

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 730 079**

51 Int. Cl.:

A61K 9/24	(2006.01)
A61K 9/127	(2006.01)
A61K 9/34	(2006.01)
A61K 47/02	(2006.01)
A61K 47/34	(2007.01)
B01D 53/94	(2006.01)
B01D 46/00	(2006.01)
C04B 37/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.12.2009 PCT/US2009/006427**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **01.07.2010 WO10074711**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.12.2009 E 09835374 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.04.2019 EP 2358359**

54 Título: **Revestimiento de cerámica pelicular de estructura en panel**

30 Prioridad:

15.12.2008 US 122583 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.11.2019

73 Titular/es:

**UNIFRAX I LLC (100.0%)
600 Riverwalk Parkway, Suite 120
Tonawanda, NY 14150, US**

72 Inventor/es:

**FERNANDO, JOSEPH A. y
MILLER, KENNETH B.**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 730 079 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

Revestimiento de cerámica pelicular de estructura en panal

Antecedentes

5 Las estructuras en panal de cerámica, tales como las utilizadas como convertidores catalíticos y filtros de partículas de diésel ("DPF"), se fabrican mediante diversos procesos. Generalmente, las estructuras en panal se fabrican por extrusión, lo que da como resultado una multiplicidad de orificios pasantes o pasos que están separados por las paredes de la estructura en panal. Cada paso está sellado en el extremo de entrada o salida de la estructura y la estructura se queda a una temperatura alta. Como alternativa, los pasos adyacentes se tapan, formando un patrón de tablero de ajedrez, de manera que un fluido que pasa por la estructura se verá forzado a pasar a través de una pared de la estructura antes de salir de la estructura. De esta manera, el fluido que pasa a través de la estructura puede ponerse en contacto con un catalizador o las partículas en el fluido pueden filtrarse, a medida que el fluido pasa a través de las paredes de la estructura en panal.

15 Los catalizadores que se usan con estas estructuras en panal en convertidores catalíticos requieren altas temperaturas y alta porosidad de las paredes en panal para asegurar una tasa de catálisis eficiente. Por lo tanto, es necesario que la estructura pueda calentarse rápidamente para limpiar eficazmente los gases de escape de un motor que acaba de arrancar. Estas estructuras que se utilizan como DPF requieren que haya una baja pérdida de presión a medida que el gas de escape pasa a través del filtro, ya que los DPF se utilizan usualmente en circunstancias en las que el gas de escape pasará a través del DPF, y después a través de un convertidor catalítico independiente.

20 Por lo tanto, se desea que dichas estructuras en panal, mientras sean capaces de soportar las temperaturas extremas asociadas con los motores de combustión, tengan una capacidad de calor baja y que la pérdida de presión a través de la estructura se minimice. Para lograr estas propiedades, son deseables una alta porosidad y un bajo espesor de pared. Sin embargo, la alta porosidad y el bajo espesor de la pared dan como resultado una baja resistencia mecánica, lo que ocasiona diversos problemas durante la producción.

25 En un intento de rectificar estos problemas, ahora es el estado de la técnica encerrar la estructura en panal dentro de una pasta o esterilla cerámica que proporcionará a la estructura una mayor resistencia mecánica, protección contra la vibración, y sellar la estructura de manera que, cuando se encapsula, los gases de escape no pasarán entre la estructura y su alojamiento.

30 También se ha propuesto fabricar múltiples estructuras en panal más pequeñas y unir las utilizando un material adhesivo cerámico para crear una sola estructura, que aún requerirá el uso de un revestimiento pelicular alrededor del exterior de la estructura para asegurar la uniformidad de la estructura exterior. Estas estructuras en panal simples son capaces de soportar su propio peso de manera más eficaz, y el material adhesivo otorga a la estructura una mayor resistencia mecánica una vez que se cuece el monolito.

35 Si el monolito se ensambla a partir de estructuras en panal más pequeñas o se extruye como una sola unidad, el exterior de la estructura puede requerir mecanizado después de la etapa de cocción para satisfacer las estrictas tolerancias de especificación para la redondez y el diámetro real en la forma de la estructura, y para crear una superficie que se adhiera al revestimiento pelicular. En algunos casos, este mecanizado dará lugar a la exposición parcial de las celdas en panal, que deberán rellenarse con el revestimiento pelicular, usualmente una pasta cerámica en estos casos.

40 Los revestimientos peliculares que comprenden pastas cerámicas son deseables porque pueden estar hechos de materiales similares a los de la estructura en panal de cerámica, dando como resultado capacidades de calor similares, y pueden usarse para perfeccionar la forma de la estructura. Las esteras se pueden usar junto con las pastas para brindar protección adicional contra el daño por vibración en la estructura mientras está en uso. De forma deseable, las pastas resistirán el agrietamiento, el descascarillado y la degradación por absorción de sustancias catalíticas ácidas. Ninguno de los materiales de pasta cerámica propuestos anteriormente ha logrado suficientemente todos estos objetivos.

45 **Breve descripción de los dibujos**

La figura 1 es una representación gráfica de la densidad verde de ejemplos de la formulación de revestimiento pelicular objeto en comparación con un producto de revestimiento pelicular de pasta cerámica comercial.

La figura 2 es una representación gráfica de la viscosidad de ejemplos de la formulación de revestimiento pelicular objeto en comparación con un producto de revestimiento pelicular de pasta cerámica comercial.

50 La figura 3 es una representación gráfica del módulo de ruptura en diversas condiciones de ejemplos del revestimiento pelicular objeto en comparación con un producto de revestimiento pelicular de pasta cerámica comercial.

Descripción detallada

Ahora se ha mostrado que la adición de una fibra secundaria puede minimizar el agrietamiento del revestimiento

5 pelicular durante las etapas de secado y cocción de la fabricación de una estructura en panel de cerámica. Estas fibras secundarias no tienen que ser necesariamente fibras resistentes a altas temperaturas; las fibras que no son resistentes a temperaturas particularmente altas funcionan muy bien para evitar el agrietamiento durante las etapas de secado y cocción del revestimiento pelicular. El término "estructura en panel" incluye cualquier estructura cerámica porosa utilizada en dispositivos de tratamiento de gases de escape, tales como convertidores catalíticos, filtros de partículas diésel, unidades de reducción de catalizador selectivo, trampas de NO_x, y similares.

