillos de alisado), la distancia entre los rodillos en cualquier par se puede disponer de tal manera que el grosor del tablero y luego la lámina se reduzca gradualmente en la medida en que este pase a través de los rodillos.

5 En otra realización, las etapas formadoras de tablero y/o formadoras de lámina se pueden efectuar en condiciones atmosféricas reducidas, por ejemplo, bajo condiciones de vacío. Así, en estas realizaciones, los rodillos del aparato pueden ser alojados en una sección sellada del aparato que suministra dichas condiciones de atmósfera reducida o condiciones de vacío.

10 La composición formadora de lámina puede ser alimentada al par de rodillos indentados utilizando cualquiera de los medios de suministro adecuados. Por ejemplo, la composición formadora de lámina se puede alimentar al par de rodillos indentados de una tolva situada por encima o próxima al par de rodillos indentados. En una realización, la composición formadora de lámina es continuamente alimentada al par de rodillos indentados y el proceso, en total, es un proceso continuo en el cual la lámina inorgánica sale o es arrastrada continuamente desde el par final de rodillos de acabado (por ejemplo rodillo de alisado).

15 Al salir el par (final) de rodillos de acabado (por ejemplo, rodillos de alisado), la lámina inorgánica puede pasar a una zona de procesamiento adicional para procesamiento adicional. El procesamiento adicional de la lámina inorgánica puede comprender calibrado, por ejemplo, corte y/o estampado, y/o apilado en un producto laminado con láminas similares o láminas de diferente composición, y/o secar la lámina inorgánica y/o un calentamiento de la lámina inorgánica para quemar los aditivos orgánicos. El método comprende además sinteriza la lámina inorgánica en una
20 zona de ignición, en donde la lámina inorgánica es una lámina cerámica, es decir, comprendida de materiales precursores cerámicos.

Así, de acuerdo con la presente invención, en la cual se hace la lámina cerámica sinterizada, el método del primer aspecto comprende además secar la lámina cerámica para formar una lámina cerámica verde, y sinterizar dicha lámina cerámica verde a una temperatura adecuada para formar una lámina cerámica sinterizada.

25 El secado se puede conducir a una temperatura de al menos aproximadamente 40°C, por ejemplo, aproximadamente 70°C, o aproximadamente 105°C, y una ignición a una temperatura adecuada durante un tiempo adecuado para formar un cuerpo cerámico bajo ignición. El secado se puede llevar a cabo en una cámara de secado. El secado y las condiciones de ignición variarán dependiendo de la composición de las condiciones de procesamiento de la cerámica, la formación, el tamaño del cuerpo verde y la naturaleza de los equipos. La ignición
30 se puede conducir en cualquier horno adecuado.

Durante el secado la lámina cerámica se puede colocar entre placas para reducir o anular la deformación de la lámina. Por ejemplo, la lámina cerámica se puede colocar entre placas de yeso a aproximadamente 40°C durante el secado.

35 De manera alternativa, el secado se puede efectuar utilizando radiación infrarroja lejana o rodillos calentados. Si se utilizan rodillos calentados, se debe tener cuidado de utilizar presiones que no originen reducción adicional del grosor de la lámina inorgánica/cerámica.

Las temperaturas de ignición adecuadas incluyen temperaturas por encima de aproximadamente 800°C, por ejemplo, la ignición se puede conducir a una temperatura de al menos 900°C, por ejemplo, al menos aproximadamente 1000°C, o al menos aproximadamente 1100°C, o al menos aproximadamente 1200°C, o al menos
40 1250°C, o al menos aproximadamente 1300°C, o al menos aproximadamente 1350°C, o al menos aproximadamente 1400°C, o al menos aproximadamente 1450°C, o al menos aproximadamente 1500°C, o al menos aproximadamente 1550°C, o al menos aproximadamente 1600°C, o al menos aproximadamente 1650°C, o al menos aproximadamente 1700°C. La temperatura de ignición puede ser menor de aproximadamente 1800°C, por ejemplo, menor de aproximadamente 1700°C, o menor de aproximadamente 1600°C, o menor de aproximadamente 1500°C, o, menor
45 de aproximadamente 14050°C, o menor de aproximadamente 1300°C, o menor de aproximadamente 1250°C, o menor de aproximadamente 1200°C.

En ciertas realizaciones, la lámina cerámica verde puede ser calentada a una temperatura adecuada para quemar los aditivos orgánicos antes de la ignición. El objeto de cerámica verde puede ser calentado a una temperatura entre aproximadamente 200°C y 600°C, por ejemplo, entre aproximadamente 200°C y aproximadamente 500°C, o entre
50 aproximadamente 200°C y 400°C.

El tiempo de ignición puede estar entre aproximadamente 5 horas y 48 horas, por ejemplo, de aproximadamente 10 horas a aproximadamente 36 horas, por ejemplo, de aproximadamente 10 horas a aproximadamente 24 horas. En ciertas realizaciones, una velocidad de calentamiento relativamente lenta se puede utilizar durante el calentamiento inicial, por ejemplo, entre aproximadamente 0.5 y 5°C por minuto, hasta que se alcance la temperatura de

aproximadamente 500–700°C. La ignición a temperaturas mayores, por ejemplo, por encima de aproximadamente 500–700°C puede emplear una velocidad de calentamiento más rápida, por ejemplo, entre 10 y 50°C por minuto hasta que se obtenga la temperatura de ignición máxima. Puede existir un tiempo de espera en la temperatura de ignición máxima, por ejemplo, de aproximadamente unos 60 minutos, típicamente menos de aproximadamente 30 minutos, o menos de aproximadamente 20 minutos, o menos de aproximadamente 10 minutos, seguido por un ciclo de enfriado. El enfriado también puede ser natural o controlado.

Además, de acuerdo con un tercer aspecto, en el cual se hace el compuesto cerámico multicapa sinterizado, el método del primer aspecto comprende además cualquiera de las etapas de:

(a1) secar la lámina cerámica para formar una lámina de cerámica verde;

10 (b1) apilar dicha lámina cerámica verde con lámina o láminas similares o una lámina o láminas que tengan una composición diferente para formar un producto laminado verde, y

(c1) sinterizar dicho producto laminado verde a una temperatura adecuada para formar un compuesto cerámico multicapa;

o

15 (a2) apilar la lámina cerámica con lámina o láminas similares o una lámina o láminas que tienen una composición de diferencia para formar un producto laminado;

(b2) secar el producto laminado para formar un producto laminado verde; y

(c2) sinterizar dicho producto laminado verde a una temperatura adecuada para formar un compuesto cerámico multicapa sinterizando.

20 Los protocolos de secado e ignición son como anteriormente para el segundo aspecto de la presente divulgación.

La formación del producto laminado puede comprender presionar, por ejemplo, enrollar el producto laminado antes y/o después de secar y antes de calentar (cuando se lleva a cabo) y sinterizado.

En realizaciones del primer, segundo y tercer aspecto, la composición de formación de lámina la lámina inorgánica, la lámina cerámica verde o el producto laminado verde pueden envejecer durante un periodo adecuado de tiempo antes de sinterización. En una realización ventajosa, los aditivos orgánicos comprenden un componente hidrolizable (como se describió anteriormente), y el envejecimiento se lleva a cabo durante un periodo adecuado de tiempo y bajo condiciones adecuadas de tal manera que el componente hidrolizable se hidroliza antes de sinterizar. El envejecimiento puede incrementar la cohesión de la composición formadora de lámina, la cual, a su vez, puede facilitar el proceso formador de lámina. En ciertas realizaciones, la composición formadora de lámina es envejecida antes de la formación de la lámina. Por ejemplo, la composición formadora de lámina se puede secar y/o envejecer durante un periodo de tiempo adecuado, por ejemplo, hasta aproximadamente 24 horas, o hasta aproximadamente 18 horas, o hasta aproximadamente 12 horas. En ciertas realizaciones, el producto de lámina o laminado se puede secar y/o envejecer durante un periodo de tiempo adecuado por ejemplo, hasta de aproximadamente 24 horas, o hasta de aproximadamente 18 horas o hasta de aproximadamente 12 horas.

35 En una realización adicional del primero, segundo o tercer aspecto de la presente divulgación el método comprende además preparar la composición formadora de lámina que comprende material en partículas inorgánico. La composición formadora de lámina y los métodos de su preparación se discuten adelante.

Composición formadora de lámina que comprende material en partículas inorgánico.

40 En una realización, la composición formadora de lámina comprende material en partículas inorgánico que comprende desde aproximadamente 60-100% en peso de material en partículas inorgánico, y desde 0-40% en peso de aditivos orgánicos, con base en el peso total de la composición formadora de lámina (excluyendo solvente), por ejemplo agua. Las láminas formadas mediante el proceso no son adecuadas para el consumo humano o animal. En general, se utilizan aditivos orgánicos para controlar o modificar la procesabilidad de la composición formadora de lámina así como también las propiedades de la lámina verde; el material en partículas inorgánico acondicionará principalmente las propiedades finales de las láminas secadas y/o que se han sometido a ignición.

45 La composición formadora de lámina puede comprender desde aproximadamente 60-99% en peso de material en partículas inorgánico y desde aproximadamente 1-40% en peso de aditivos orgánicos, por ejemplo, desde aproximadamente 65–99% en peso de material en partículas inorgánico y desde aproximadamente 1-35% de

5 aditivos orgánicos, por ejemplo, desde aproximadamente 70-99% en peso de material en partículas inorgánico y desde aproximadamente 1-30% en peso de aditivos orgánicos, o desde aproximadamente 75-95% en peso de material en partículas inorgánico y desde aproximadamente 5-25% en peso de aditivos orgánicos, o desde aproximadamente 80-95% en peso de material en partículas inorgánico y desde aproximadamente 5-15% en peso de aditivos orgánicos.

10 En ciertas realizaciones, la composición formadora de lámina que comprende material en partículas inorgánico tiene una composición la cual, luego de preparar dicha lámina inorgánica es adecuada para uso en el campo de los componentes electrónicos, por ejemplo, un electrodo, un soporte de componente electrónico, filtración, apuntalantes, compuesto para dispositivos de protección balística, soporte catalizador, dispositivos de intercambio de calor, aplicaciones refractarias, por ejemplo, artículos cerámicos tales como vajillas, baldosas, artículos de arcilla pesados y encimeras, recubrimiento refractarios, etc., como material de acabados de superficie, por ejemplo, para propósitos decorativos, o como un elemento en la elaboración de prototipos 3D.

