



*Ministero delle Imprese e del Made in Italy*  
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETÀ INDUSTRIALE  
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHE

# UIBM

<b>DOMANDA DI INVENZIONE NUMERO</b>	<b>102022000012338</b>
<b>Data Deposito</b>	<b>10/06/2022</b>
<b>Data Pubblicazione</b>	<b>10/12/2023</b>

Classifiche IPC

Titolo

**METODO PER LA PREPARAZIONE DI MATERIALI D'ATTRITO, IN PARTICOLARE PER LA FABBRICAZIONE DI PASTIGLIE FRENO E PASTIGLIA FRENO ASSOCIATA**

DESCRIZIONE

del brevetto per invenzione industriale dal titolo:

"METODO PER LA PREPARAZIONE DI MATERIALI D'ATTRITO, IN  
PARTICOLARE PER LA FABBRICAZIONE DI PASTIGLIE FRENO E  
5 PASTIGLIA FRENO ASSOCIATA"

di ITT ITALIA S.R.L.

di nazionalità italiana

con sede: CORSO EUROPA 41/43

20020 LAINATE (MI)

10 Inventori: SIN XICOLA Agustin, VANNUCCI Francesco, DE  
DOMINICIS Sandro, COLOMBO Paolo, CONTE Alberto, DOS SANTOS  
INCHAUSPE Useche

\* \* \*

Campo tecnico

15 La presente invenzione si riferisce a un metodo per la  
preparazione di un materiale di attrito, specificamente per  
la fabbricazione di pastiglie dei freni. L'invenzione si  
riferisce anche a un materiale di attrito associato e a una  
pastiglia del freno fabbricata usando il materiale di  
20 attrito realizzato con tale metodo.

Il materiale di attrito dell'invenzione è destinato  
specificamente alla fabbricazione di strati/blocchi di  
attrito privi di amianto per elementi di attrito come gli  
elementi frenanti, vale a dire pastiglie o ganasce dei freni  
25 per un veicolo, e/o dischi di attrito, aventi prestazioni

simili o migliori rispetto a quelle appartenenti alle classi NAO ("Non-Asbestos Organic friction material" - "materiale di attrito organico privo di amianto"), "a basso tenore di acciaio" e "semi-metalliche" dei materiali di attrito.

5           Contesto tecnico

La domanda pubblicata EP3128201 a nome dello stesso Richiedente, il cui intero contenuto è incorporato nella presente per riferimento nelle sue parti necessarie, illustra un metodo per ottenere un legante per pastiglie  
10 dei freni, costituito per almeno il 90% da un geopolimero, nonché un materiale di attrito associato e pastiglie dei freni.

In EP3128201 il legante viene ottenuto mediante macinazione a secco di fiocchi di soda caustica e successiva  
15 miscelazione a secco della polvere di soda con caolino. Questa procedura, pur essendo chimicamente efficiente, comporta una serie non insignificante di rischi di sicurezza potenziali per gli operatori. In particolare la macinazione a secco della soda caustica è un processo ad alto rischio e  
20 può produrre polveri di idrossido di sodio molto fini e volatili, altamente caustiche e irritanti, che potrebbero essere inalate accidentalmente dagli operatori quando la rettificatrice viene aperta per scaricare il prodotto, per esempio, o durante la pulizia della macchina. Inoltre  
25 durante la macinazione, o successivamente ad essa, le

polveri di soda possono assorbire una quantità significativa e non controllata di umidità dall'ambiente. Questa umidità residua non controllata viene trattenuta dalla soda nelle miscele successive con caolino e se troppo alta può essere  
5 rilasciata sotto forma di vapore durante lo stampaggio a caldo delle pastiglie dei freni, portando a gravi problemi di produzione con gli strati/blocchi di materiale di attrito finito, i quali tendono a squamarsi e screpolarsi.

Al fine di superare questo problema, EP3841311 ancora  
10 a nome dello stesso Richiedente, il cui intero contenuto è anch'esso incorporato nella presente per riferimento nelle sue parti necessarie, illustra un processo analogo, ma lavorando con metacaolino anziché caolino e con una soluzione acquosa di silicato di sodio con un minimo di  
15 idrossido di sodio, che può in ogni caso essere usato come un reagente.