10 Adicionalmente, se ha demostrado que, durante la etapa de secado, se forma una superficie no absorbente, dura, densa, con forma de cáscara de huevo, sobre la superficie del revestimiento pelicular como se describe en el presente documento. Sin limitarse por la teoría, se cree que esta superficie está formada por la migración de las especies de sílice durante la etapa de secado. Esta superficie evita que el revestimiento de catalizador ácido se absorba en el revestimiento pelicular. La prevención de la absorción es deseable porque, como se ha descrito anteriormente, el revestimiento pelicular puede degradarse por exposición al revestimiento de catalizador ácido. La prevención de la absorción también permite el uso de una menor cantidad de revestimiento de catalizador, lo que reduce los costes globales de producción.

15 Se proporciona un revestimiento pelicular con estructura en panel de cerámica y un procedimiento para producir un revestimiento pelicular de estructura en panel de cerámica que proporciona un revestimiento pelicular de estructura en panel de cerámica rígido, resistente a los ácidos y álcalis, resistente al desconchado, que tiene una alta resistencia y que resiste los catalizadores de control de contaminación que se absorben en el revestimiento pelicular.

20 En una realización, el material de revestimiento pelicular cerámico para sustratos cerámicos porosos (por ejemplo, en panel) comprende fibra cerámica refractaria o fibra inorgánica biosoluble; un modificador de la viscosidad; un óxido inorgánico coloidal; opcionalmente, un aglutinante inorgánico; opcionalmente, un material particulado inorgánico; y, opcionalmente, una fibra inorgánica secundaria.

25 Las fibras cerámicas refractarias o fibras inorgánicas biosolubles pueden comprender al menos una de fibras de aluminosilicato, fibras de silicato alcalinotérreo o fibras de aluminato de calcio. La fibra cerámica refractaria (RCF) puede incluir, pero sin limitación, fibras de aluminosilicato. Las fibras de silicato alcalinotérreo pueden incluir, pero sin limitación, fibras de silicato de magnesio o fibras de silicato de magnesio y calcio.

30 Estas fibras primarias (RCF o fibras inorgánicas biosolubles) pueden utilizarse con diversos grados de contenido de inyección, que van desde "tal cual" (según se produce) hasta fibras de alto índice y clasificadas en aire, en las que se ha eliminado prácticamente toda la inyección. En determinadas realizaciones, la fibra primaria se puede moler con bolas.

35 El modificador de la viscosidad puede incluir, pero sin limitación, polímeros de alquilcelulosa, tales como metilcelulosa (MC) y/o sus derivados, tales como hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC), hidroxietilmetilcelulosa (HEMC), hidroxietilcelulosa (HEC), carboximetilcelulosa (CMC), hidroxietilcarboximetilcelulosa (HECMC), o carboximetilhidroxietilcelulosa (CMHEC), o mezclas de las mismas. En ciertas realizaciones, la viscosidad del modificador de viscosidad está dentro del intervalo de aproximadamente 20 cps a aproximadamente 2000 cps.

40 Otros ejemplos no limitantes de modificadores de la viscosidad incluyen óxidos de polialquileño, ciertos polisacáridos, ácidos poliacrílicos, poliacrilamidas y mezclas de los mismos. El óxido de polialquileño puede incluir, pero sin limitación, óxidos de polietileno que tienen pesos moleculares que varían de aproximadamente 1 millón a aproximadamente 4 millones de g/mol. Los ejemplos ilustrativos de polisacáridos adecuados incluyen goma welan, goma diutan, goma xantana y mezclas de las mismas. El ácido poliacrílico puede tener un peso molecular de aproximadamente 500.000 g/mol o más.

45 El óxido inorgánico coloidal puede ser sílice coloidal, alúmina coloidal, circonia coloidal o mezclas de las mismas. La sílice coloidal, tal como las disponibles en Nalco Chemical Company, son dispersiones estables de partículas de sílice de tamaño nanométrico en agua u otro medio líquido. El tamaño de partícula de la sílice coloidal puede variar desde aproximadamente cuatro a aproximadamente 100 nanómetros de diámetro. La sílice coloidal se puede estabilizar, tal como con los iones de sodio o de amonio, y puede tener un intervalo de pH de aproximadamente 2 a aproximadamente 12.

50 El material particulado inorgánico puede incluir, pero sin limitación, al menos uno de alúmina, cordierita (tal como cordierita grog), mullita, titanita, titanato de aluminio o carburo de silicio. El material particulado inorgánico se puede seleccionar para incluir al menos un componente que tenga un coeficiente de expansión térmica que sea compatible con el coeficiente de expansión térmica del sustrato en panel de cerámica al que se aplicará el revestimiento pelicular. Los tamaños de partículas de partículas inorgánicas pueden ser de aproximadamente 300 micrómetros o menos, en ciertas realizaciones menos de aproximadamente 100 micrómetros.

55 El aglutinante inorgánico puede comprender arcilla. La arcilla puede estar calcinada o sin calcinar, y puede incluir, pero sin limitación, atapulgita, arcilla muy plástica, bentonita, hectorita, caolinita, cianita, montmorillonita, paligorskita, saponita, sepiolita, silimanita, o combinaciones de los mismos. Los tamaños de partículas de aglomerante inorgánico pueden ser de aproximadamente 150 micrómetros o menos, en ciertas realizaciones menos de aproximadamente 45 micrómetros.

Las fibras inorgánicas secundarias pueden incluir, pero sin limitación, fibras de vidrio, fibras de sílice lixiviadas, fibras con alto contenido de alúmina, fibras de mullita, fibras de aluminosilicato de magnesio, fibras de vidrio S-2, fibras de vidrio E, o fibras alúmina-silicato de diámetro fino (submicrométricas) (HSA) y mezclas de las mismas.

5 Además de las fibras inorgánicas secundarias, pueden incluirse opcionalmente fibras de aglomerante orgánico en la formulación de revestimiento pelicular. Los ejemplos adecuados de fibras de aglomerantes incluyen fibras de alcohol polivinílico, fibras de poliolefina tales como polietileno y polipropileno, fibras acrílicas, fibras de poliéster, fibras de acetato de etilo y vinilo, fibras de nylon y combinaciones de las mismas. Estas fibras se pueden usar en cantidades que varían del 0 a aproximadamente el 10 por ciento en peso, basándose en el 100 por ciento en peso de la composición total.