15 De acuerdo con la presente invención, el material en partículas inorgánico es un material precursor cerámico. El material en partículas inorgánico también se puede seleccionar del grupo que consiste de metales, compuestos intermetálicos, y combinaciones de los mismos, que no son parte de la presente invención.

Los metales adecuados incluyen, pero no están limitados a, aluminio, silicio, metales alcalinos, metales alcalinotérreos, metales de transición y metales de bloque P.

20 Los materiales precursores cerámicos adecuados incluyen, pero no están limitados a alúmina, aluminosilicato, nefelina sienita, feldespato, talco, mica, cuarzo, sílice, titanita, zirconia, silicato de zirconia, wollastonita, perlita, tierra de diatomáceas, un carbonato sulfato de metal alcalinotérreo, tal como carbonato de calcio, carbonato de magnesio, dolomita, y yeso, un carburo tal como carburo de silicio carburo de boro, carburo de tungsteno y carburo de titanio, nitruro de boro, un siliciuro tal como siliciuro de níquel, siliciuro de sodio, siliciuro de magnesio, siliciuro de platino, siliciuro de titanio, siliciuro de tungsteno, grafito, otros materiales precursores cerámicos a base de carbono, y combinaciones de los mismos.

25 El aluminosilicato puede ser uno o más de andalucita, kianita, silimanita, mulita, moloquita, y una arcilla kandita hidratada tal como caolín, ilita, haloisita, o arcilla en gránulos, o una arcilla kandita (calcinada) anhidra tal como metacaolín o caolín completamente calcinado.

La alúmina se puede seleccionar de una o más de alúmina fusionada (por ejemplo corindón), alúmina sinterizada, alúmina calcinada, alúmina reactiva o semireactiva, bauxita y chamota calcinada que tiene un contenido de alúmina.

30 De acuerdo con la invención, la composición formadora de lámina que comprende material en partículas inorgánico es una composición precursora cerámica. En una realización, la composición precursora cerámica es adecuada para formar baldosas cerámicas de esta, y por ejemplo, vajillas o baldosas de barro, por ejemplo, baldosas de porcelana.

35 En ciertas realizaciones la composición precursora cerámica comprende materias primas que son adecuadas para formar una baldosa cerámica, por ejemplo, una baldosa de porcelana de esta. En ciertas realizaciones, la composición precursora cerámica comprende: desde aproximadamente 5 a aproximadamente 50% en peso de arcilla en gránulos por ejemplo, de aproximadamente 10 a aproximadamente 40% en peso de arcilla en gránulos, o desde aproximadamente 15 a aproximadamente 30% en peso de arcilla en gránulos, con base en el peso seco total de la composición precursora cerámica; hasta aproximadamente 50% en peso de caolín, por ejemplo, desde aproximadamente 10 a aproximadamente 40% en peso de caolín, o desde aproximadamente 15 a aproximadamente 30% en peso de caolín, con base en el peso total seco de la composición precursora cerámica, hasta aproximadamente 50% en peso de cuarzo, por ejemplo, desde aproximadamente 1 a aproximadamente 30% en peso de cuarzo, o desde aproximadamente 5 a aproximadamente 20% en peso de cuarzo, o desde aproximadamente 5 a aproximadamente 15% en peso de cuarzo; y desde aproximadamente 20 a aproximadamente 70% en peso de feldespato y/o nefelina sienita, por ejemplo, desde aproximadamente 40 a aproximadamente 70% en peso de feldespato y/o nefelina sienita, con base en el peso seco total de la composición precursora cerámica. El feldespato puede ser un feldespato alcalino, por ejemplo, feldespato de sodio, feldespato de potasio o combinaciones de los mismos. La composición precursora cerámica puede además comprender hasta aproximadamente 30% en peso de arena de sílica y/o arena feldespática. En ciertas realizaciones, la composición precursora cerámica comprende desde aproximadamente 40-60% en peso de arcilla en gránulos, desde aproximadamente 5-15% en peso de cuarzo, y desde aproximadamente 30-70% en peso de feldespato y/o nefelina sienita, por ejemplo, desde aproximadamente 10-20% en peso de feldespato de potasio, y desde aproximadamente 40-50% en peso de feldespato de sodio.

55 En ciertas realizaciones, los componentes en partículas inorgánicos de la composición formadora de lámina comprenden partículas que tienen una distribución de tamaño de partícula particular. Como se describe adelante, los componentes en partículas inorgánicos de la composición formadora de lámina pueden tener un d_{50} de desde

aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 500 μm , por ejemplo, desde aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 250 μm , o desde aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 100 μm , o desde aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 50 μm , o desde aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 25 μm , o desde aproximadamente 0.5 a aproximadamente 10 μm , o desde aproximadamente 0.5 μm a aproximadamente 8 μm , o desde aproximadamente 1 μm a aproximadamente 6 μm , o desde aproximadamente 1 μm a aproximadamente 5 μm . Se entenderá por la persona experta en la técnica que el tamaño de las partículas en la composición formadora de lámina puede influenciar la delgadez (o grosor) de la lámina inorgánica obtenible de esta.

En ciertas realizaciones, la partícula inorgánica de la composición formadora de lámina puede comprender partículas de morfología variante. Por ejemplo, los componentes en partículas inorgánicas pueden estar en la forma de polvo, o un agregado, o comprender partículas similares a placa, o pelos, o partículas sustancialmente redondeadas, o partículas puntiagudas y/o angulares, o partículas de bloque, o mezclas de las mismas.

Ya que los componentes de la composición formadora de lámina pueden tener diferentes rangos de tamaño de partícula, la composición formadora de lámina puede tener una distribución de tamaño de partícula bimodal o multimodal. En otras realizaciones, los rangos del tamaño de partícula de los componentes se puede seleccionar de tal manera que la composición formadora de lámina tiene una distribución de tamaño de partícula monomodal. En realizaciones adicionales, la composición formadora de lámina se puede someter a la etapa de clasificación de tamaño, por ejemplo, al moler o tamizar, antes de formar la lámina, para homogenizar la distribución del tamaño de partícula de la mezcla de, por ejemplo, moler para obtener una composición formadora de lámina que tiene una distribución de tamaño de partícula monomodal, como se describe adelante.

En ciertas realizaciones, la composición formadora de lámina comprende desde aproximadamente 0.1 a aproximadamente 20% en peso de fibras inorgánicas (con base en el peso total de la composición formadora de lámina). Ya que estos aditivos son inorgánicos la cantidad de fibras inorgánicas, cuando están presentes, se debe tratar como conformando parte del material en partículas inorgánicas. La composición formadora de lámina puede comprender desde aproximadamente 0.1-15% en peso de fibras inorgánicas, por ejemplo, desde aproximadamente 1-10% en peso de fibras inorgánicas, o desde aproximadamente 2-9% en peso, o desde aproximadamente 2-8% en peso, o desde aproximadamente 3-7% en peso de fibras inorgánicas. La fibra inorgánica puede ser de origen natural o sintético. La fibra inorgánica puede ser una o más de fibra de carbono, fibra de vidrio, fibra de metal (por ejemplo fibra de boro) fibra de sílica, fibra de carburo de silicio y fibra cerámica. Para los propósitos de esta invención, la fibra de carbono se trata como una fibra inorgánica, ya que esta comparte muchas cualidades con las otras fibras inorgánicas listadas anteriormente.

Las fibras de carbono se pueden producir a través de tratamiento con calor y pirólisis de diferentes precursores poliméricos tales como rayón, poliacrilonitrilo, poliamida aromática y resina fenólica, o se puede producir de los fondos del petróleo o la destilación de alquitrán, por ejemplo, residuo de brea o alquitrán.

Las fibras cerámicas son típicamente derivadas de materiales tales como el boro, sílice, especies de carburo, alúmina y/o zirconia.

Las fibras de boro se pueden obtener a través de la deposición de microgránulos de boro o tungsteno o hilos de carbonato.

Los aditivos orgánicos adecuados son muchos y diversos e incluyen, pero no están limitados, a fibras orgánicas, agentes de aglutinamiento, auxiliares, (por ejemplo plastificantes, deslizantes, lubricantes, y similares), dispersantes y/o desfloclantes.

Los aditivos orgánicos que se pueden utilizar en la presente invención toda están comercialmente disponibles de diversas fuentes conocidas por la persona experta en la técnica.

En ciertas realizaciones, la composición formadora de lámina comprende desde aproximadamente 0.1 a aproximadamente 20% en peso de fibra orgánica (con base en el peso total de la composición formadora de lámina). La composición formadora de lámina puede comprender desde aproximadamente 0.1-15% en peso de fibras orgánicas, por ejemplo, desde aproximadamente 1-10% en peso de fibras orgánicas, o desde aproximadamente 2-9% en peso, o desde aproximadamente 2-8% en peso, o desde aproximadamente 3-7% en peso de fibras orgánicas. La fibra puede ser de origen natural o sintético. Por ejemplo, la composición formadora de lámina puede comprender fibras deciduas y/o fibras resinosas. Las fibras deciduas son de longitud relativamente corta comparadas con las fibras resinosas. Por ejemplo, las fibras deciduas pueden tener una longitud media de menos de aproximadamente 1 mm. La fibra resinosa puede tener una longitud media mayor de aproximadamente 1 mm, por ejemplo, una longitud media mayor de aproximadamente 1.5 mm. Las fibras orgánicas incluyen, pero no están limitadas a, polipropileno, poliacrilonitrilo o fibras de polivinilalcohol, fibras naturales derivadas de cualquier fuente adecuada, tal como cocos, madera, pastos (por ejemplo, caña de azúcar, bambú) desperdicios textiles, algodón, cáñamo, lino o linaza, y combinaciones de los mismos. La longitud media de la fibra, también denominada como

longitud promedio de la fibra, se puede determinar de acuerdo con los métodos descritos en "A comparative study of two automated techniques for measuring fiber length", M.M. Figueiredo et al., Tappi Journal, Vol. 80, No. 2, p 137. En una realización, la longitud media de la fibra es un promedio ponderado de longitud. En otra realización, la longitud de la fibra es un promedio ponderado de peso. La longitud de la fibra media se puede determinar de acuerdo con el método de Kajaani FS- 200 (indirecto) o el método de Galai CIS-100 (visual directo).

El uso de fibras, inorgánicas, orgánicas o ambas, puede mejorar la resistencia de las láminas verdes durante el procesamiento en las etapas formadoras de lámina. Además, cualquier fibra inorgánica presente en la composición formadora de lámina puede mejorar la resistencia mecánica de las láminas sinterizadas.

