(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
1. März 2007 (01.03.2007)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2007/022750 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:
C04B 38/02 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE2006/001394

(22) Internationales Anmeldedatum:
10. August 2006 (10.08.2006)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2005 039 774.3 23. August 2005 (23.08.2005) DE

(71) Anmelder *(für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US)*: **UNIVERSITÄT BREMEN** [DE/DE]; Bibliothekstrasse 1, 28359 Bremen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder *(nur für US)*: **LAVRENTYEVA, Oksana** [DE/DE]; Amelinghauser Str. 19a, 28329 Bremen (DE). **SOLTMANN, Christian** [DE/DE]; Huchtinger Heerstr. 47, 28259 Bremen (DE). **JESKE, Michael** [DE/DE]; Mühlenstr. 12, 26180 Rastede (DE). **GRATWOHL, Georg** [DE/DE]; Suhrfelderstr. 65a, 28207 Bremen (DE).

(74) Anwälte: **SCHOLZ, Volker** usw.; Boehmert & Boehmert, Hollerallee 32, 28209 Bremen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart)*: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart)*: ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

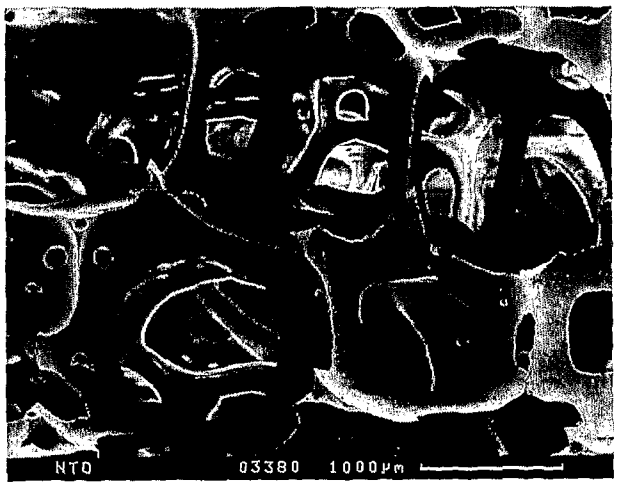
Veröffentlicht:

— *ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts*

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) **Title:** INORGANIC FOAM PRODUCING METHOD AND A FOAM PRODUCED ACCORDING SAID METHOD

(54) **Bezeichnung:** VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ANORGANISCHEN SCHÄUMEN, DANACH HERGESTELLTER SCHAUM



(57) Abstract: The invention relates to an inorganic foam producing method consisting i) in producing a substantially homogeneous suspension containing water, an inorganic powder and a stabiliser, ii) in adding a substantially non-water-miscible and substantially non-polar liquid and an emulsifier into said suspension, iii) in homogenising and emulsifying said mixture in such a way that an emulsion is obtainable, iv) in foaming the emulsion obtained at the stage iii) by evaporating the substantially non-polar liquid during drying in such a way that an inorganic foam body is obtainable and v) in sintering said inorganic foam body.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung anorganischer Schäume, umfassend die Schritte: i) Herstellen einer im wesentlichen homogenen Suspension umfassend Wasser, anorganisches Pulver und Stabilisator; ii) Zugeben einer mit Wasser im wesentlichen nicht mischbaren, im wesentlichen unpolaren Flüssigkeit und eines Emulgators zur Suspension; iii) Homogenisieren und Emulgieren, um eine Emulsion zu erhalten; iv) Schaumbildung der in Schritt (iii) erhaltenen Emulsion durch Verdampfung der im wesentlichen unpolaren Flüssigkeit während einer Trocknung, um einen anorganischen Schaumkörper zu erhalten; und v) Sintern des anorganischen Schaumkörpers.

WO 2007/022750 A2

Verfahren zur Herstellung von anorganischen Schäumen, danach hergestellter Schaum und Verwendung desselben

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung anorganischer Schäume, einen nach dem Verfahren hergestellten anorganischen Schaum sowie dessen Verwendung.

Anorganische Schäume an sich sind bereits bekannt. Sie werden nach vielfältigen Verfahren hergestellt. Aus der US 3,090,094 ist beispielsweise ein Verfahren bekannt, bei dem Polymerschäume mit einem anorganischen Schlicker getränkt und derart präpariert werden, daß eine Schicht definierter Dicke auf dem Polymerschaum verbleibt. Der Polymerschaum wird anschließend ausgebrannt und hinterlässt einen Hohlraum in den Stegen des anorganischen Schaums nach dem Sintern.