10 Otros aglutinantes orgánicos o resinas pueden incluirse opcionalmente en la formulación de revestimiento pelicular. Los ejemplos de aglutinantes o resinas orgánicas adecuados incluyen, pero sin limitación, látex de base acuosa de acrílicos, estireno-butadieno, vinilpiridina, acrilonitrilo, cloruro de vinilo, poliuretano y similares. Los látex de silicona también son adecuados. Otras resinas incluyen resinas termoestables flexibles de baja temperatura, tales como poliésteres insaturados, resinas epoxi y ésteres de polivinilo (tales como látex de acetato de polivinilo o butilbutirato de polivinilo). Se puede emplear hasta aproximadamente un 10 por ciento en peso de aglutinante orgánico o resinas. Los disolventes para los aglutinantes, si son necesarios, pueden incluir agua o un solvente orgánico adecuado, tal como acetona, para el aglutinante utilizado. La resistencia de la solución del aglutinante en el disolvente (si se usa) se puede determinar por procedimientos convencionales basados en la carga de aglutinante deseada y la capacidad de trabajo del sistema de aglutinante (viscosidad, contenido de sólidos, etc.).

20 La fibra de cerámica refractaria típicamente comprende sustancialmente alúmina y sílice, y típicamente contiene de aproximadamente el 45 a aproximadamente el 60 por ciento en peso de alúmina y de aproximadamente 40 a aproximadamente 55 por ciento en peso de sílice. La longitud de la fibra RCF típicamente ser inferior a aproximadamente 5 mm, y su diámetro medio de fibra puede variar de aproximadamente 0,5 µm a aproximadamente 10,5 µm. Las fibras cerámicas de aluminosilicato refractario (RCF) FIBERFRAX®, están disponibles en Unifrax I LLC, Niagara Falls, Nueva York.

25 El término "fibra inorgánica biosoluble" se refiere a las fibras que son sustancialmente descomponibles en un medio fisiológico o en un medio fisiológico simulado tal como fluido pulmonar simulado, soluciones salinas, soluciones salinas tamponadas, o similares. La solubilidad de las fibras puede evaluarse midiendo la solubilidad de las fibras en un medio fisiológico simulado en función del tiempo. La biosolubilidad también se puede estimar observando los efectos de la implantación directa de las fibras en animales de ensayo o mediante el examen de animales o humanos que han estado expuestos a las fibras, es decir, la biopersistencia. Un procedimiento para medir la biosolubilidad de las fibras en medios fisiológicos se describe en la Patente de Estados Unidos N.º 5.874.375 asignada a Unifrax I LLC.

30 Otro enfoque para estimar la biosolubilidad de las fibras se basa en la composición de las fibras. Por ejemplo, Alemania clasifica las fibras de óxido inorgánico respirables en función de un índice de composición (valor KI). El valor KI se calcula sumando los porcentajes en peso de los óxidos alcalinos y alcalinotérreos y restando dos veces el porcentaje en peso de óxido de aluminio en las fibras de óxido inorgánico. Las fibras inorgánicas que son biosolubles tienen típicamente un valor KI de aproximadamente 40 o más.

35 Sin limitación, los ejemplos adecuados de fibra inorgánica biosoluble que se puede usar para preparar el presente material de revestimiento pelicular incluyen aquellas fibras inorgánicas biosolubles descritas en las Patentes de Estados Unidos N.º 6.953.757; 6.030.910; 6.025.288; 5.874.375; 5.585.312; 5.332.699; 5.714.421; 7.259.118; 7.153.796; 6.861.381; 5.955.389; 5.928.975; 5.821.183; y 5.811.360, cada una de los cuales se incorpora en el presente documento por referencia.

40 La fibra de silicato alcalinotérreo biosoluble puede comprender el producto de fibrización de una mezcla de óxidos de magnesio y sílice, comúnmente denominadas fibras de silicato de magnesio. Las fibras de silicato de magnesio generalmente comprenden el producto de fibrización de aproximadamente el 60 a aproximadamente el 90 por ciento en peso de sílice, de más del 0 a aproximadamente el 35 por ciento en peso de magnesia y el 5 por ciento en peso o menos de impurezas. De acuerdo con ciertas realizaciones, las fibras de silicato alcalinotérreo comprenden el producto de fibrización de aproximadamente el 65 a aproximadamente el 86 por ciento en peso de sílice, de aproximadamente el 14 a aproximadamente el 35 por ciento en peso de magnesia, del 0 a aproximadamente el 7 por ciento en peso de circonia y el 5 por ciento en peso o menos de impurezas. De acuerdo con otras realizaciones, las fibras de silicato alcalinotérreo comprenden el producto de fibrización de aproximadamente el 70 a aproximadamente el 86 por ciento en peso de sílice, de aproximadamente el 14 a aproximadamente el 30 por ciento en peso de magnesia, y el 5 por ciento en peso o menos de impurezas.

45 Los ejemplos ilustrativos de la fibra inorgánica biosoluble incluyen, pero sin limitación, fibras de silicato alcalinotérreo ISOFRAX®, que tienen un diámetro promedio de entre aproximadamente 0,6 micrómetros y aproximadamente 2,6 micrómetros, disponible en Unifrax I LLC, Niagara Falls, Nueva York. Las fibras ISOFRAX® disponibles comercialmente generalmente comprenden el producto de fibrización de aproximadamente el 70 a aproximadamente el 80 por ciento en peso de sílice, de aproximadamente el 18 a aproximadamente el 27 por ciento en peso de magnesia, y el 4 por ciento en peso o menos de impurezas.

Como alternativa o adicionalmente, la fibra de silicato alcalinotérreo biosoluble puede comprender el producto de fibrización de una mezcla de óxidos de calcio, magnesio y sílice. Estas fibras se conocen comúnmente como fibras de calcia-magnesia-silicato. Las fibras de calcia-magnesia-silicato comprenden generalmente el producto de fibrización de aproximadamente el 45 a aproximadamente el 90 por ciento en peso de sílice, de más del 0 a aproximadamente el 45 por ciento de calcia, de más del 0 a aproximadamente el 35 por ciento en peso de magnesio y el 10 por ciento en peso o menos de impurezas.