En ciertas realizaciones, los aditivos orgánicos comprenden uno o más agentes aglutinantes seleccionados del grupo que consiste de, metil celulosa (MC), hidroximetilpropilcelulosa (HEMC), carboximetilcelulosa (CMC, polivinil butirales, acrilatos emulsificados, polivinil alcohol (PVOH), polivinil pirrolidonas, poliacrílicos, almidón, aglutinantes de silicio, poliacrilatos, silicatos, imina de polietileno, lignosulfonatos, y alginatos. Los agentes aglutinantes pueden estar presentes en una cantidad total entre aproximadamente 0.1% en peso y aproximadamente 10% en peso, o entre aproximadamente 0.2% en peso y aproximadamente 8% en peso, o entre aproximadamente 0.2% en peso y aproximadamente 5% en peso, o entre aproximadamente 0.5% en peso y aproximadamente 3% en peso (con base en el peso total de la composición formadora de lámina). En una realización, el aglutinante comprende o es un aglutinante hidrolizable, por ejemplo, un aglutinante de éter de celulosa tal como, por ejemplo, metil celulosa, hidroximetilpropil celulosa y/o carboximetil celulosa, opcionalmente en combinación con un polivinil alcohol.

En una realización adicional, la composición formadora de lámina comprende uno o más aglutinantes minerales. El aglutinante mineral adecuado se puede seleccionar del grupo que incluye, pero no está limitado a, uno o más de bentonita, fosfato de aluminio, bohemia, silicatos de sodio, silicatos de boro, o mezclas de los mismos. Ya que estos aditivos son inorgánicos la cantidad de aglutinante mineral, cuando está presente, se debe tratar como conformando parte del material en partículas inorgánico.

En ciertas realizaciones, los aditivos orgánicos comprenden uno o más auxiliares (por ejemplo plastificantes y lubricantes) seleccionado del grupo que consiste de polietilenglicoles (PEG), glicerol glicerina, etilenglicol, octil ftalatos, estearatos tales como estearato de amonio, emulsiones de cera, ácido oleico, aceite de pez Manhattan, ácido esteárico, cera, ácido palmítico, ácido linoleico, ácido mirístico, y ácido laurico. Los auxiliares pueden estar presentes en una cantidad total entre 0.5% en peso y 15% en peso (con base en el peso total de la composición formadora de lámina), por ejemplo, entre aproximadamente 1% en peso y aproximadamente 10% en peso, o entre aproximadamente 1% en peso y 5% en peso, o entre aproximadamente 1% en peso y 3% en peso.

En ciertas realizaciones, los aditivos orgánicos comprenden uno o más dispersantes seleccionados del grupo que consiste de condensado de naftaleno formaldehído sulfonatado (SNFC), polielectrolitos tales como poliacrilatos y copolímeros que contienen especies de poliacrilato, especialmente sales de poliacrilato (por ejemplo sodio y aluminio opcionalmente con una sal metálica del grupo II), hexametáfosfatos de sodio, polioliol no iónico, ácido polifosfórico, fosfato de sodio condensado, tensoactivos no iónicos, alcanolámina y otros reactivos comúnmente utilizados para esta función. El dispersante puede, por ejemplo, ser seleccionado de materiales dispersantes convencionales comúnmente utilizados en procesar y moler materiales en partículas inorgánicas. Tales dispersantes son bien reconocidos por aquellos expertos en la técnica. Ellos son generalmente sales solubles en agua capaces de suministrar especies aniónicas que en sus cantidades efectivas se pueden adsorber sobre la superficie de las partículas inorgánicas y de esta manera inhibir la agregación de las partículas. Las sales no solvatadas incluyen adecuadamente cationes de metal alcalino tales como sodio. La solvatación puede en algunos casos ser ayudada al elaborar la suspensión acuosa ligeramente alcalina. Ejemplos de dispersantes adecuados incluyen: fosfatos condensados solubles en agua, por ejemplo, sales de polimetáfosfato [forma general de las sales de sodio: $(\text{NaPO}_3)_x$] tal como metafosfato de tetrasodio o el así llamado "hexametáfosfato de sodio" (sal de Graham), sales solubles en agua de ácidos polisilícicos; polielectrolitos; sales de homopolímeros o copolímeros de ácido acrílico o ácidos metacrílicos, o sales de polímeros de derivados de ácido acrílico, que tienen adecuadamente una masa molecular promedio de peso de menos de aproximadamente 20.000. El dispersante puede estar presente en una cantidad de hasta aproximadamente 5% en peso, por ejemplo, hasta aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, desde aproximadamente 0.1 a aproximadamente 2% en peso, o desde aproximadamente 0.5 a 1.5% en peso.

La composición formadora de lámina, que es una composición precursora cerámica, puede además comprender un agente desfloculante. Los agentes desfloculantes que pueden ser utilizados en la presente invención están comercialmente disponibles de diversas fuentes conocidas por la persona experta en la técnica. Ejemplos de agentes desfloculantes adecuados para los propósitos de la presente invención incluyen, pero no están limitados a, tripolifosfato de sodio (STPP), hexametáfosfato de sodio (HMP), silicato de sodio y poliacrilato de sodio que se usan típicamente en el rango de 0.001% en peso a 50% en peso con base en el peso total de la composición formadora de lámina, por ejemplo, en el rango de 0.01% en peso a aproximadamente 3% en peso o desde aproximadamente 0.001 a aproximadamente 1.0% en peso, o desde aproximadamente 0.001 a aproximadamente 0.1% en peso.

En una realización adicional, el método del primero, segundo tercer aspectos de la presente divulgación puede además incluir una etapa de preparar la composición formadora de lámina.

5 La composición formadora de lámina se puede suministrar en cualquier forma que es adecuada para ser alimentada al par de rodillos indentados y procesada de acuerdo con los métodos descritos aquí. Por ejemplo, la composición formadora de lámina puede ser de forma granular o una mezcla moldeable, por ejemplo, que tiene una consistencia similar a pasta.

10 La composición formadora de lámina se puede preparar al combinar material en partículas inorgánico, aditivos orgánicos y solventes opcionales, típicamente agua, en cantidades apropiadas y mezclar durante un periodo adecuado de tiempo para obtener dicha composición formadora de lámina. Mezclar se puede llevar a cabo en cualquier aparato de mezcla adecuado, por ejemplo un mezclador de brazo Z o un mezclador Eirich, opcionalmente bajo condiciones de atmosfera reducida, por ejemplo, bajo condiciones de vacío. En una realización, la preparación de la composición formadora de lámina se puede llevar a cabo bajo condiciones de vacío, por ejemplo, la mezcla se efectúa bajo condiciones de vacío.

15 En ciertas realizaciones, el material en partículas inorgánico de materia prima, que puede ser una mezcla de materiales en partículas inorgánicos de materia prima, se somete a una etapa de calibración, por ejemplo, molienda/pulido/tamizado para obtener una partícula inorgánica calibrada que tiene una distribución de tamaño de partícula deseada, antes de combinar con aditivos orgánicos. Por ejemplo, los materiales en partículas inorgánicos de materia prima se pueden combinar y moler en un molino, por ejemplo, un molino de bola, en condiciones secas o en un medio líquido, por ejemplo agua. La molienda se puede llevar a cabo durante un periodo adecuado de tiempo suficiente para obtener la distribución del tamaño de partícula deseado. Una persona experta en la técnica entenderá que la duración de la molienda dependerá de un número de parámetros de procesamiento tales como, por ejemplo, el tipo de molienda, entrada de energía, cantidad de materias primas y la distribución de tamaño de partícula deseada. En ciertas realizaciones, los materiales de partícula inorgánicos de materia prima son molidos para obtener una partícula inorgánica calibrada que tiene un d_{50} de desde aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 500 μm , por ejemplo, desde aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 250 μm , o desde aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 100 μm , o desde aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 50 μm , o desde aproximadamente 0.1 μm a aproximadamente 25 μm , o desde aproximadamente 0.5 a aproximadamente 10 μm , o desde aproximadamente 0.5 μm a aproximadamente 8 μm , o desde aproximadamente 1 μm a aproximadamente 6 μm , o desde aproximadamente 1 μm a aproximadamente 5 μm .

20 Los aditivos orgánicos se pueden agregar al material en partículas inorgánico calibrado en cualquier orden o al mismo tiempo. Típicamente, en realizaciones en las cuales se agrega más de un tipo de aditivos orgánicos, los aditivos se agregan gradualmente en diferentes etapas. Alternativamente, en otras realizaciones, algunos o todos los aditivos orgánicos se pueden combinar con el solvente, por ejemplo, agua, y luego mezclar en el material en partículas inorgánico calibrado. Por ejemplo, en una realización, el material en partículas inorgánico calibrado se combina con aglutinante, por ejemplo, un aglutinante hidrolizable, y luego se mezcla durante un periodo de tiempo, por ejemplo, desde aproximadamente 1 a aproximadamente 60 minutos. De manera separada, el dispersante se puede disolver en el solvente, preferiblemente agua, al mezclar durante un periodo de tiempo adecuado (por ejemplo desde aproximadamente 1-30 minutos), seguido por la adición de fibra orgánica, y luego mezclar adicionalmente (por ejemplo, desde aproximadamente 1-60 minutos). Los auxiliares tales como un plastificante o lubricante se puede agregar a la dispersión de fibras orgánicas al mezclar durante un periodo de tiempo adecuado (por ejemplo desde aproximadamente 1-30 minutos). Una cantidad apropiada de la dispersión de la fibra orgánica y auxiliar se pueden entonces mezclar con la partícula inorgánica calibrada y el aglutinante para obtener una composición formadora de lámina que tiene la forma deseada, por ejemplo, una forma granular o una mezcla moldeable.

25 En realizaciones en las cuales el aglutinante comprende o es un aglutinante hidrolizable, la composición formadora de lámina puede ser envejecida durante un periodo de tiempo adecuado de tal manera que el aglutinante hidrolizable se hidroliza, al menos parcialmente o completamente. Un periodo de tiempo adecuado puede ser hasta de aproximadamente 24 horas, o hasta de aproximadamente 18 horas, o hasta aproximadamente 12 horas. Como se discute adelante, el proceso de envejecimiento se puede llevar a cabo después de la formación de lámina inorgánica.