Um ein günstiges Gefüge der Stege oder Wände zu erzielen, sind eine Reihe von Verfahren zur direkten Schäumung von Keramikschlickern entwickelt worden. Die Schäumung kann dabei durch verschiedene Methoden realisiert werden, wobei am häufigsten mechanische Methoden, wie beispielsweise intensives Rühren mit turbulenten Strömungsverhältnissen oder Einblasen von Gasströmen, angewendet werden. Jedoch kommen auch Treibmittel zum Einsatz. Im aufgeschäumten Zustand wird der Keramikschlicker verfestigt, was wiederum über unterschiedliche Mechanismen zu realisieren ist. Dies kann beispielsweise durch die Gelierung von Monomeren analog dem Gel-Casting oder auch durch Denaturierung oder Vernetzung von Biomolekülen erfolgen.

Ein anderes Vorgehen ist das Einbringen von Porenbildnern in einen Grünkörper. Als Porenbildner kann eine feste zweite Phase dienen, die während der Sinterung entfernt wird. Neben ausbrennbaren Feststoffen können auch Flüssigkeiten als Platzhalter eingesetzt werden. Dieses Verfahren basiert auf der Erzeugung einer Emulsion aus einem fließfähigen anorganischen System und einer nicht mischbaren Komponente. Durch Verfestigung des anorganischen Systems wird die gebildete Struktur erhalten, siehe beispielsweise WO03/076109. Nach der Sinterung bilden

sich in der Regel geschlossenporige Körper, typischerweise mit Porositäten von > 40%, in Ausnahmefällen werden auch Porositäten von bis zu 70% erreicht.

Bei all den genannten Verfahren setzt der hohe Anteil der ausbrennbaren Platzhalter und/oder Binder eine sehr sorgfältige Verfahrenskontrolle voraus, um das Entweichen der Zersetzungsgase zu ermöglichen. Insbesondere weisen bekannte Verfahren die Nachteile einer aufwendigen Herstellung beispielsweise aufgrund der Verwendung von Polymeren als Platzhalter der entstehenden Schaumstruktur auf, erfordern den Einsatz teurer Bindern, erfordern das anschließende Ausbrennen der polymeren Platzhalter oder Binder, was zu einer längeren Verweildauer im Brennofen bei höheren Temperaturen führt. Ferner müssen entstehende Gase entsorgt oder gereinigt werden. Schließlich ist auch die Variation der erhaltenen Schaummorphologie eingeschränkt, und durch Schrumpfung des fertigen Schaumprodukts kann ein Volumenverlust auftreten.

Aus der DE 196 12 985 A1 ist ein Verfahren zur Herstellung von offenzelligen, anorganischen Sinterschaum-Produkten bekannt, wobei Schlickermaterial aus sinterfähigem anorganischen Pulver, einem dieses Schlickermaterial fließfähig machenden fluiden, verdampfbaren Material und einem Treibgas bildenden Material in einer Schäumungsstufe unter Freisetzung des Treibgases in ein geschäumtes Produkt umgewandelt wird. Dann wird die Fließfähigkeit des Schlickermaterials unter Ausbildung eines offenporigen Zwischenkörpers im wesentlichen beseitigt. Im Verfahren ebenfalls eingesetzte Binder werden entfernt und der erhaltene Grünschaumkörper schließlich gesintert.

Aus der DE 199 28 997 A1 ist ein Verfahren zum Schäumen von Metallen bekannt, wobei ein metallisches Ausgangsmaterial, das ein Treibmittel enthält, durch eine räumlich begrenzte Energiezufuhr erhitzt, auf eine Schäumtemperatur gebracht und zumindest teilweise zu Metallschaum aufgeschäumt wird.

Die DE 198 10 544 A1 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines metallischen, porösen Produkts, bei dem zunächst ein brennbarer poröser Schaum mit offenen Poren hergestellt wird,

eine Aufschlämmung aus einem Gemisch von skelettbildenden Metallteilchen und eigenschaftsmodifizierenden Teilchen auf den brennbaren, poröse Schaum aufgebracht wird und schließlich der brennbare, poröse Schaum verbrannt und das metallische Skelett gesintert wird.

Es ist eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur Herstellung anorganischer Schäume bereitzustellen, das die Nachteile des Stands der Technik überwindet, insbesondere auf die Verwendung polymerer Platzhalter, aufwendiger Aufschäumungsverfahren und einer Stabilisierung/Fixierung der Schaumstruktur durch Binder verzichten kann.

Es ist ebenfalls eine Aufgabe, einen nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten anorganischen Schaum bereitzustellen und dessen Verwendung zu ermöglichen.