Las fibras adecuadas de calcia-magnesia-silicato están disponibles comercialmente en Unifrax I LLC (Niagara Falls, Nueva York) con la marca registrada INSULFRAX. Las fibras INSULFRAX® generalmente comprenden el producto de fibrización de aproximadamente el 61 a aproximadamente el 67 por ciento en peso de sílice, de aproximadamente el 27 a aproximadamente el 33 por ciento en peso de calcia, y de aproximadamente el 2 a aproximadamente el 7 por ciento en peso de magnesio. Otras fibras de silicato de calcio-magnesio comercialmente disponibles comprenden aproximadamente el 60 a aproximadamente el 70 por ciento en peso de sílice, desde aproximadamente el 25 a aproximadamente el 35 por ciento en peso de calcia, desde aproximadamente el 4 a aproximadamente el 7 por ciento en peso de magnesio, y opcionalmente cantidades traza de alúmina; o, de aproximadamente el 60 a aproximadamente el 70 por ciento en peso de sílice, de aproximadamente el 16 a aproximadamente el 22 por ciento en peso de calcia, de aproximadamente el 12 a aproximadamente el 19 por ciento en peso de magnesio, y opcionalmente trazas de alúmina.

Las fibras de aluminato de calcio biosoluble se desvelan en la Patente de Estados Unidos N.º 5.346.868, en la Publicación de Patente de Estados Unidos N.º 2007-0020454 A1, y en la Publicación de Patente Internacional N.º WO/2007/005836, que se incorporan en el presente documento por referencia.

Con respecto a las fibras secundarias, otras fibras cerámicas de alúmina/sílice, tales como las fibras cerámicas de alto contenido de alúmina o mullita, pueden fabricarse mediante procesamiento de sol gel, y usualmente contienen más del 50 por ciento de alúmina. Un ejemplo son las fibras FIBERMAX®, disponibles en Unifrax I LLC de Niagara Falls, Nueva York. Las fibras de magnesio/alúmina/silicato, tal como S2-GLASS, está disponible comercialmente en Owens Corning, Toledo, Ohio. Las fibras S2-GLASS contienen típicamente de aproximadamente el 64 a aproximadamente el 66 por ciento de sílice, de aproximadamente el 24 a aproximadamente el 25 por ciento de alúmina, y de aproximadamente el 9 a aproximadamente el 10 por ciento de magnesio.

Las fibras de sílice lixiviadas pueden lixivarse de cualquier manera y usando cualquier técnica conocida en la técnica. Generalmente, la lixiviación se puede lograr sometiendo las fibras de vidrio a una solución de ácido u otra solución adecuada para extraer los óxidos no silíceos y otros componentes de las fibras. Una descripción detallada y un proceso para fabricar fibras de vidrio lixiviadas con un alto contenido de sílice se encuentran en la Patente de Estados Unidos N.º 2.624.658, cuya divulgación completa se incorpora en el presente documento por referencia. Otro proceso para fabricar fibras de vidrio lixiviadas con alto contenido de sílice se desvela en la Publicación de Solicitud de Patente Europea N.º 0973697.

Las fibras de vidrio lixiviadas están disponibles con la marca registrada BELCOTEX de BelChem Fiber Materials GmbH, Alemania, con la marca registrada REFRASIL de Hitco Carbon Composites, Inc. de Gardena California, y con la designación PS-23 (R) de Polotsk-Steklovokno, República de Belarús.

En otra realización, se proporciona un procedimiento para producir un revestimiento pelicular poroso (en panel) que comprende formar una mezcla de: fibras cerámicas o fibras inorgánicas biosolubles; un modificador de la viscosidad; un óxido inorgánico coloidal; opcionalmente, un aglutinante inorgánico; opcionalmente un material particulado inorgánico; y opcionalmente fibras inorgánicas secundarias.

En una realización, los ingredientes secos se combinan en una parte, y por separado los ingredientes húmedos (óxido inorgánico coloidal y agua) se combinan en una segunda parte, y después ambas partes se mezclan entre sí. En otra realización, los ingredientes secos pueden añadirse a los ingredientes húmedos en cualquier orden y mezclarse. El material de revestimiento pelicular se puede secar, por ejemplo, de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 100 °C durante aproximadamente dos horas, o hasta que esté completamente seco. El material de revestimiento pelicular seco puede cocerse a aproximadamente 500 - 1100 °C durante aproximadamente 1 a aproximadamente 5 horas, opcionalmente con una velocidad de calentamiento y enfriamiento de aproximadamente 100 °C/h o menos.

En la producción de un dispositivo de tratamiento de gases de escape, después de que se cuece la estructura en panel de cerámica revestida con película, el panel puede empaparse en un catalizador que contiene una solución o dispersión ácida o básica, y posteriormente se seca y se vuelve a cocer.

En determinadas realizaciones, se proporciona un material de revestimiento pelicular para sustratos cerámicos porosos (en panel), que comprende: fibra cerámica refractaria o fibra inorgánica biosoluble; un modificador de la viscosidad; un óxido inorgánico coloidal; un aglutinante inorgánico; un material particulado inorgánico; y, una fibra inorgánica secundaria.

Ejemplos

Los ejemplos de diversas formulaciones de revestimiento pelicular objeto (Ejemplos A, B y C) se exponen en la Tabla

1 a continuación. Estos se probaron en comparación con un producto de pasta cerámica comercial que se utiliza como una formulación de revestimiento pelicular con DPF.

TABLA 1

Ingrediente	Ej. A	%	Ej. B	%	Ej. C	%
Fibra - RCF grado QF (molida con bolas)	0	0,00 %	200	38,76 %	100	20,41 %
Fibra - RCF Clasificado en aire	100	21,21 %		0,00 %		0,00 %
Cordierita	140	29,69 %	140	25,74 %	140	28,57 %
Caolín calcinado	20	4,24 %	10	1,84 %	20	4,08 %
Vidrio E - 1/8"	0	0,00 %		0,00 %	3,5	0,71 %
Vidrio E - 1/16"		0,00 %	2,5	0,46 %		0,00 %
Metilcelulosa	1,5	0,32 %	1,5	0,28 %	1,5	0,31 %
Sílice coloidal	90	7,64 %	80	5,88 %	125	10,20 %
Agua	120	36,90 %	110	29,04 %	100	35,71 %
Sólidos en masa	472	100,00 %	544	100,00 %	490	100,00 %

5 La figura 1 representa los resultados de la prueba de la densidad verde de los Ejemplos A, B y C de la formulación de revestimiento pelicular objeto en comparación con un producto de revestimiento pelicular de pasta cerámica comercial. Se preparó una placa plana de cada uno de los materiales de revestimiento pelicular hasta un espesor de unos pocos milímetros. Se midieron el volumen y el peso de las placas y se calcularon sus densidades. Cada una de las formulaciones de revestimiento pelicular objeto presentó una mayor densidad verde que la muestra de control de material comercial. La densidad más alta proporciona fuerza y resistencia mejorada a la absorción del material de revestimiento del catalizador.