30 Durante la preparación de la composición formadora de lámina, los materiales en partículas inorgánicos y los aditivos orgánicos se pueden combinar con una cantidad de solvente. De manera ventajosa, el solvente es agua. La cantidad de solvente, por ejemplo, agua, puede ser desde aproximadamente 1% en peso a aproximadamente 50% en peso con base en el peso total de la composición formadora de lámina, por ejemplo, desde aproximadamente 6-50% en peso o desde aproximadamente 8-50% en peso, o desde aproximadamente 5-45% en peso, o desde aproximadamente 10-40% en peso o desde aproximadamente 15-35% en peso o desde aproximadamente 20-35% en peso, o desde aproximadamente 25-35% en peso de agua se puede agregar durante la preparación de la composición formadora de lámina.

Aspectos de los métodos adicionales de la presente divulgación se discuten adelante en relación con el aparato del cuarto aspecto de la presente divulgación.

Aparato

5 En un cuarto aspecto, se suministra un aparato configurado para llevar a cabo el método del primer aspecto de la presente invención, dicho aparato comprende un par de rodillos indentados de al menos un par de rodillos de acabado (por ejemplo rodillos de alisado), en donde dicho al menos un par de rodillos de acabado (por ejemplo, rodillos de alisado) están corriente abajo del par de rodillos indentados. Los pares de rodillo se pueden alojar en cualquier medio de alojamiento adecuado, por ejemplo, una criba, que puede ser fijada a una superficie, por ejemplo, un banco y similar. Los medios de alojamiento pueden comprender soportes para cada rodillo. Los rodillos pueden ser permanentemente fijados al soporte o se puede acoplar de manera separada al soporte. De manera ventajosa, los rodillos son acoplados separablemente al soporte permitiendo que la posición relativa de los rodillos sea cambiada dependiendo de, por ejemplo, el grosor deseado de la lámina inorgánica. Como se anotó anteriormente, los rodillos de acabado (por ejemplo rodillos de alisado) son ubicados corriente abajo de los rodillos indentados. En una realización, los rodillos indentados se ubican por encima de los rodillos de acabado (por ejemplo rodillos de alisado), es decir, el eje central de cada uno de los rodillos indentados se ubica en un plano horizontal que descansa por encima del eje central de cada uno de los rodillos de alisado. Un arreglo ventajoso se describe esquemáticamente en la Figura 1, en la cual los rodillos indentados (1a, 1b) y los rodillos de alisado (3a, 3b) se orientan en un arreglo en escalones. En esta realización ventajosa, la composición (13) formadora de lámina se alimenta a los rodillos (1a, 1b) indentados y el tablero (5) inorgánico formado en los rodillos (1a, 1b) indentados se alimenta a los rodillos (3a, 3b) de alisado con la ayuda de la gravedad. Esto significa que medios de transporte separados entre los pares de rodillos no son necesarios. En una realización adicional, el eje central de cada rodillo se ubica en un plano horizontal diferente (indicado en la Figura 1 mediante líneas punteadas horizontales que pasan a través del eje central de los rodillos 1a, 1b, 3a y 3b), con la condición de que el eje central de cada uno de los rodillos de alisado está por debajo del eje central del rodillo indentado más bajo. El eje central del rodillo indentado más alto puede estar sobre el mismo plano vertical (indicado por la Figura 1 mediante una línea punteada vertical que pasa a través del eje central de los rodillos 1a y 3a) como el eje central del rodillo de alisado más alto. Similarmente, el eje central del rodillo indentado más bajo puede estar en el mismo plano vertical (indicado en la Figura 1 mediante una línea punteada vertical que pasa a través del eje más bajo de los rodillos 1b y 3b) del alisado más bajo. Se contempla cualquiera de otros arreglos adecuados. Por ejemplo, el par de rodillos indentados y al menos un par de rodillos de acabado (por ejemplo rodillos de alisado) se pueden ubicar sustancialmente en el mismo plano horizontal. En este arreglo, los medios de transporte separados, por ejemplo, una correa transportadora, se pueden requerir para soportar el tablero inorgánico y este saca los rodillos indentados y pasa los rodillos de acabado (rodillos de alisado). En ciertas realizaciones, los ejes centrales de al menos uno de los pares de rodillos, es decir, los rodillos indentados y/o de acabado son paralelos. En otras realizaciones, los ejes centrales de al menos uno de los pares de rodillos, es decir, rodillos de indentado y/o acabado, no son paralelos.

En otras realizaciones puede haber al menos dos pares de rodillos indentados corriente arriba desde el al menos un par de rodillos de acabado (por ejemplo rodillos de alisado). En tales realizaciones, los al menos dos pares de rodillos indenteados se pueden ubicar sustancialmente en el mismo plano horizontal. Alternativamente, los al menos dos pares de rodillos indentados se pueden ubicar en diferentes planos horizontales, por ejemplo, un primer par de rodillos indentados se puede ubicar por encima de un segundo par de rodillos indentados. Como se describió anteriormente, los ejes centrales de al menos uno de los pares de rodillos indentados pueden ser paralelos o no paralelo (es decir, convergente o divergente). En ciertas realizaciones que comprenden al menos dos pares de rodillos indentados, los ejes centrales de ambos rodillos en cada par están orientados en un arreglo no paralelo. En tal realización, el primer par de rodillos indentados puede tener ejes centrales que convergen en el sentido opuesto a los ejes centrales de los rodillos en el segundo par de rodillos indentados. Tal arreglo puede asegurar que un tablero inorgánico que salga del segundo par de rodillos indentados tiene un grosor uniforme. Nótese que en la Figura 1 los rodillos de alisado pueden ser un par de rodillos de acabado diferentes de los rodillos de alisado, como se describe adelante.

En ciertas realizaciones, en al menos un par de rodillos de acabado es un par de rodillos de alisado. En otras palabras, la lámina formada en el proceso tendrá una superficie exterior más lisa y/o un grosor reducido comparado con el tablero del cual este se forma. Como se describió aquí, puede haber más de un par de rodillos de alisado. Por ejemplo, puede haber dos pares de rodillos de alisado, o tres pares de rodillos de alisado.

En ciertas realizaciones, el al menos un par de rodillos de acabado comprende rodillos que tienen una superficie que imparte un patrón de superficie regular al tablero inorgánico en la medida en que este pasa a través de al menos un par de rodillos de acabado. El patrón de superficie regular puede ser, por ejemplo, un patrón de corrugado o un patrón de hoyuelos, o huecos, o agujeritos o líneas (por ejemplo entramado, o entrecruzado), o indentaciones de una forma seleccionada (por ejemplo, redondeada, esférica, esferoidal, oval, triangular, cuadrada, rectangular, en forma de diamante, pentagonal, hexagonal, octagonal, en forma de estrella, o cualquier otra forma regular o no regular), y similares. Así, análoga a la situación en la cual se utiliza el molde "positivo" para preparar una pieza moldeada "negativa" de ésta, la superficie de los rodillos de al menos un par de rodillos de acabado puede ser el

“positivo” del patrón de superficie “negativa” impartida al tablero inorgánico. En ciertas realizaciones, el al menos un par de rodillos de acabado es un par de rodillos indentados, como se describió aquí. En ciertas realizaciones, el al menos un par de rodillos de acabado puede comprender un rodillo de alisado y un rodillo que imparte un patrón de superficie regular al tablero inorgánico. Esto le posibilita a la lámina ser formada en la cual solo una superficie tiene un patrón de superficie regular.

Los rodillos en cada par actuarán en una dirección rotacional opuesta (como se indica por las flechas 9 y 11 curvadas en la Figura 1). Los rodillos indentados preferiblemente estarán dispuestos de tal manera que a la rotación, y en el punto en el cual la distancia entre la circunferencia interior de cada rodillo está en un mínimo, el segmento/saliente de un rodillo está próximo a un área del otro rodillo que no es un segmento/saliente. Como se notó anteriormente, cada uno del par de rodillos indentados tendrá preferiblemente un patrón idéntico de indentación. La distancia entre cada par de rodillos se puede ajustar para obtener el grosor deseado del tablero y/o lámina. La distancia se puede ajustar de tal manera que el tablero inorgánico que salga de los rodillos indentados tenga un grosor de entre aproximadamente 0.1 y 50 mm, por ejemplo, entre aproximadamente 0.1 y 45 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 40 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 35 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 30 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 25 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 20 mm o entre aproximadamente 0.5 y 15 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 10 mm o entre aproximadamente 0.5 y 8.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 7.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 6.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 5.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 4.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 3.5 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 3.0 mm, o entre aproximadamente 1.0 y 3.0 mm. De manera similar, la distancia entre al menos un par de rodillos de alisado se puede ajustar de tal manera que la lámina inorgánica que salga de los rodillos de alisado tiene un grosor de entre aproximadamente 0.1 y 50 mm, por ejemplo, entre aproximadamente 0.1 y 45 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 40 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 35 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 30 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 25 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 20 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 15 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 10 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 8.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 7.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 6.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 5.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 4.0 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 3.5 mm, o entre aproximadamente 0.5 y 3.0 mm, o entre aproximadamente 1.0 y 3.0 mm, con la condición en algunas realizaciones de que el grosor de la lámina inorgánica es menor que el grosor del tablero inorgánico.

El diámetro de los rodillos puede ser cualquier diámetro adecuado. Típicamente, el diámetro de los rodillos puede estar entre aproximadamente 100 y 3000 mm, por ejemplo, entre aproximadamente 100 y 2500 mm, o entre aproximadamente 100 y 2000 mm, o entre aproximadamente 100 y 1500 mm, o entre aproximadamente 100 y 1000 mm, o entre aproximadamente 100 y 750 mm, o entre aproximadamente 100 y 500 mm, o entre aproximadamente 150 y 400 mm, o entre aproximadamente 200 y 350 mm, o entre aproximadamente 200 y 300 mm, o entre aproximadamente 200 y 250 mm.

El al menos un par de rodillos indentados tiene ventajosamente una profundidad de indentación que es consistente alrededor de la circunferencia de cada rodillo. Típicamente, cada rodillo en cualquier par tiene la misma profundidad de indentación. En ciertas realizaciones, la profundidad de indentación es de aproximadamente 10-100 mm, por ejemplo, desde aproximadamente 10-80 mm, desde aproximadamente 10-60 mm, desde aproximadamente 10-50 mm, o desde aproximadamente 10-40 mm, o desde aproximadamente 10-30 mm, o desde aproximadamente 10-20 mm.