Die Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung anorganischer Schäume, umfassend die Schritte:

(i) Herstellen einer im wesentlichen homogenen Suspension umfassend Wasser, anorganisches Pulver und Stabilisator;

(ii) Zugeben einer mit Wasser im wesentlichen nicht mischbaren, im wesentlichen unpolaren Flüssigkeit und eines Emulgators zur Suspension;

(iii) Homogenisieren und Emulgieren, um eine Emulsion zu erhalten;

(iv) Schaumbildung der in Schritt (iii) erhaltenen Emulsion durch Verdampfung der im wesentlichen unpolaren Flüssigkeit während einer Trocknung, um einen anorganischen Schaumkörper zu erhalten; und

(v) Sintern des anorganischen Schaumkörpers.

Desweiteren ist es bevorzugt, daß das anorganische Pulver Metallpulver, mineralisches Pulver, Keramikpulver, Metallcarbidpulver, Metallnitridpulver oder Mischungen derselben ist.

In einer Ausführungsform ist vorgesehen, daß die Teilchengröße des anorganischen Pulvers etwa 500 nm bis etwa 5 µm beträgt.

In einer weiteren Ausführungsform ist vorgesehen, daß der Stabilisator ein elektrosterischer oder elektrostatischer Stabilisator, vorzugsweise ein Polyelektrolyt, ist. Der Stabilisator ist selbstverständlich zu dem Zweck vorgesehen, eine Agglomeration der Pulverteilchen und ein Absinken der Agglomerate in der Suspension zu verhindern. Geeignete Stabilisatoren sind für einen Fachmann auf dem Gebiet ohne weiteres ersichtlich.

Desweiteren wird vorgeschlagen, daß die mit Wasser im wesentlichen nicht mischbare, im wesentlichen unpolare Flüssigkeit ein Alkan oder Alken, vorzugsweise ein Alkan, mit einem Siedepunkt von etwa 60°C bis etwa 200°C ist.

Eine bevorzugte Ausführungsform zeichnet sich dadurch aus, daß der Emulgator ausgewählt wird aus der Gruppe bestehend aus anionischen Tensiden, nicht-ionischen Tensiden, amphoterischen Tensiden oder Mischungen derselben.

Besonders bevorzugt wird während des Verfahrens kein Binder zugegeben wird.

In einer ebenfalls bevorzugten Ausführungsform ist vorgesehen, daß die Schritte (i)-(iv), insbesondere Schritt (iv), bei einer Temperatur im Bereich von etwa 10 bis etwa 40°C, bevorzugt etwa 15 bis etwa 25°C, durchgeführt werden.

Es ist weiter vorgesehen, daß die Schritte (i)-(iv), insbesondere Schritt (iv), bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von etwa 10 bis etwa 70% durchgeführt werden.

Auch wird vorgeschlagen, daß die Schritte (i)-(iv), insbesondere Schritt (iv), bei einem Druck von etwa 900 bis etwa 1200 hPa durchgeführt werden.

Weiter ist bevorzugt vorgesehen, daß Schritt (iv) für eine Dauer von etwa 20 Minuten bis etwa 3 Tagen durchgeführt wird.

Desweiteren ist vorgesehen, daß der anorganische Schaumkörper während der Schritte (i)-(iv) oder nach Schritt (v) funktionalisiert werden kann.

Ein Funktionsträger kann bereits in die Suspension eingebracht werden. Auch eine nachträgliche Beschichtung oder Infiltration der gesinterten Schäume ist möglich.

Dabei ist bevorzugt vorgesehen, daß der anorganische Schaumkörper mit katalytisch aktiven Substanzen funktionalisiert wird.

Besonders bevorzugt ist vorgesehen, daß

etwa 70 bis etwa 79 Gew.-% anorganisches Pulver;

etwa 0,3 bis etwa 0,6 Gew.-% Stabilisator;

etwa 18 bis etwa 25 Gew.-% Wasser;

etwa 0,6 bis etwa 5 Gew.-% Emulgator; und

etwa 0,8 bis etwa 3,3 Gew.-% im wesentlichen unpolare Flüssigkeit eingesetzt werden.

Desweiteren ist bevorzugt vorgesehen, daß während der Herstellung zusätzlich ausbrennbare, Poren bildende Substanzen, vorzugsweise Polymerfasern oder Graphit, zugegeben werden. Diese Substanzen fördern die Bildung einer definierten Porosität in den Stegen der Schaumstruktur.

Desweiteren ist bevorzugt vorgesehen, daß während der Herstellung zusätzlich anorganische, nicht ausbrennbare Fasern zugegeben werden.

Erfindungsgemäß ist auch ein anorganischer Schaum, der nach einem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt wird.

Dabei kann der Schaum offenzellig oder geschlossenzellig sein.