10 La figura 2 representa los resultados de la prueba de la viscosidad de los Ejemplos A, B y C de la formulación de revestimiento pelicular objeto en comparación con un producto de revestimiento pelicular de pasta cerámica comercial. La viscosidad se probó con un viscosímetro Brookfield estándar, utilizando un husillo número 7 a 1 rpm. Como se muestra en el gráfico, la medición de la viscosidad de este material puede tener una variabilidad de aproximadamente +/-15 %. No obstante, cada una de las formulaciones de revestimiento pelicular objeto ilustradas presentó una viscosidad más baja que la muestra de control de material comercial. La menor viscosidad relativa permite un bombeo más fácil del revestimiento pelicular en la producción de la formulación y la aplicación al sustrato.

15 La figura 3 representa los resultados de la prueba del módulo de ruptura (MOR) después del tratamiento en diversas condiciones de los Ejemplos A, B y C del revestimiento pelicular objeto en comparación con un producto de revestimiento pelicular de pasta cerámica comercial.

20 Las muestras de los Ejemplos A, B y C se trataron con calor para simular las condiciones de aplicación del revestimiento pelicular y para simular las condiciones del proceso (tratamiento con ácido/base y tratamiento con calor) durante las etapas de revestimiento del catalizador. Se realizó una prueba MOR de 4 puntos según ASTM C880. Específicamente, haciendo referencia a la figura 3, la primera barra respectiva de cada muestra, muestra los resultados de la prueba MOR cuando cada muestra se probó en verde, la segunda barra de cada muestra, muestra los resultados de la prueba MOR cuando se probó cada muestra después del tratamiento con calor, y la tercera barra de cada muestra, muestra los resultados de la prueba MOR después de que cada muestra se trató con calor, se lavó con ácido/base (álcali), y se coció una segunda vez.

25 Cada una de las formulaciones de revestimiento pelicular objeto presentó un módulo de ruptura más alto que la muestra de control de material comercial, cuando se probó en verde, después del tratamiento con calor, y después del tratamiento con ácido/base (álcali) y un segundo tratamiento con calor.

30 La resistencia global de MOR fue mayor para los Ejemplos A, B y C en comparación con el producto comparativo incluso después del tratamiento con calor. No se exhibió una caída de resistencia MOR significativa en las formulaciones de los Ejemplos B y C después del tratamiento con calor. Incluso cuando hubo una caída, el porcentaje de caída de MOR fue mucho menor para los Ejemplos A, B y C en comparación con el producto comparativo después del tratamiento con calor.

35 La resistencia global de MOR fue mayor para los Ejemplos A, B y C en comparación con el producto comparativo después de la inmersión con ácido y base seguido de un tratamiento con calor. El porcentaje de caída de la resistencia MOR fue mucho menor para los Ejemplos A, B y C en comparación con el producto comparativo después de la inmersión con ácido y base seguido de un tratamiento con calor.

40 El coeficiente de expansión térmica, probado entre 20 y 900 °C, se midió para los Ejemplos B y C, a 36×10^{-7} y 40×10^{-7} respectivamente, compatibles con sustratos cerámicos en panel comerciales.

45 Los componentes de las formulaciones de revestimiento pelicular pueden estar presentes en las siguientes cantidades en peso: fibra cerámica refractaria o fibra inorgánica biosoluble, de aproximadamente el 15 a aproximadamente el 50 %; modificador de la viscosidad, de aproximadamente el 0,15 a aproximadamente el 0,5 %; óxido inorgánico

coloidal, de aproximadamente el 2 a aproximadamente el 20 %; material particulado inorgánico, del 0 a aproximadamente el 40 %, aglutinante inorgánico (arcilla) del 0 a aproximadamente el 10 %; fibra inorgánica secundaria, del 0 a aproximadamente el 10 % y, agua de aproximadamente el 25 a aproximadamente el 50 %. En determinadas realizaciones, los componentes pueden estar presentes en cantidades en peso de: fibra cerámica refractaria o fibra inorgánica biosoluble, de aproximadamente el 20 a aproximadamente el 40 %; modificador de la viscosidad, de aproximadamente el 0,25 a aproximadamente el 0,4 %; óxido inorgánico coloidal, de aproximadamente el 5 a aproximadamente el 10,5 %; material particulado inorgánico, de aproximadamente el 25 a aproximadamente el 37 %, aglutinante inorgánico (arcilla) de aproximadamente el 1,5 a aproximadamente el 5 %; fibra inorgánica secundaria, de aproximadamente el 1,15 a aproximadamente el 5 % y, agua de aproximadamente el 29 a aproximadamente el 47 %.

Se prepararon con éxito formulaciones de material de revestimiento pelicular adicionales y se presentan en las Tablas 2-5, que se exponen a continuación.

Tabla 2

Ingrediente	Ej. D	%	Ej. E	%
Fibra - RCF Grado QF		0,00 %	52,75	13,98 %
Fibra - RCF Alto índice	52,75	12,12 %		0,00 %
Cordierita	146	33,54 %	140	37,11 %
Arcilla de bentonita	12	2,76 %	12	3,18 %
Fibra de vidrio 1/8"	5	1,15 %	5	1,33 %
Metilcelulosa	1,5	0,34 %	1,5	0,40 %
Sílice coloidal	38	3,49 %	76	8,06 %
Agua	180	46,59 %	90	35,94 %
Sólidos en masa	435	100,00 %	377	100,00 %

Se realizó una prueba de MOR de 4 puntos según ASTM C880 para los Ejemplos D y E de la formulación de revestimiento pelicular objeto como se describe anteriormente. El MOR en verde para el Ejemplo D fue de 603 psi, y el MOR tratado con ácido/calor fue de 606,5. El MOR en verde para el Ejemplo E fue de 1147,9 psi, y el MOR tratado con ácido/calor fue de 479,8.