En realizaciones en las cuales existe más de un par de rodillos indentados, la profundidad de indentación de un par de rodillos indentados puede ser la misma, o diferente comparada con la profundidad de indentación del otro par, par o pares de rodillos indentados. Por ejemplo, el primer par de rodillos indentados (es decir, el par de rodillos hacia los cuales se alimenta la composición formadora de lámina) puede tener una profundidad de indentación que es mayor que el par posterior de rodillos indentados. La profundidad de indentación del primer par de rodillos puede ser hasta aproximadamente 5% mayor que la profundidad de indentación del par posterior de rodillos, por ejemplo, hasta aproximadamente 10% mayor, o hasta aproximadamente 15% mayor, o hasta aproximadamente 20% mayor, o hasta aproximadamente 25% mayor, que la profundidad de indentación del par posterior de rodillos indentados.

De manera ventajosa, los rodillos de acabado (por ejemplo los rodillos de alisado) serán de un tamaño comparable a los rodillos indentados, es decir, el mismo ancho y la misma dimensión en sección transversal más larga. De manera similar, la velocidad de rotación de cada par de rodillos se ajustará de tal manera que el tablero inorgánico y la lámina inorgánica viajen a través del aparato a una velocidad consistente, es decir, para evitar tensionamiento o compresión adversa del tablero inorgánico en la medida en que éste pasa de los rodillos indentados a los rodillos de acabado (por ejemplo rodillos de alisado) y más allá.

En una realización, los rodillos de alisado son rodillos de calandrado.

Al salir el al menos un par de rodillos de acabado (por ejemplo, rodillos de alisado), la lámina (7) inorgánica puede pasar a una zona de procesamiento adicional (no mostrada).

La zona de procesamiento adicional puede comprender una zona de calibración y/o una zona de apilado de lámina y/o una zona de secado para secar la lámina inorgánica y/o una zona de calentamiento para calentar la lámina inorgánica para quemar los aditivos orgánicos.

5 El procesamiento adicional puede incluir el calibrado de la lámina inorgánica, por ejemplo, al cortar o estampar. La lámina inorgánica se puede cortar en secciones de un tamaño deseado y luego apilarlas con láminas similares o láminas que tengan una composición diferente para formar un producto laminado y luego sinterizadas para formar un compuesto cerámico multicapa. El producto laminado se puede formar al presionar las láminas apiladas, por ejemplo, entre un par de rodillos, con o sin adhesivo entre cada capa de lámina. Una realización ilustrativa de la fabricación del producto de laminado de tres capas se describe en la Figura 4. El producto (2) laminado se forma al enrollar utilizando un par de rodillos (4a, 4b) y presionar dos láminas (A) inorgánicas similares a cualquier lado de una lámina (B) inorgánica diferente formada de una composición formadora de lámina diferente que comprende material en partículas inorgánico. Así, se ve que el producto laminado se apila en un arreglo A/B/A. Las láminas A pueden tener un coeficiente de expansión térmica (CTE) que es inferior que el CTE de B. Las láminas A y B pueden tener cualquier grosor adecuado. La lámina B puede ser más gruesa que cualquiera de las láminas A. Alternativamente, cada una de las láminas A puede ser más gruesa que la lámina B. La proporción del grosor de B al grosor total de A/B/A es decir, $B:(A/B/A)$ puede ser desde aproximadamente 0.5 a 1.5. El proceso de laminación puede ser conducido de tal manera que la proporción B de grosor: $(A/B/A)$ no cambie. Típicamente, en un producto laminado, el grosor de cualquiera de las láminas será menor de aproximadamente 50 mm, por ejemplo, menor de aproximadamente 35 mm, o menor de aproximadamente 20 mm, o menor de aproximadamente 15 mm, o menor de aproximadamente 10 mm, o menor de aproximadamente 8 mm, o menor de aproximadamente 6 mm.

La zona o zonas de procesamiento adicional pueden ser una parte integral del aparato, o pueden estar acopladas separadamente a otras en comunicación con el aparato. Existen unos medios de transporte de lámina entre la salida de los rodillos de alisado y las zonas de procesamiento adicional, por ejemplo, una correa transportadora. Estos pueden ser medios de transporte adicional entre zonas de procesamiento adicional. El transporte de la lámina inorgánica desde la salida de los rodillos de alisado y a través de diversas zonas de procesamiento adicional puede ser automatizada (por ejemplo, controlada por ordenador) u operada manualmente o mediante una combinación control/operación automática y manual.

El aparato puede además comprender, ser acoplado de manera separable a otro en comunicación con una zona de ignición para sinterizar una lámina inorgánica verde o un producto laminado verde formado de una lámina inorgánica verde, por ejemplo, una lámina cerámica verde. La zona de ignición puede comprender un horno adecuado para ignición de las láminas cerámicas o los productos laminados descritos aquí para obtener artículos sinterizados. Los hornos adecuados serán fácilmente evidentes para la persona experta.

El aparato puede además comprender medios de suministro para alimentar la composición formadora de lámina que comprende material en partículas inorgánico al par de rodillos indentados. Por ejemplo, la composición formadora de lámina se puede alimentar al par de rodillos indentados desde una tolva situada por encima o aproximadamente al par de rodillos indentados. En una realización, la composición formadora de lámina es continuamente alimentada al par de rodillos indentados y el proceso, en total, es un proceso continuo en el cual la lámina inorgánica continuamente está saliendo o es arrastrada desde el par final de rodillos de alisado.

En cualquier etapa luego de la formación de la lámina inorgánica, la composición formadora de lámina o la lámina formada de esta puede ser secada y/o envejecida durante un periodo de tiempo adecuado, por ejemplo, hasta de 24 horas, o hasta de aproximadamente 18 horas, o hasta de aproximadamente 12 horas. De manera ventajosa, la composición formadora de lámina es envejecida antes de ser alimentada al aparato formador de lámina,

En aplicaciones formadoras de lámina cerámica, la lámina inorgánica, también denominada como una lámina inorgánica verde o lámina cerámica verde, es sinterizada a una temperatura adecuada para formar una lámina cerámica. En la elaboración de un compuesto cerámico multicapa, la lámina es típicamente hecha de láminas cerámicas verdes, presionadas y luego sinterizadas a una temperatura adecuada, como se describió anteriormente en relación con el primero, segundo y tercer aspectos de la presente invención.

El producto laminado (y de esta manera el compuesto cerámico multicapa sinterizado formado de este), puede comprender al menos dos, por ejemplo, al menos aproximadamente 3 o más láminas, al menos una de las cuales, y preferiblemente todas las cuales, son láminas inorgánicas hechas de acuerdo con la presente divulgación. Una realización ilustrada se describió en la Figura 4 y se describió anteriormente. Las láminas pueden tener las misma o diferentes composiciones; es decir, las láminas se pueden formar de la misma o diferente composición formadora de lámina. Por ejemplo, en una realización, el producto laminado se va a someter a ignición para formar un compuesto cerámico multicapa sinterizado en cuyo caso las láminas cerámicas pueden tener propiedades mecánicas y/o termomecánicas variables. Por ejemplo, las láminas pueden tener un coeficiente variable de expansión térmica (CTE). En una realización, el compuesto cerámico multicapa sinterizado tiene tres capas y se forma de un producto laminado que comprende tres láminas inorgánicas. La lámina interior puede tener un CTE que es más ligero que un

CTE de láminas cerámicas exteriores adyacentes (medida 800°C mediante dilatometría de acuerdo con el DIN 51045)

5 En realizaciones adicionales, las láminas inorgánicas o las láminas cerámicas formadas de acuerdo con la presente divulgación tendrán un ancho de al menos aproximadamente 100 mm, por ejemplo, al menos aproximadamente 200 mm, o al menos aproximadamente 300 mm, o al menos aproximadamente 400 mm, o al menos aproximadamente 500 mm, o al menos aproximadamente 600 mm, o al menos aproximadamente 700 mm, o al menos aproximadamente 800 mm, o al menos aproximadamente 1000 mm. Las láminas inorgánicas o las láminas cerámicas pueden tener un ancho de al menos de aproximadamente 3000 mm, por ejemplo, menos de aproximadamente 2500 mm, o menos de aproximadamente 2000 mm, o menos de aproximadamente 1500 mm. Las láminas inorgánicas pueden tener una longitud desde aproximadamente 200 a aproximadamente 10000 mm, por ejemplo, una longitud de al menos aproximadamente 500 mm, por ejemplo, al menos aproximadamente 1000 mm, o al menos aproximadamente 1500 mm, o al menos aproximadamente 2000 mm, o al menos aproximadamente 2500 mm, o al menos aproximadamente 3000 mm, o al menos aproximadamente 3500 mm, o al menos aproximadamente 4000 mm, o al menos aproximadamente 4500 mm, o al menos aproximadamente 5000 mm, o al menos aproximadamente 5500 mm, o al menos aproximadamente 6000 mm, o al menos aproximadamente 6500 mm, o al menos aproximadamente 7000 mm, o al menos aproximadamente 7500 mm, o al menos aproximadamente 8000 mm, o al menos aproximadamente 8500 mm, o al menos aproximadamente 9000 mm, o al menos aproximadamente 9500 mm. En un proceso continuo, se entenderá que puede no haber límite sobre la longitud de la lámina inorgánica producida.

20 En realizaciones adicionales, las láminas cerámicas secadas verdes formadas de acuerdo con el método de la presente invención se pueden caracterizar por tener propiedades mecánicas deseables. Por ejemplo, la lámina cerámica secada verde obtenible mediante el método de la presente invención puede tener una flexión mayor de aproximadamente 1.0 mm, por ejemplo, mayor de aproximadamente 1.5 mm, o mayor de aproximadamente 2.0 mm, o mayor de aproximadamente 3.0 mm, o mayor de aproximadamente 3.5 mm, o mayor de aproximadamente 4.0 mm, o mayor de aproximadamente 4.5 mm, o mayor de aproximadamente 5.0 mm, o mayor de aproximadamente 7.0 mm, o mayor de aproximadamente 9.0 mm, o mayor de aproximadamente 11.0 mm, o mayor de aproximadamente 13.0 mm, o mayor de aproximadamente 15.0 mm. Alternativa o adicionalmente, la lámina cerámica secada verde obtenible mediante el método de la presente invención puede tener una resistencia al doblamiento de al menos aproximadamente 3 MPa, por ejemplo, al menos aproximadamente 5 MPa, o al menos aproximadamente 10 MPa, o al menos aproximadamente 15 MPa, o al menos aproximadamente 20 MPa, o al menos aproximadamente 25 MPa. En ciertas realizaciones, la resistencia al doblamiento no es mayor de aproximadamente 50 MPa, por ejemplo, no mayor de aproximadamente 40 MPa, o no mayor de aproximadamente 30 MPa, o no mayor de aproximadamente 25 MPa. En ciertas realizaciones, la resistencia al doblamiento es desde aproximadamente 3 MPa, a aproximadamente 20 MPa, por ejemplo, de aproximadamente 3 a aproximadamente 15 MPa, o desde aproximadamente 4 a aproximadamente 15 MPa, o desde aproximadamente 5 a aproximadamente 15 MPa.