Erfindungsgemäß ist ferner die Verwendung des anorganischen Schaums als Trägermaterial, Isoliermaterial, Filtermaterial oder Leichtbaustrukturelement.

Überraschenderweise wurde festgestellt, daß das erfindungsgemäße Verfahren auf die Verwendung polymerer Platzhalter, aufwendiger Aufschäumungsverfahren und einer Stabilisierung/Fixierung der Schaumstruktur durch Binder verzichten kann. Damit entfällt auch die sonst benötigte aufwendige Temperaturführung zum Ausbrennen der polymeren Platzhalter und Binder. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren setzt die Schaumentstehung und das Schaumwachstum nach der Homogenisierung/Emulgierung selbsttätig während des Trocknungsschritts ein. An der Phasengrenzen der Emulsion aus wässriger Suspension und unpolarer Flüssigkeit zur umgebenden Atmosphäre kommt es einerseits durch die Verdunstung des Wassers während der Trocknung zu einem Anstieg der Viskosität des Schlickers und andererseits zu einer Expansion während der Verdampfung der unpolaren Flüssigkeit in der Emulsion. Die unpolare Flüssigkeit ist vom Emulgator eingehüllt und kann daher nicht ungehemmt in die Atmosphäre entweichen. Diese beiden Prozesse können mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten ablaufen und werden durch verschiedene Faktoren beeinflusst. Während durch unterschiedlichen Dampfdruck der unpolaren Flüssigkeit die Schaummorphologie einstellbar ist, ist beispielsweise durch eine variable Einstellung von Verfahrensparametern, wie Temperatur, relative Luftfeuchtigkeit und Druck, eine gezielte Einstellung der Porengröße möglich. Es lassen sich dabei sowohl Schäume mit Netzstruktur mit unterschiedlichen Zelldurchmessern als auch Strukturen mit gerichteten Kanälen herstellen. Auch die Bildung von Schäumen mit einer Gradientenstruktur ist möglich. Besonders vorteilhaft ist auch die Reinheit der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestell-

ten Schäume. Da keine Hilfsmaterialien, wie polymere Platzhalter oder Bindemittel, eingesetzt werden, sind die erhaltenen Schäume hochrein. Das erfindungsgemäße Verfahren kann bei Raumtemperatur durchgeführt werden und erfordert somit keine Spezialapparaturen. Ferner ist es zu bestehenden Anlagen kompatibel, so daß keine Neuinvestitionen erforderlich sind. Schließlich zeigt das erfindungsgemäße Verfahren eine gute Umweltfreundlichkeit, da keine giftigen Substanzen entstehen, die aufwendig entsorgt werden müssten.

Als anorganische Pulver können bevorzugt keramische oder metallische Pulver eingesetzt werden. Es lassen sich jedoch ebenfalls Kompositschäume aus keramischen und metallischen Pulvern herstellen. Durch Einbringung von ausbrennbaren Bestandteilen, wie Polymerfasern oder Graphit, kann auch die Porosität der Schaumstege beeinflusst werden.

Weitere Merkmale und Vorteile der vorliegenden Erfindung werden durch die folgende detaillierte Beschreibung von Beispielen unter Bezugnahme auf die beigefügten Zeichnungen beschrieben.

Dabei zeigt Fig. 1 eine Rasterelektronenmikroskopieaufnahme eines gemäß Beispiel 1 hergestellten Schaums;

Fig. 2 eine Rasterelektronenmikroskopieaufnahme eines gemäß Beispiel 2 hergestellten Schaums;

Fig. 3 eine Rasterelektronenmikroskopieaufnahme eines gemäß Beispiel 3 hergestellten Schaums;

Fig. 4 eine Rasterelektronenmikroskopieaufnahme eines gemäß Beispiel 4 hergestellten Schaums;

Fig. 5 eine Rasterelektronenmikroskopieaufnahme eines gemäß Beispiel 5 hergestellten Schaums; und

Fig. 6 eine Rasterelektronenmikroskopieaufnahme eines gemäß Beispiel 6 hergestellten Schaums.

Beispiel 1

73,1 Gew.-% Al_2O_3-Pulver (700 nm mittlere Teilchengröße), 0,6 Gew.-% Stabilisator (aliphatisches, carbonsäurehaltiges, alkalifreies, elektrosterisches Polyelektrolyt mit pH 9; Dolapix CE64, Zschimmer und Schwarz) und 23,9 Gew.-% Wasser wurden durch mechanisches Rühren dispergiert. Dann wurde Treibmittel (1,8 Gew.-% ml Oktan) und Emulgator (0,6 Gew.-% nicht ionisches Tensid Lutensol ON80, BASF) zugegeben und emulgiert. Nach Emulgierung wurde die erhaltene Emulsion in Petrischalen aus Kunststoff (Durchmesser 50 mm, Höhe 13 mm) gegossen. Bei einer anfänglichen Höhe der eingegossenen Emulsion von 4 mm wuchs der Schaum bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 20% und bei einer Temperatur von 20°C auf eine Höhe von 12 mm innerhalb von 6 Stunden. Anschließend wurde der Schaum gesintert (mit 2 K/min auf 1400 °C, 2 Stunden Haltezeit, Abkühlung mit 5 K/min). Nach dem Sintern betrug die Porosität des anorganischen Schaums 93,6%. Die Schaumstruktur des erhaltenen Schaums ist in Fig. 1 gezeigt.