Tabla 3

Ingrediente	Ej. F	%	Ej. G	%
Fibra - ISOFRAX® (Molida con bolas)	200	36,76 %	100	20,41 %
Cordierita	140	25,74 %	140	28,57 %
Caolín calcinado	10	1,84 %	20	4,08 %
Vidrio E - 1/8"	0	0,00 %	3,5	0,71 %
Vidrio E - 1/16"	2,5	0,46 %	0	0,00 %
Metilcelulosa	1,5	0,28 %	1,5	0,31 %
Sílice coloidal	80	14,71 %	125	25,51 %
Agua	110	20,22 %	100	20,41 %
Sólidos en masa	544	100,00 %	490	100,00 %

Tabla 4

Ingrediente	Ej. H	%	Ej. I	%	Ej. J	%	Ej. K	%	Ej. L	%
Fibra - RCF Grado QF	80	20,59 %	80	20,65 %	53	14,70 %	53	14,76 %		0,00 %
Fibra - RCF Alto índice		0,00 %		0,00 %		0,00 %		0,00 %	52,75	12,12 %
Cordierita	140	36,04 %	140	36,13 %	140	38,83 %	140	39,00 %	146	33,54 %
Volclay	12	3,09 %	12	3,10 %	12	3,33 %	12	3,34 %	12	2,76 %
Fibra de HSA	5	1,29 %	2	0,52 %	2	0,55 %		0,00 %	5	1,15 %
Fibra de vidrio E		0,00 %	2	0,52 %	2	0,55 %		0,00 %		0,00 %
Fibra de sílice		0,00 %		0,00 %		0,00 %	2,5	0,70 %		0,00 %
Metilcelulosa	1,5	0,39 %	1,5	0,39 %	1,5	0,42 %	1,5	0,42 %	1,5	0,34 %
Sílice coloidal	80	8,24 %	80	8,26 %	80	8,88 %	80	8,91 %	38	3,49 %
Agua	70	30,37 %	70	30,45 %	70	32,73 %	70	32,87 %	180	46,59 %
Sólidos en masa	389	100,00 %	388	100,00 %	361	100,00 %	359	100,00 %	435	100,00 %

Tabla 5

Ingrediente	Ej. M	%	Ej. N	%	Ej. P	%	Ej. R	%	Ej. S	%
Fibra-ISOFRAX®	10	3,42 %	20	6,50 %	30	9,30 %	40	11,86 %		0,00 %
Molida con bolas ISOFRAX®		0,00 %		0,00 %		0,00 %		0,00 %	52,75	11,36 %
Carburo de silicio de alto índice	146	49,91 %	146	47,48 %	146	45,27 %	146	43,26 %	140	30,16 %
Volclay	12	4,10 %	12	3,90 %	12	3,72 %	12	3,56 %	12	2,58 %
Fibra de vidrio E 1/8"	5	1,71 %	5	1,63 %	5	1,55 %	5	1,48 %	5	1,08 %
Metilcelulosa	1,5	0,51 %	1,5	0,49 %	1,5	0,47 %	1,5	0,44 %	1,5	0,32 %
Sílice coloidal - 1034a	38	5,20 %	38	4,94 %	38	4,71 %	38	4,50 %	38	3,27 %
Agua	80	35,15 %	85	35,06 %	90	34,98 %	95	34,90 %	215	51,22 %
Masa total	293	100,00 %	308	100,00 %	323	100,00 %	338	100,00 %	470	100,00

5 Se entenderá que las realizaciones descritas en el presente documento son meramente ejemplares, y que un experto en la técnica puede hacer variaciones y modificaciones sin apartarse del espíritu y alcance de la invención. Todas estas variaciones y modificaciones pretenden incluirse dentro del alcance de la invención como se describe anteriormente en el presente documento. Adicionalmente, todas las realizaciones desveladas no están necesariamente en la alternativa, ya que diversas realizaciones de la invención pueden combinarse para proporcionar el resultado deseado.

REIVINDICACIONES

1. Un material de revestimiento pelicular para sustratos cerámicos porosos que comprende:
 - fibra cerámica refractaria o fibra inorgánica biosoluble;
 - un modificador de la viscosidad;
 - 5 un óxido inorgánico coloidal;
 - opcionalmente, un aglutinante inorgánico;
 - opcionalmente, un material particulado inorgánico;
 - y una fibra inorgánica secundaria, en el que la fibra inorgánica secundaria comprende fibra de vidrio E.
- 10 2. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 1, en el que las fibras cerámicas refractarias o las fibras inorgánicas biosolubles comprenden al menos una de las fibras de aluminosilicato, fibras de silicato alcalinotérreo o fibras de aluminato de calcio.
3. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 2, en el que el silicato alcalinotérreo comprende al menos uno de silicato de magnesio o silicato de calcio y magnesio.
- 15 4. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 1, en el que el material particulado inorgánico comprende al menos uno de alúmina, cordierita, mullita, titanita, titanato de aluminio o carburo de silicio.
5. El revestimiento pelicular de la reivindicación 1, en el que el aglutinante inorgánico comprende una arcilla no calcinada o una arcilla calcinada; opcionalmente, en el que la arcilla comprende al menos uno de atapulgita, arcilla muy plástica, bentonita, hectorita, caolinita, cianita, montmorillonita, paligorskita, saponita, sepiolita, silimanita, o combinaciones de los mismos.
- 20 6. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 1, en el que el modificador de la viscosidad comprende al menos uno de los polímeros de alquilcelulosa, óxidos de polialquileo, polisacáridos, ácidos poliacrílicos, poliacrilamidas, o mezclas de los mismos; opcionalmente, en el que los polímeros de alquilcelulosa comprenden al menos uno de metilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, hidroxietilmetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxietilcarboximetilcelulosa, o carboximetilhidroxietilcelulosa, o mezclas de las mismas.
- 25 7. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 1, en el que el óxido inorgánico coloidal comprende al menos uno de sílice coloidal, alúmina coloidal, circonia coloidal o mezclas de las mismas.
8. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 1, en el que la fibra inorgánica secundaria comprende además al menos una de fibras de vidrio, fibras de sílice lixiviadas, fibras con alto contenido de alúmina, fibras de mullita, fibras de aluminosilicato de magnesio, fibras de S-2, fibras de basalto o fibras de alúmina-silicato de diámetro fino.
- 30 9. Un material de revestimiento pelicular para sustratos cerámicos porosos que comprende:
 - fibra cerámica refractaria o fibra inorgánica biosoluble;
 - un modificador de la viscosidad de metilcelulosa;
 - un óxido inorgánico coloidal que comprende sílice coloidal;
 - 35 un aglutinante inorgánico;
 - un material particulado inorgánico que comprende carburo de silicio;
 - y, una fibra inorgánica secundaria.
10. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 1 o 9, que comprende además al menos uno de una fibra de aglutinante orgánico, un aglutinante orgánico o una resina.
- 40 11. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 9, que comprende material particulado de cordierita; opcionalmente, en el que el aglutinante inorgánico comprende al menos uno de caolín calcinado, arcilla de bentonita o volclay.
12. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 9, en el que la fibra inorgánica secundaria comprende fibra de vidrio E.
- 45 13. El material de revestimiento pelicular de la reivindicación 9, que comprende volclay.
14. Un procedimiento para producir un revestimiento pelicular de sustrato cerámico poroso, que comprende formar una mezcla de: fibras cerámicas o fibras inorgánicas biosolubles; un modificador de la viscosidad; un óxido inorgánico coloidal; opcionalmente, un aglutinante inorgánico; opcionalmente, un material particulado inorgánico; y una fibra inorgánica secundaria, en la que la fibra inorgánica secundaria comprende fibra de vidrio E.
- 50 15. El procedimiento de la reivindicación 14, en el que dicha formación de una mezcla comprende:
 - formar una mezcla seca de: fibras cerámicas o fibras inorgánicas biosolubles; un modificador de la viscosidad;