40 La resistencia al doblamiento y la flexión se puede determinar utilizando un ensayo de resistencia al doblamiento de 3 puntos de acuerdo con el siguiente método: cinco muestras rectangulares verdes de la cerámica verde que tiene dimensiones de 100 mm (longitud) por 20 mm (ancho) por 2 mm (grosor) tienen su rigidez y flexión medidas a través de un ensayo de doblamiento de tres puntos que utiliza un Zwick Roll Z030. La envergadura (L) de soporte es de 50 mm y la velocidad de carga aplicada es de 0.5 mm/min. El ensayo es automáticamente detenido cuando comienzan a aparecer las grietas a través de la superficie de cada muestra y disminuye la fuerza aplicada. Después del agrietamiento, y el ancho y el grosor de los especímenes se mide tan cerca como sea posible al punto de agrietamiento. Estos valores, junto con la fuerza de ruptura y la envergadura de soporte se utilizan para calcular la resistencia al doblamiento. La flexión es la deflexión (mm) máxima del centro de la muestra.

Para evitar alguna duda, la presente solicitud está dirigida a la materia objeto descrita en los siguientes párrafos numerados:

50 1. Un método para elaborar una lámina inorgánica, dicho método comprende: pasar una composición formadora de lámina que comprende una cantidad mayor de material particular inorgánico a través de al menos un par de rodillos indentados que forman un tablero inorgánico; y pasar dicho tablero inorgánico a través de al menos un par de rodillos de acabado, formando de esta manera una lámina inorgánica.

2. El método del párrafo 1, en donde cada uno de los rodillos indentados tiene una serie de segmentos elevados y/o salientes alrededor de su superficie.

55 3. El método del párrafo 2, en donde los segmentos elevados atraviesan lateralmente a lo largo de la superficie del rodillo, opcionalmente en donde los segmentos elevados extienden aproximadamente todo el camino a lo largo del ancho del rodillo.

ES 2 636 930 T3

4. El método de los párrafos 1, 2 o 3, en donde existe una pluralidad de segmentos elevados separados, opcionalmente, en donde el espaciamiento entre los segmentos adyacentes es igual.
5. El método de uno cualquiera de los párrafos 2-4 en donde la pluralidad de segmentos elevados se orienta de tal manera que cada segmento elevado es sustancialmente paralelo a un segmento adyacente, opcionalmente, en donde cada uno de una pluralidad de segmentos elevados sigue una senda sustancialmente lineal a lo largo del ancho del rodillo.
6. El método de cualquier párrafo numerado precedente en donde los rodillos de acabado son rodillos de alisado, por ejemplo, rodillos de calandrado.
7. El método de uno cualquiera de los párrafos 1-5 en donde los rodillos de acabo comprenden un rodillo o rodillos que tienen una superficie que imparte un patrón de superficie regular al tablero inorgánico en la medida en que este pasa a través de al menos un par de rodillos de acabado.
8. El método de cualquiera de los párrafos numerados precedentes, en donde la composición formadora de lámina comprende: desde aproximadamente 60 a aproximadamente 100% en peso de material en partículas inorgánico, y desde aproximadamente 0 a aproximadamente 40% de aditivos orgánicos.
9. El método del párrafo 8, en donde la composición formadora de lámina comprende fibras inorgánicas y/o orgánicas.
10. El método del párrafo 8 o 9 en donde la composición formadora de lámina comprende además hasta aproximadamente 40% en peso de solvente, con base en el peso total de la composición formadora de lámina, opcionalmente en donde el solvente es agua.
11. El método de los párrafos 8, 9 o 10 en donde la composición formadora de lámina es una composición precursora cerámica, por ejemplo, una composición precursora de baldosa de porcelana, o una arcilla pesada, o una composición precursora de cerámica aluminosa de porcelana, o una composición que contenga alúmina-zirconio, o una composición de magnesio silicato, tal como esteatita y/o cordierita.
12. El método de acuerdo con cualquier párrafo numerado precedente, en donde la composición formadora de láminas es envejecida durante un periodo adecuado de tiempo antes de la formación de lámina.
13. El método para elaborar una lámina cerámica sinterizada, dicho método comprende:
un método de acuerdo al párrafo 11 o 12; y además comprende:
secar la lámina de cerámica para formar una lámina cerámica verde, y
sinterizar dicha lámina cerámica verde a una temperatura adecuada para formar una lámina cerámica sinterizada;
opcionalmente en donde el método comprende calentar la lámina cerámica secada a una temperatura adecuada para quemar los aditivos orgánicos antes de sinterizar.
14. Un método para elaborar un compuesto cerámico multicapa, dicho método comprende:
un método de acuerdo al párrafo 11 o 12; y además comprende cualquiera de las etapas de:
(a1) secar la lámina cerámica para formar una lámina cerámica verde;
(b1) apilar dicha lámina cerámica verde con una lámina o láminas similares o una lámina o láminas que tengan diferente composición para formar un producto laminado verde, y
(c1) sinterizar dicho producto laminado verde a una temperatura adecuada para formar un compuesto cerámico multicapa;
(a2) apilar la lámina cerámica con una lámina o láminas similares o una lámina o láminas que tengan una composición diferente para formar un producto laminado;
(b2) secar el producto laminado para formar un producto laminado verde; y

(c2) sinterizar dicho producto laminado verde a una temperatura adecuada para formar un compuesto cerámico multicapa sinterizando;

opcionalmente, en donde cualquier método, la lámina cerámica secada o el producto laminado son calentados a una temperatura adecuada para quemar los aditivos orgánicos antes de sinterizar.

- 5 15. El método del párrafo 14, en donde la formación del producto laminado comprende presionar, por ejemplo, enrollar el producto laminado antes y/o después de secar y antes de calentar (cuando se lleva a cabo) y sinterizar.
16. El método de cualquier párrafo numerado presente, en donde la lámina inorgánica, la lámina de cerámica verde o el producto laminado verde es envejecido durante un periodo adecuado de tiempo antes de sinterizar.
- 10 17. El método del párrafo 16, en donde los aditivos orgánicos comprenden un componente hidrolizable, y envejecer se lleva a cabo durante un periodo adecuado de tiempo y bajo condiciones adecuadas de tal manera que el componente hidrolizable es hidrolizado antes de sinterizar.
18. El método de acuerdo con cualquier párrafo numerado precedente que comprende además una etapa de preparar la composición formadora de lámina que comprende además una etapa de preparar la composición formadora de lámina que comprende material en partículas inorgánico.
- 15 19. El método de acuerdo con cualquier párrafo numerado presente, en donde la preparación de la composición formadora de lámina y/o el proceso formador de lámina se lleva a cabo bajo condiciones de vacío.
- 20 20. Un aparato configurado para llevar a cabo un método de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos 1-19, dicho aparato comprende un par de rodillos indentados y al menos un par de rodillos de acabado ubicados corriente abajo del par de rodillos indentados, opcionalmente en donde los rodillos indentados son como se definió en una cualquiera de las reivindicaciones 2-5 y opcionalmente en donde los rodillos de acabado son rodillos de alisado.
21. El aparato del párrafo 20 en donde dicho aparato comprende una carcasa con soportes para dichos rodillos, opcionalmente en donde los rodillos son acoplados separablemente a los soportes.
- 25 22. El aparato del párrafo 20 o 21 en donde dicho aparato comprende además, o es acoplado separablemente, o está de otra manera en comunicación con una zona de procesamiento adicional para que la lámina inorgánica de procesamiento adicional que salga de al menos un par de rodillos de acabado, opcionalmente en donde existe unos medios de transporte de lámina entre la salida de los rodillos de acabado y la zona de procesamiento adicional.
23. El aparato del párrafo 22, en donde dicha zona de procesamiento adicional comprende una zona de calibrado y/o una zona de apilado de lámina y/o una zona de secado para secar la lámina inorgánica y/o la zona de calentamiento para calentar la lámina inorgánica para quemar los aditivos orgánicos.
- 30 24. El aparato de uno cualquiera de los párrafos 20-23 en donde dicho aparato comprende además, o es acoplado separablemente, o está de otra manera en comunicación con una zona de ignición para sinterizar una lámina inorgánica verde o un producto laminado verde formado de una lámina inorgánica verde, opcionalmente en donde la lámina inorgánica verde es una lámina de cerámica verde.
- 35 25. El aparato de uno cualquiera de los párrafos 20 a 24, que comprende además medios de suministro para alimentar la composición formadora de lámina que comprende material en partículas inorgánico al par de rodillos indentados.
26. El aparato de uno cualquiera de los párrafos 20-26, en donde el al menos un par de rodillos de acabado comprenden un rodillo o rodillos que tienen una superficie que le imparte un patrón de superficie regular al tablero inorgánico en la medida en que este pasa a través de al menos un par de rodillos de acabado.
- 40 27. Una lámina inorgánica o una lámina cerámica obtenible mediante el método de uno cualquiera de los párrafos 1-19.
28. Una lámina inorgánica verde, o una lámina cerámica verde, o un producto laminado verde obtenible mediante el método de uno cualquiera de los párrafos 1-19.
- 45 29. Una lámina cerámica sinterizada o un compuesto cerámico multicapa sinterizado obtenible mediante el método de cualquiera de los párrafos 13-19.

30. El compuesto cerámico multicapa sinterizado de acuerdo al párrafo 29, en donde dicho compuesto se forma de al menos tres láminas cerámicas verdes, opcionalmente en donde una lámina de interior del compuesto tiene un coeficiente de expansión térmica (CTE) mayor que un CTE de láminas cerámicas exteriores adyacentes.

EJEMPLOS

5 **Ejemplo 1**

Se prepararon una serie de láminas de acuerdo con los siguientes procedimientos. La Tabla 1 detalla la composición de la cual se prepararon las láminas inorgánicas (muestras 1-5). Cada composición comprendía aproximadamente 90% en peso de partícula inorgánica. Se preparó una lámina comparativa al presionar un polvo seco pulverizado (muestra 6).