Beispiel 2

72,7 Gew.-% Al_2O_3-Pulver (700 nm mittlere Teilchengröße), 0,6 Gew.-% Stabilisator (aliphatisches, carbonsäurehaltiges, alkalifreies, elektrosterisches Polyelektrolyt mit pH 9; Dolapix CE64, Zschimmer und Schwarz) und 23,8 Gew.-% Wasser wurden durch mechanisches Rühren dispergiert. Dann wurde Treibmittel (1,7 Gew.-% ml Hexan) und 1,2 Gew.-% Emulgator (Mischung verschiedener Tenside (5,5 Gew.-% Natriumlaurethsulfat, 2 Gew.-% Laureth-3, 1,6 Gew.-% Dinatriumlaurethsulfosuccinat, 1,5 Gew.-% Cocamidopropylbetain, 0,6 Gew.-% hydrolysiertes Kollagen, Wasser) zugegeben und emulgiert. Nach der Emulgierung wurde die Emulsion in Pe-

trischalen aus Kunststoff analog zu Beispiel 1 gegossen. Bei einer anfänglichen Höhe der eingegossenen Emulsion von 4 mm wuchs der Schaum bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 20% und einer Temperatur von 20°C auf eine Höhe von 15 mm innerhalb von 1,5 Stunden. Der erhaltene Schaumkörper wurde gesintert (mit 2 K/min auf 1400 °C, 2 Stunden Haltezeit, Abkühlung mit 5 K/min), und die Porosität des Schaums nach dem Sintern betrug 97,7%. Die entsprechende Schaumstruktur wird in Fig. 2 gezeigt.

Beispiel 3

72,6 Gew.-% Al_2O_3-Pulver (700 nm mittlere Teilchengröße), 0,6 Gew.-% Stabilisator (aliphatisches, carbonsäurehaltiges, alkalifreies, elektrosterisches Polyelektrolyt mit pH 9; Dolapix CE64, Zschimmer und Schwarz) und 23,8 Gew.-% Wasser wurden durch mechanisches Rühren dispergiert. Dann wurde Treibmittel (1,8 Gew.-% Oktan) und 1,2 Gew.-% Emulgator (Mischung verschiedener Tenside (5,5 Gew.-% Natriumlaurethsulfat, 2 Gew.-% Laureth-3, 1,6 Gew.-% Dinatriumlaurethsulfosuccinat, 1,5 Gew.-% Cocamidopropylbetain, 0,6 Gew.-% hydrolysiertes Kollagen, Wasser) zugegeben und emulgiert. Nach der Emulgierung wurde die Emulsion analog zu Beispiel 1 in Petrischalen gegossen. Bei einer anfänglichen Höhe der eingegossenen Emulsion von 4 mm wuchs der Schaum bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 20% und einer Temperatur von 20°C auf eine Höhe von 16,2 mm innerhalb von 6 Stunden. Der erhaltene Schaumkörper wurde gesintert (mit 2 K/min auf 1400 °C, 2 Stunden Haltezeit, Abkühlung mit 5 K/min), und die Porosität des erhaltenen Schaums nach dem Sintern betrug 94,7%. Die entsprechende Schaumstruktur wird in Fig. 3 gezeigt.

Beispiel 4

76,9 Gew.-% Aluminiumpulver (Mittlere Partikelgröße 2 µm), 0,5 Gew.-% Stabilisator (aliphatisches, carbonsäurehaltiges, alkalifreies, elektrosterisches Polyelektrolyt mit pH 9; Dolapix CE64, Zschimmer und Schwarz) und 19,1 Gew.-% Wasser wurden durch mechanisches Rühren dispergiert. Dann wurde Treibmittel (1,5 Gew.-% Dekan) und 2 Gew.-% Emulgator (Mischung verschiedener Tenside (5,5 Gew.-% Natriumlaurethsulfat, 2 Gew.-% Laureth-3, 1,6 Gew.-% Dina-