opcionalmente, un aglutinante inorgánico; opcionalmente, un material particulado inorgánico; y una fibra inorgánica secundaria;
formar una mezcla húmeda de un óxido inorgánico coloidal y agua; y
mezclar la mezcla seca y la mezcla húmeda.

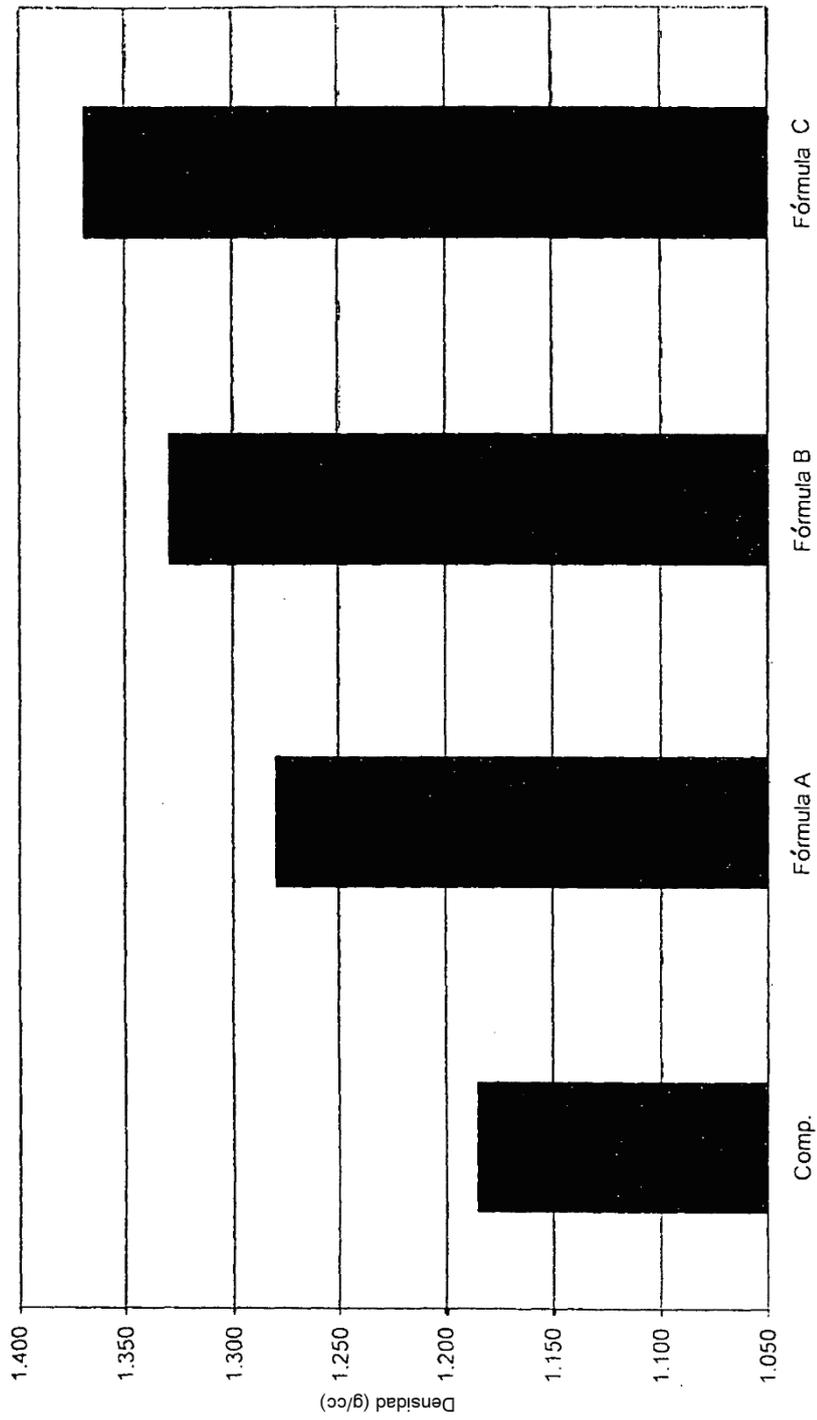


FIG. 1

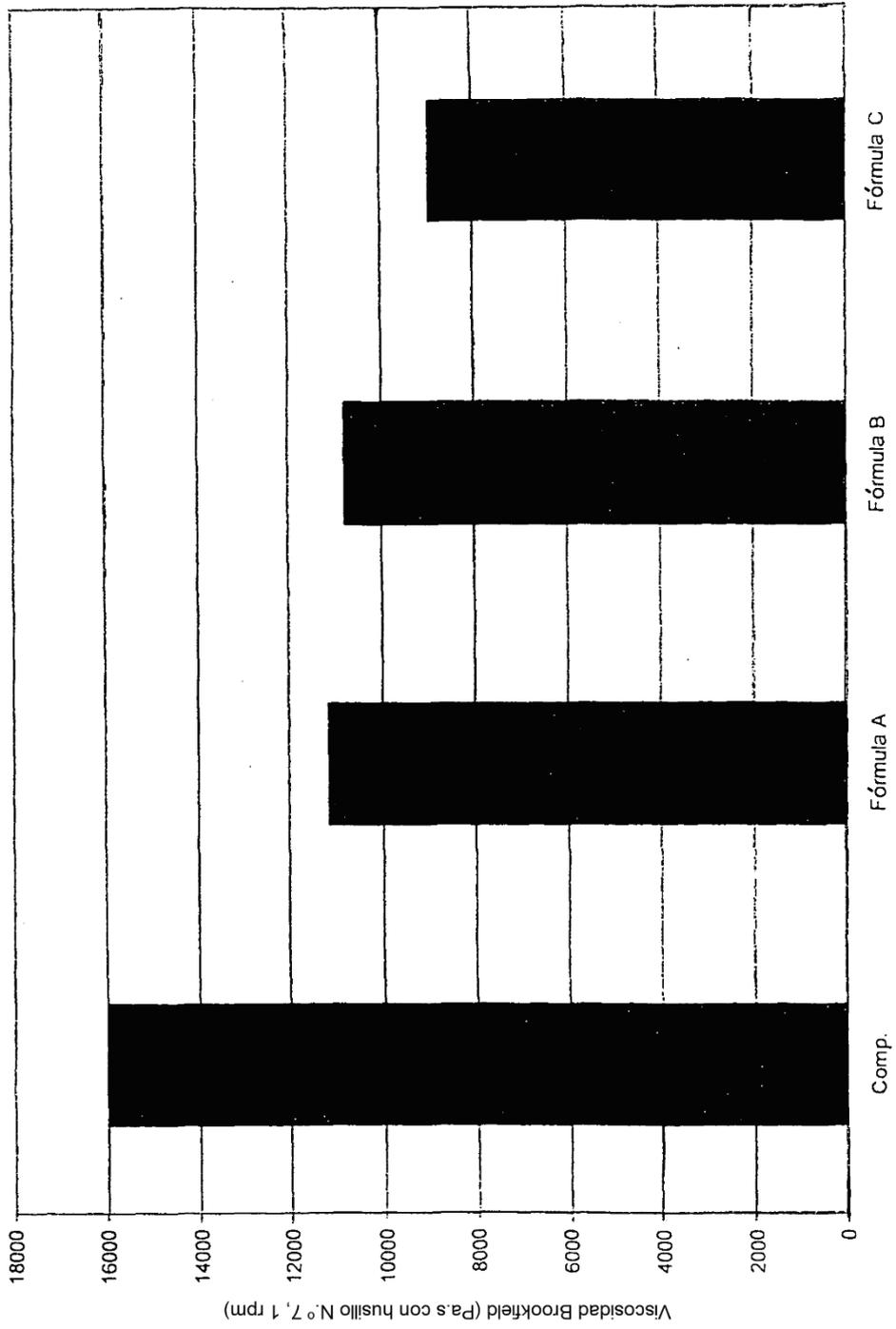


FIG. 2

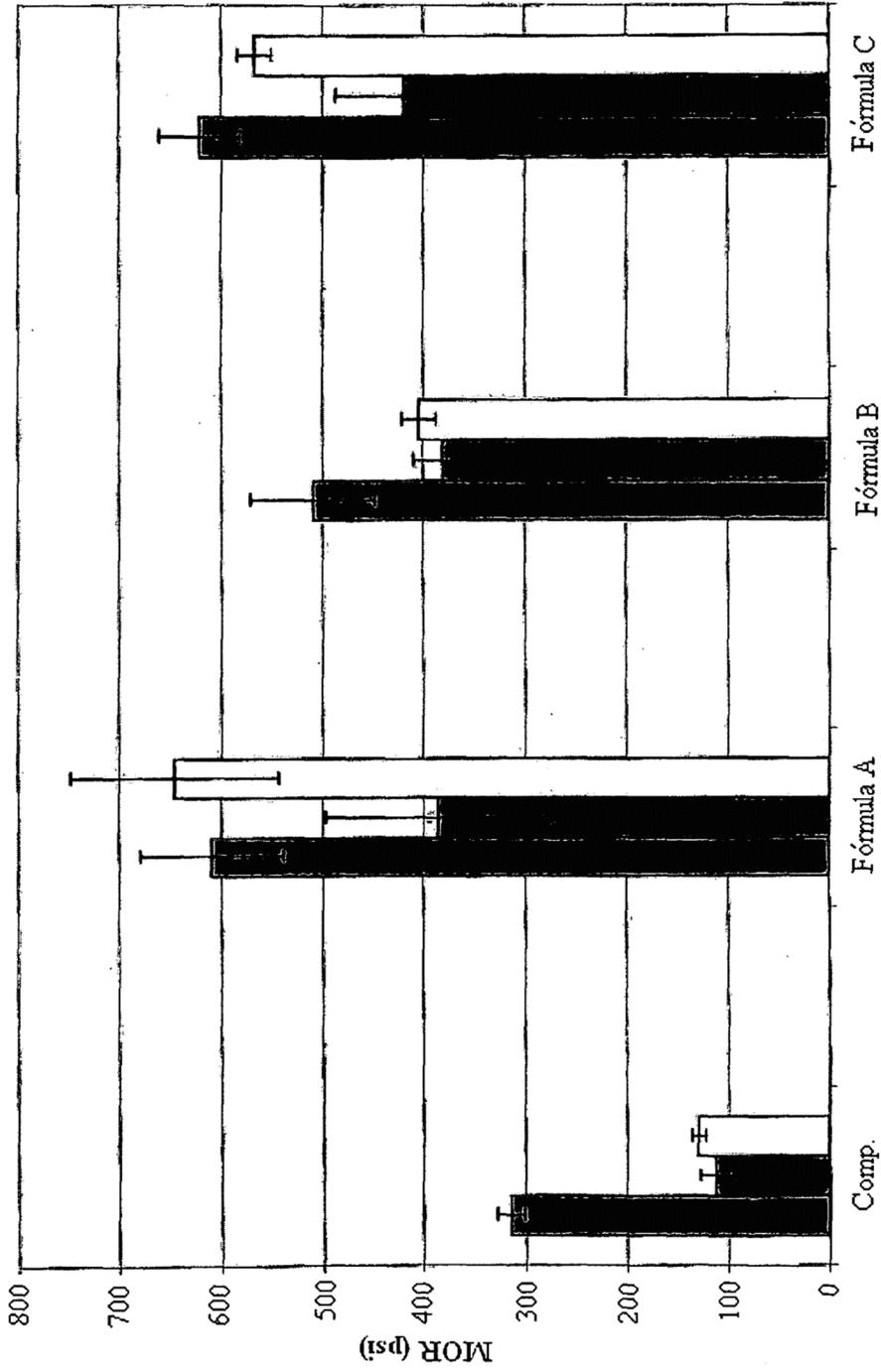


FIG. 3