10 Tabla 1

Muestras de composición (por parte)		1	2	3	4	5	6
Materias primas							
Partículas inorgánicas	Arcilla	50	50	50	50	50	50
	Feldespar	40	40	40	40	40	40
	Cuarzo	10	10	10	10	10	10
Aditivos orgánicos	Fibra decidua	5	5	5	5		0
	Fibra resinosa					5	
	MC	2	1	0.75		2	
	HEMC				0.75		
	PVOH			0.25	0.25		0.75
	CMC						
	dispersante	1	1	1	1	1	0.25
	Lubricante	2	2	2	2	2	0
Agua		30	30	30	30	30	2

Los materiales en partículas inorgánicas se molieron para obtener la distribución de tamaño de partícula que tiene un d_{50} de 5 μm . El material molido fue entonces combinado con los otros componentes y agua en un mezclador con brazo Z. Cada mezcla fue envejecida durante toda la noche hasta que el aglutinante se hidrolizó completamente.

15 Las muestras resultantes fueron alimentadas continuamente entre los rodillos indentados para formar el tablero compacto seguido por los rodillos normales para producir una lámina inorgánica. Los rodillos tienen un diámetro de 240 mm y una longitud de 600 mm. Ellos fueron hechos de acero inoxidable. El grosor tal como se formó la lámina varió entre 0.1 mm y 10 mm.

Las láminas inorgánicas fueron secadas entre placas de yeso para evitar cualquier deformación.

20 Propiedades de las láminas inorgánicas preparadas

El encogimiento de secado fue de aproximadamente 4% para todas las láminas inorgánicas preparadas mediante el método de la invención y <1% para la muestra comparada preparada mediante presión de polvo. La densidad verde fue de aproximadamente 1.6 g/cm³ para las muestras de la invención y 1.75 g/cm³ para la muestra comparativa.

La resistencia al doblamiento y la flexión (determinada de acuerdo con el método descrito anteriormente) para todas las muestras 1-6 se muestra en la Figura 3. Como se puede ver de la Figura 3, la resistencia de las muestras 1-5 fue de al menos aproximadamente 100% mayor comparada con una lámina formada al presionar de la manera convencional. Con relación a la flexión, las láminas cerámicas preparadas de acuerdo con la presente invención tenían una capacidad de deflexión de al menos 20 veces (por ejemplo muestra 1) mayor que un cuerpo presionado convencional (muestra 6).

Ejemplo comparativo 2

Para ilustrar el efecto benéfico de los rodillos indentados en la formación de tablero inorgánico compacto, una de las muestras preparadas 1-5 también fue directamente alimentada al par de rodillos normales sin superficie indentada. Se encontró que, aun con la optimización de condiciones de procesamiento tales como el incremento de la presión del rodillo, de agua y/o el contenido de aglutinante, no se pudo formar un tablero inorgánico compacto continuo. Los defectos (huecos, rasgados) a través del tablero tal como se preparó fueron numerosos y podrían solamente ser parcialmente eliminados mediante un doblamiento repetido y un enrollamiento transversal.

Ejemplo 3

Inmediatamente después de formación y antes de secado, las láminas inorgánicas verdes preparadas de acuerdo con la presente divulgación también fueron utilizadas como un elemento para formar un compuesto multicapa mediante laminación. La laminación se llevó a cabo a temperatura ambiente sin ningún adhesivo intermedio entre las láminas inorgánicas. El producto laminado consistió de tres láminas en un arreglo A/B/A. La composición de cada lámina es dada en la Tabla 2. La muestra A y la muestra B tienen los mismos aditivos orgánicos, pero la receta de partícula inorgánica de la muestra A varió de esa de la muestra B con el fin de crear láminas que tienen un diferente coeficiente de expansión térmico. El grosor de las láminas verdes fue de 0.5 mm para la lámina A y 4 mm para la lámina B. La proporción de B: (A/B/A) fue la misma antes y después de la laminación

El producto laminado fue entonces secado de acuerdo con el protocolo descrito en el Ejemplo 1. Los productos laminados fueron entonces sinterizados con un ciclo predeterminado para producir un cuerpo sólido y rígido. Las condiciones de sinterización variaron de acuerdo con la composición de la lámina inorgánica, el tamaño del cuerpo verde y las propiedades finales deseadas. Se utilizó una velocidad de calentamiento relativamente lenta para todas las láminas inorgánicas para eliminar los aditivos orgánicos al comienzo del ciclo de ignición. El ciclo de ignición se presenta en la Figura 2.

Tabla 2

Composición Muestra	A (Parte en peso)	B (Parte en peso)
Fórmula de la baldosa de porcelana de acuerdo con la muestra 1 del Ejemplo 1	*	100
Fórmula de la baldosa de porcelana con base en la muestra 1 del Ejemplo 1	100	*
Fibra decidua	5	5
MC	2	2
Dispersante	1	1
Lubricante	2	2
Agua	30	30

Diversas propiedades físicas del compuesto cerámico multicapa sinterizado son dados en la Tabla 3.

Tabla 3

ES 2 636 930 T3

Muestra Propiedades	A	B	A/B/A
Grosor en ignición (mm)	3	3	3 (0.3/2.4/0.3)
Densidad (g.cm ⁻³)	2.23	2.30	2.257
Porosidad (abierta %)	0.61	0.6	0.352
Adsorción de agua	0.27	0.26	0.155
Encogimiento (%)	11.3	12.6	9.27
MOR (mPa)	64.8	61.2	110
E (Gpa)	37	37	52

Ejemplo 4

Las láminas de cerámica a base de alúmina fueron preparadas de la siguiente mezcla – detallada en la Tabla 4 – utilizando el procedimiento descrito en el Ejemplo 1.

5

Tabla 4

Composición	Cantidad (parte en peso)
Alúmina	100
Fibra	5
Aglutinante	2
Dispersante	1
Lubricante	2
Agua	25

Las láminas tales como se prepararon fueron entonces sometidas a ignición a 1600°C. Las láminas sometidas a ignición tienen una densidad de 3.06 g/cm³ y una resistencia al doblamiento de 3 puntos de 180 mPa.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para elaborar una lámina cerámica sinterizada, dicho método comprende: pasar una composición formadora de lámina que comprende una cantidad principal de material en partículas inorgánico a través de al menos un par de rodillos indentados que forma un tablero inorgánico; y pasar dicho tablero inorgánico a través de al menos un par de rodillos de acabado, formando de esta manera una lámina cerámica, en donde la composición formadora de lámina es una composición precursora cerámica que comprende fibras inorgánicas y/o orgánicas y en donde el método comprende además secar la lámina cerámica para formar una lámina cerámica verde, y sinterizar dicha lámina cerámica verde a una temperatura adecuada para formar una lámina cerámica sinterizada.
- 10 2. El método de la reivindicación 1, en donde cada uno de los rodillos indentados tiene una serie de segmentos y/o salientes elevadas alrededor de su superficie.
3. El método de la reivindicación 2, en donde los segmentos elevados atraviesan lateralmente a lo largo de la superficie del rodillo, opcionalmente en donde los elementos elevados se extienden aproximadamente todo el camino a lo largo del ancho del rodillo.
- 15 4. El método de cualquier reivindicación precedente, en donde los rodillos de acabado son rodillos de alisado, por ejemplo, rodillos de calandrado.
5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde los rodillos de acabado comprenden un rodillo o rodillos que tienen una superficie que le imparte un patrón de superficie regular al tablero inorgánico en la medida en que este pasa a través de al menos un par de rodillos de acabado.
- 20 6. El método de cualquier reivindicación precedente, en donde la composición formadora de lámina comprende desde aproximadamente 60 a aproximadamente 100% en peso de material en partículas inorgánico, y desde aproximadamente 0 a aproximadamente 40% de aditivos orgánicos.
- 25 7. El método de la reivindicación 6, en donde la composición precursora cerámica es una composición precursora de baldosa de porcelana, o una arcilla pesada, o una composición precursora de cerámica aluminosa de porcelana, o una composición que contiene alúmina- zirconio o una composición de silicato de magnesio, tal como esteatita y/o cordierita.
8. El método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la composición formadora de lámina se envejece durante un periodo adecuado de tiempo antes de la formación de la lámina.
9. Un método para elaborar una lámina de cerámica sinterizada, dicho método comprende:
un método de acuerdo con al reivindicación 7 u 8; y además comprende:
- 30 calentar la lámina cerámica secada a una temperatura adecuada para quemar los aditivos orgánicos antes de sinterización.
10. Un método para elaborar un compuesto cerámico multicapa, dicho método comprende:
un método de acuerdo con la reivindicación 7 u 8; y además comprende cualquiera de las etapas de:
- (a1) secar la lámina cerámica para formar una lámina de cerámica verde;
- 35 (b1) apilar dicha lámina cerámica verde con una lámina o láminas similares o una lámina o láminas que tienen una composición diferente para formar un producto laminado verde, y
- (c1) sinterizar dicho producto laminado verde a una temperatura adecuada para formar un compuesto cerámico multicapa;
- o
- 40 (a2) apilar la lámina cerámica con una o unas láminas similares o una lámina o láminas que tienen una composición diferente para formar un producto laminado;
- (b2) secar el producto laminado para formar un producto laminado verde; y

(c2) sinterizar dicho producto laminado verde a una temperatura adecuada para formar un compuesto cerámico multicapa sinterizando;

opcionalmente en donde en cualquier método, la lámina cerámica secada o el producto laminado se calienta a una temperatura adecuada para quemar los aditivos orgánicos antes de sinterizar.

5 11. El método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la preparación de la composición formadora de lámina y/o el proceso formador de lámina se lleva a cabo bajo condiciones de vacío.

10 12. El método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la composición precursora de cerámica comprende: i) desde 0.1 a 20% en peso de fibra orgánica, con base en el peso total de la composición precursora de cerámica; o ii) desde 0.1 a 20% en peso de fibras inorgánicas, con base en el peso total de la composición precursora de cerámica.