triumlaurethsulfosuccinat, 1,5 Gew.-% Cocamidopropylbetain, 0,6 Gew.-% hydrolysiertes Kollagen, Wasser) zugegeben und emulgiert. Nach der Emulgierung wurde die Emulsion analog zu Beispiel 1 in Petrischalen gegossen. Bei einer anfänglichen Höhe der eingegossenen Emulsion von 4 mm wuchs der Schaum bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 45% und einer Temperatur von 20°C auf eine Höhe von 5 mm innerhalb von 3 Tagen. Der erhaltene Schaumkörper wurde gesintert (5 K/min auf 600 °C, Haltezeit 2 Stunden, Abkühlen mit 5 K/min, unter Argon-Atmosphäre) und die Porosität des erhaltenen Schaums nach dem Sintern betrug 53%. Die entsprechende Schaumstruktur wird in Fig. 4 gezeigt.

Beispiel 5

78,3 Gew.-% Aluminiumpulver (Mittlere Partikelgröße 2 µm), 0,5 Gew.-% Stabilisator (aliphatisches, carbonsäurehaltiges, alkalifreies, elektrosterisches Polyelektrolyt mit pH 9; Dolapix CE64, Zschimmer und Schwarz) und 18,8 Gew.-% Wasser wurden durch mechanisches Rühren dispergiert. Dann wurde Treibmittel (1,4 Gew.-% Heptan) und 1 Gew.-% Emulgator (Mischung verschiedener Tenside (5,5 Gew.-% Natriumlaurethsulfat, 2 Gew.-% Laureth-3, 1,6 Gew.-% Dinatriumlaurethsulfosuccinat, 1,5 Gew.-% Cocamidopropylbetain, 0,6 Gew.-% hydrolysiertes Kollagen, Wasser) zugegeben und emulgiert. Nach der Emulgierung wurde die Emulsion analog zu Beispiel 1 in Petrischalen gegossen. Bei einer anfänglichen Höhe der eingegossenen Emulsion von 4 mm wuchs der Schaum bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 20% und einer Temperatur von 20°C auf eine Höhe von 25 mm innerhalb von 2,5 Stunden. Der erhaltene Schaumkörper wurde gesintert (5 K/min auf 650 °C, Haltezeit 2 Stunden, Abkühlen mit 5 K/min, unter Wasserstoff-Atmosphäre) und die Porosität des erhaltenen Schaums nach dem Sintern betrug 95%. Die entsprechende Schaumstruktur wird in Fig. 5 gezeigt.

Beispiel 6

71,7 Gew.-% Al_2O_3 (Mittlere Partikelgröße 700 nm), 0,6 Gew.-% Stabilisator (aliphatisches, carbonsäurehaltiges, alkalifreies, elektrosterisches Polyelektrolyt mit pH 9; Dolapix CE64, Zschimmer und Schwarz) und 23,4 Gew.-% Wasser wurden durch mechanisches Rühren disper-

giert. In die Suspension wurde 1,4 Gew.-% Al/Mg 5 Pulver eingerührt (Mittlere Partikelgröße 25 µm). Dann wurde Treibmittel (1,7 Gew.-% Heptan) und 1,2 Gew.-% Emulgator (Mischung verschiedener Tenside (5,5 Gew.-% Natriumlaurethsulfat, 2 Gew.-% Laureth-3, 1,6 Gew.-% Dinatriumlaurethsulfosuccinat, 1,5 Gew.-% Cocamidopropylbetain, 0,6 Gew.-% hydrolysiertes Kollagen, Wasser) zugegeben und emulgiert. Nach der Emulgierung wurde die Emulsion analog zu Beispiel 1 in Petrischalen gegossen. Bei einer anfänglichen Höhe der eingegossenen Emulsion von 4 mm wuchs der Schaum bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 58% und einer Temperatur von 20°C auf eine Höhe von 33 mm innerhalb von 2 Stunden. Der erhaltene Schaumkörper wurde gesintert (3 K/min auf 1500 °C, Haltezeit 2 Stunden, Abkühlen mit 5 K/min) und die Porosität des erhaltenen Schaums nach dem Sintern betrug 98%. Die entsprechende Schaumstruktur wird in Fig. 6 gezeigt.

Die gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten anorganischen Schäume können vielfältige Anwendung in der Technik finden, da sowohl offenzellige als auch geschlossenzellige Schäume hergestellt werden können. Während Schäume mit geschlossener Porenstruktur zur thermischen und akustischen Isolierung sowie für Leichtbaustrukturelemente eingesetzt werden können, eignen sich offenzellige Schaumstrukturen besonders als Trägermaterialien für chemische und biologische Katalysatoren sowie zum Einsatz als Filtermaterial und Adsorber. Eingesetzt werden können erfindungsgemäße Schäume auch als Knochenimplantate.

Die in der Beschreibung, den Ansprüchen und den beigefügten Zeichnungen offenbarten Merkmale können sowohl einzeln als auch in einer beliebigen Kombination zur Verwirklichung der Erfindung in ihren unterschiedlichen Ausführungsformen wesentlich sein.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung anorganischer Schäume, umfassend die Schritte:

   (i) Herstellen einer im wesentlichen homogenen Suspension umfassend Wasser, anorganisches Pulver und Stabilisator;

   (ii) Zugeben einer mit Wasser im wesentlichen nicht mischbaren, im wesentlichen unpolaren Flüssigkeit und eines Emulgators zur Suspension;

   (iii) Homogenisieren und Emulgieren, um eine Emulsion zu erhalten;

   (iv) Schaumbildung der in Schritt (iii) erhaltenen Emulsion durch Verdampfung der im wesentlichen unpolaren Flüssigkeit während einer Trocknung, um einen anorganischen Schaumkörper zu erhalten; und

   (v) Sintern des anorganischen Schaumkörpers.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das anorganische Pulver Metallpulver, mineralisches Pulver, Keramikpulver, Metallcarbidpulver, Metallnitridpulver oder Mischungen derselben ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Teilchengröße des anorganischen Pulvers etwa 500 nm bis etwa 5 μm beträgt.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Stabilisator ein elektrosterischer oder elektrostatischer Stabilisator, vorzugsweise ein Polyelektrolyt, ist.

5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die mit Wasser im wesentlichen nicht mischbare, im wesentlichen unpolare Flüssigkeit ein Alkan oder Alken, vorzugsweise ein Alkan, mit einem Siedepunkt von etwa 60°C bis etwa 200°C ist.

6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Emulgator ausgewählt wird aus der Gruppe bestehend aus anionischen Tensiden, nichtionischen Tensiden, amphoterischen Tensiden oder Mischungen derselben.

7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß während des Verfahrens kein Binder zugegeben wird.

8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schritte (i)-(iv), insbesondere Schritt (iv), bei einer Temperatur im Bereich von etwa 10 bis etwa 40°C, bevorzugt bei etwa 15 bis etwa 25°C, durchgeführt werden.

9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schritte (i)-(iv), insbesondere Schritt (iv), bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von etwa 10 bis etwa 70% durchgeführt werden.

10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schritte (i)-(iv), insbesondere Schritt (iv) bei einem Druck von etwa 900 bis etwa 1200 hPa durchgeführt wird.

11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß Schritt (iv) für eine Dauer von etwa 20 Minuten bis etwa 3 Tagen durchgeführt wird.

12. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der anorganische Schaumkörper während der Schritte (i)-(iv) oder nach Schritt (v) funktionalisiert wird.

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß der anorganische Schaumkörper mit katalytisch aktiven Substanzen funktionalisiert wird.

14. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß

etwa 70 bis etwa 79 Gew.-% anorganisches Pulver;

etwa 0,3 bis etwa 0,6 Gew.-% Stabilisator;

etwa 18 bis etwa 25 Gew.-% Wasser;

etwa 0,6 bis etwa 5 Gew.-% Emulgator; und

etwa 0,8 bis etwa 3,3 Gew.-% im wesentlichen unpolare Flüssigkeit eingesetzt werden.

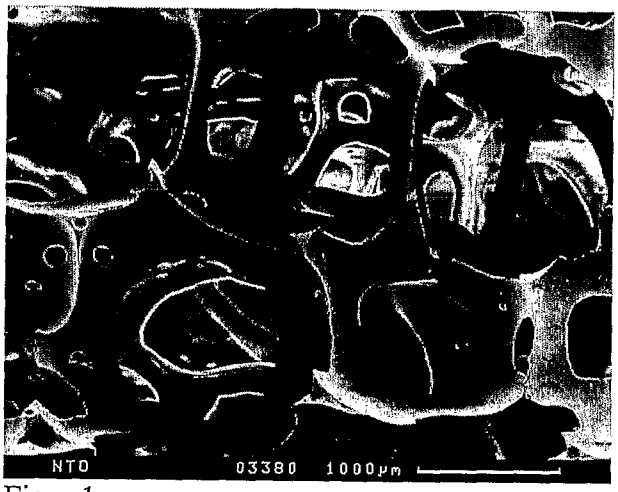
15. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß während der Herstellung zusätzlich ausbrennbare, Poren bildende Substanzen, vorzugsweise Polymerfasern oder Graphit, zugegeben werden.

16. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß während der Herstellung zusätzlich anorganische, nicht ausbrennbare Fasern zugegeben werden.