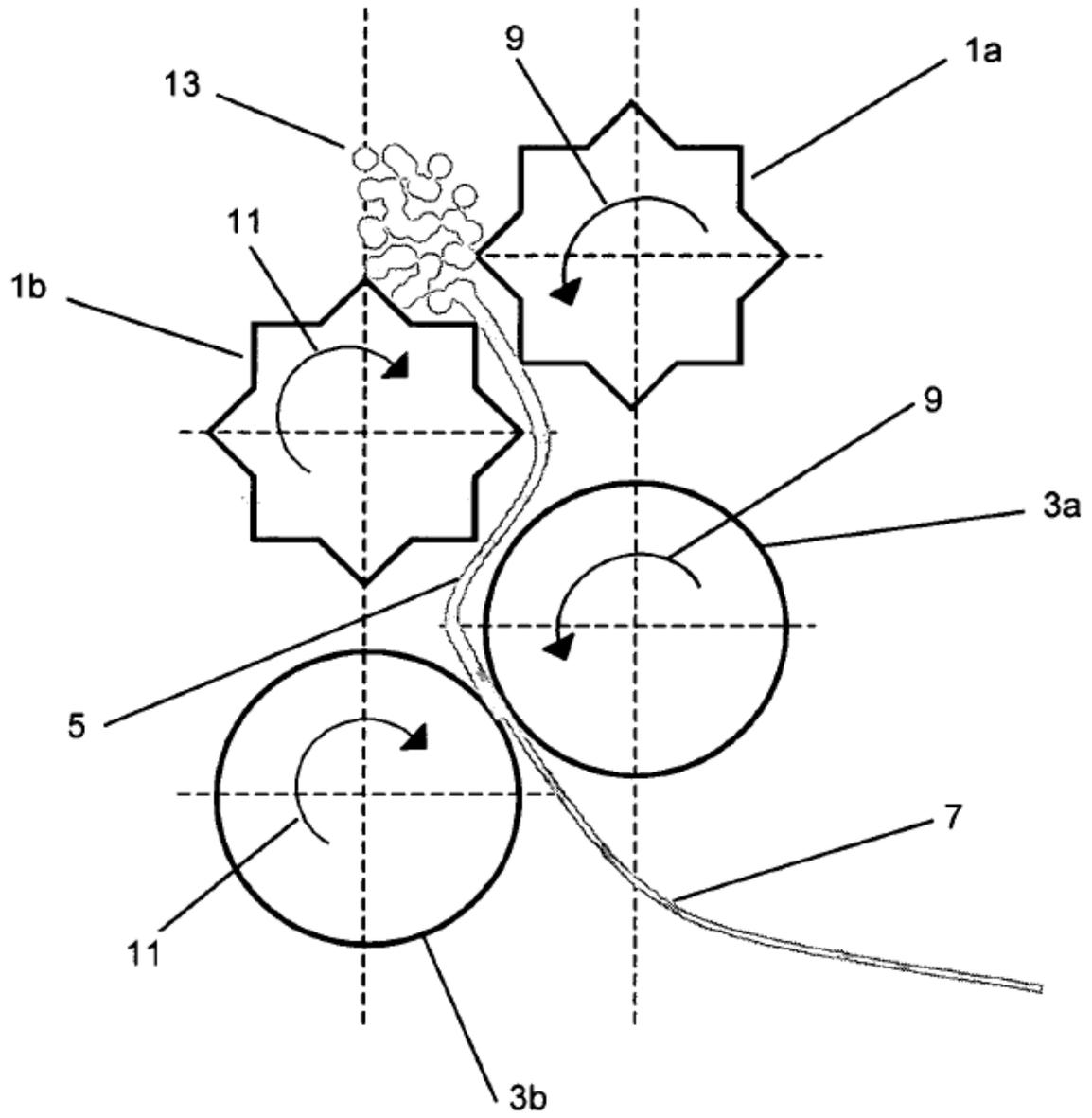


Figura 2

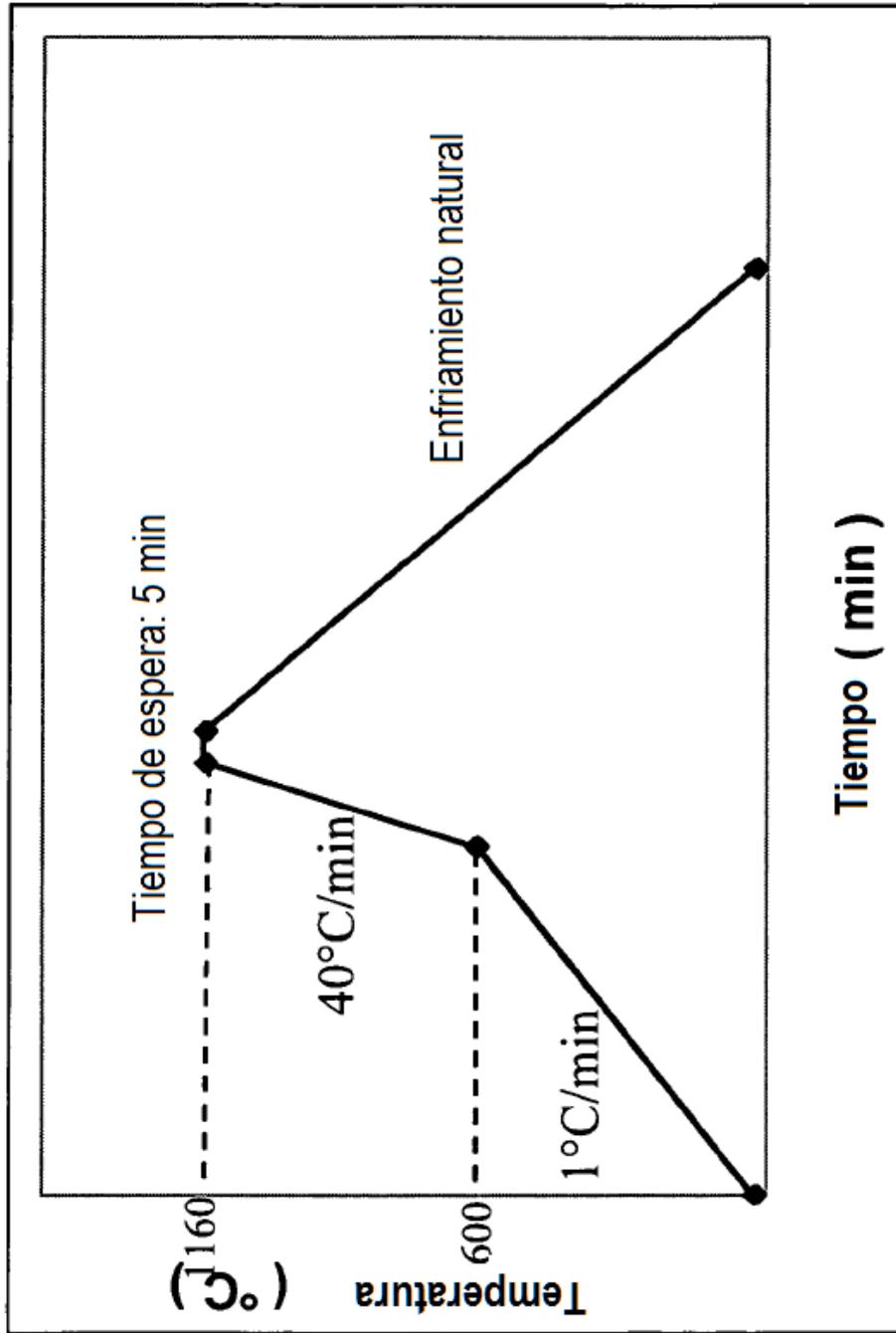


Figura 3

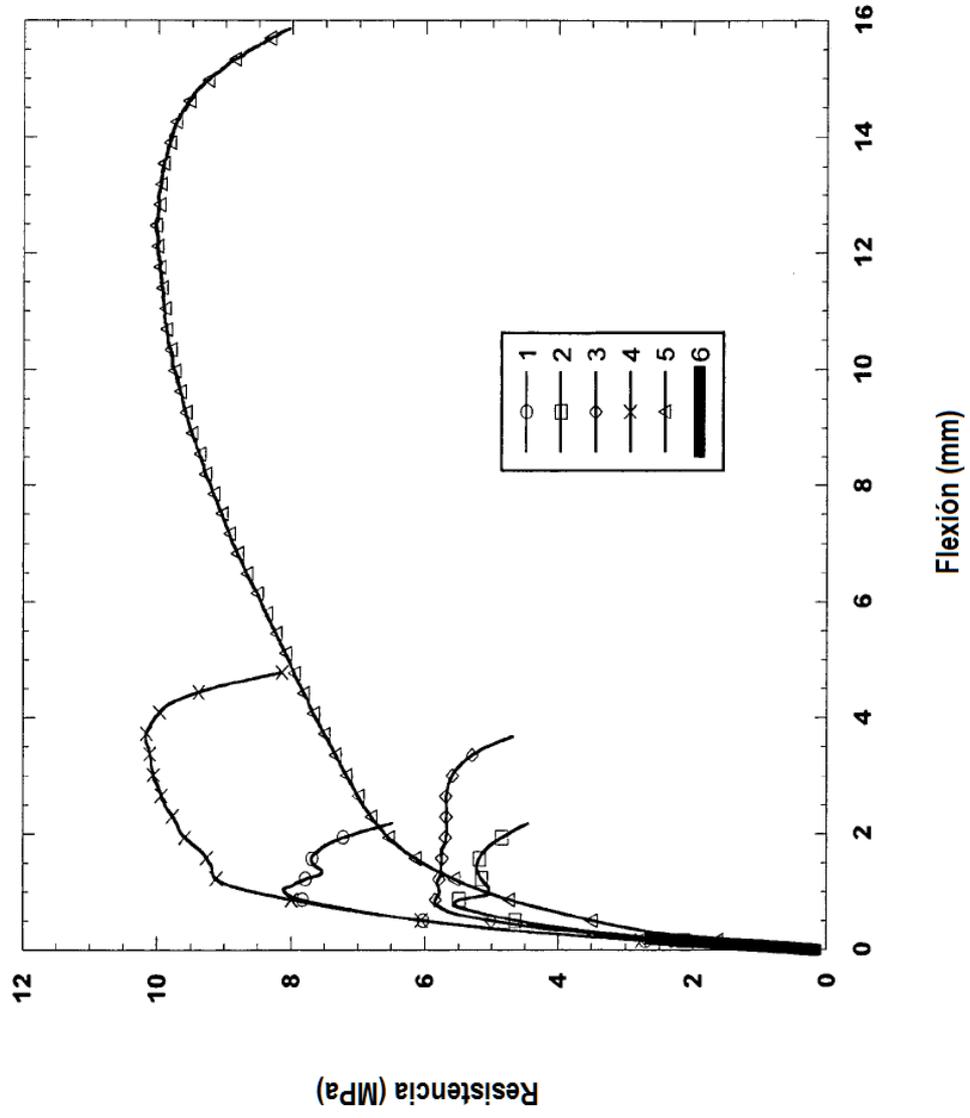


Figura 4