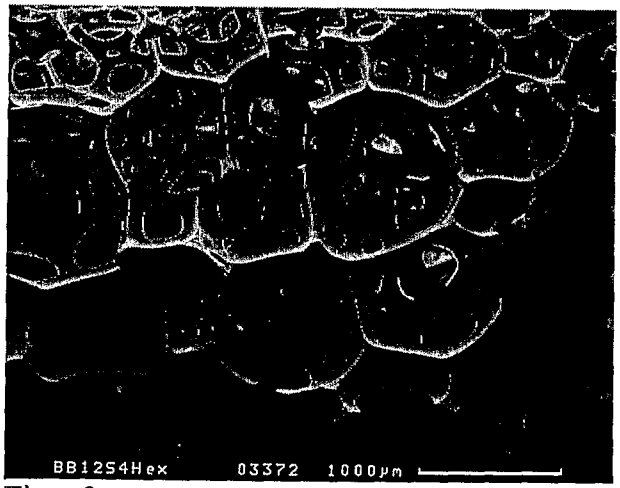
17. Anorganischer Schaum, hergestellt nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 16.

18. Anorganischer Schaum nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß der Schaum offenzellig oder geschlossenzellig ist.

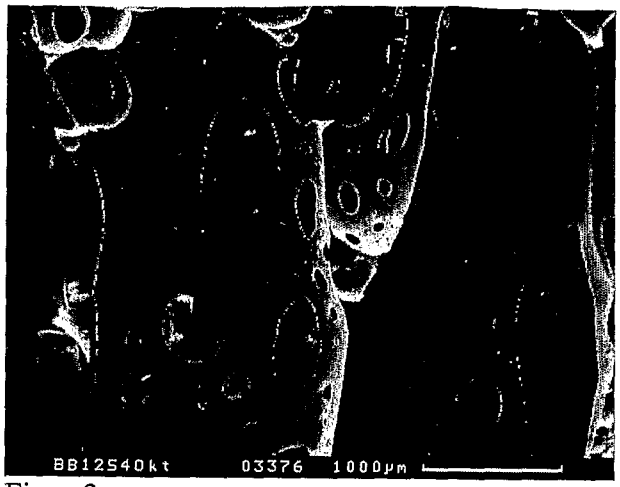
19. Verwendung des anorganischen Schaums nach Anspruch 17 oder 18 als Trägermaterial, Isoliermaterial, Filtermaterial oder Leichtbaustrukturelement.



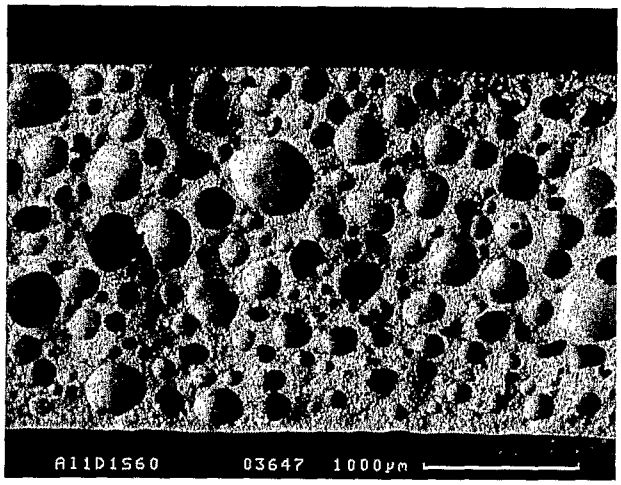
Figur 1



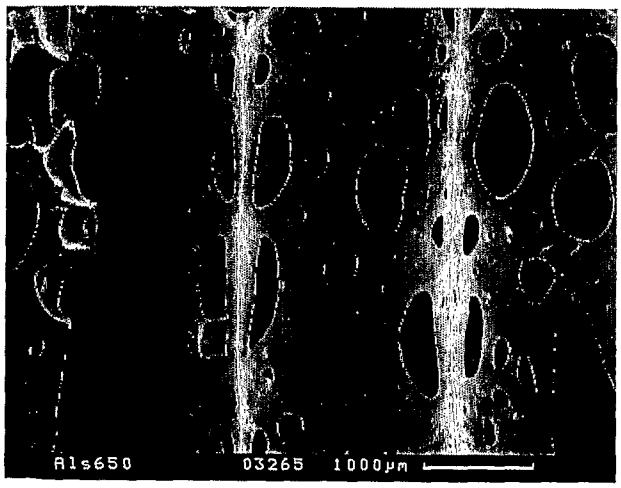
Figur 2



Figur 3



Figur 4



Figur 5

Figur 6