Secondo EP3841311 altre fonti di silicati di alluminio possono essere usate in aggiunta al metacaolino, come caolino o cenere volante. Tuttavia il caolino ha tempi di  
20 reazione lunghi, mentre un aspetto negativo della cenere volante è il fatto che i fornitori non forniscono una composizione invariabile nel tempo. Di conseguenza si preferisce il metacaolino.

Sempre secondo EP3841311 possono essere usate altre  
25 materie prime, per esempio una fonte generica di silice,

come il quarzo o la silice colloidale dissolta in una soluzione basica di idrossido di sodio o potassio, in condizioni idonee.

In ogni caso EP3841311 insegna un processo in cui una  
5 malta umida, prodotta aggiungendo la soluzione  
summenzionata di silicato alcalino al metacaolino mediante  
miscelazione meccanica, viene essiccata successivamente  
attraverso un processo di essiccazione a pressione  
atmosferica, che può anche essere condizionato, fino a  
10 raggiungere lo stato di vuoto (vale a dire, valori uguali o  
superiori a 0,018 mBar), con temperature comprese tra 20° e  
300 °C. Normalmente l'essiccazione viene effettuata  
mediante pressione atmosferica a una temperatura compresa  
tra 80° e 200 °C, per ottenere un prodotto essiccato sotto  
15 forma di nastro avente una perdita di peso compresa tra il  
5% e il 40% rispetto al peso originale e un'umidità residua  
correlata inferiore al 30% in peso finale. Questo prodotto  
in seguito viene macinato fino a dimensioni inferiori o  
uguali a 800 micron, preferibilmente inferiori a 400 micron,  
20 e il materiale in polvere risultante viene usato come  
legante per la produzione di miscela/composizioni per  
pastiglie dei freni simili a quelle illustrate in EP3128201.

Prove successive effettuate dal personale tecnico del  
Richiedente, sia nei laboratori sia tramite valutazione su  
25 strada su veicoli reali, hanno dimostrato ora che il

contenuto di umidità residuo nella polvere di geopolimero  
utilizzata come legante della materia prima nelle  
composizioni di attrito deve essere regolato con estrema  
precisione, vale a dire che non è sufficiente che l'umidità  
5 residua sia di un valore inferiore al 30%p (in peso), ma  
deve rimanere entro intervalli prefissati, che si sono  
rivelati estremamente difficili da soddisfare operando con  
il processo di EP3841311, il che eventualmente può causare  
nella produzione una discreta quantità di materiale di  
10 scarto che, inoltre, non può essere riciclato, con una  
perdita economica ed energetica netta.

#### Sommario dell'invenzione

Lo scopo dell'invenzione è fornire un metodo per la  
fabbricazione di strati/blocchi di attrito per elementi di  
15 attrito come gli elementi frenanti, ad esempio, le pastiglie  
o le ganasce dei freni per veicoli, e per la preparazione  
del materiale di attrito correlato e di un rispettivo  
legante inorganico che siano privi dei problemi suddetti  
dei metodi sia di EP3128201 sia di EP3841311 e che pertanto  
20 facilitino l'ottenimento di materiali di attrito e delle  
pastiglie dei freni associate resistenti al calore generato  
durante la frenata, realizzando contemporaneamente  
prestazioni di frenata soddisfacenti, caratteristiche  
tribologiche ottimali e facilità di fabbricazione.

25 È anche uno scopo dell'invenzione fornire un metodo di

fabbricazione che consenta un facile riciclo e recupero dei geopolimeri prodotti accidentalmente con uno standard non soddisfacente.

L'invenzione si riferisce pertanto a un metodo per  
5 produrre strati/blocchi di attrito per elementi di attrito come gli elementi frenanti, per esempio, le pastiglie o le ganasce dei freni per veicoli, come definito nelle rivendicazioni allegate.

L'invenzione si riferisce anche a un legante associato,  
10 nonché a un materiale di attrito contenente tale legante e a un elemento di attrito associato, in particolare le pastiglie o le ganasce dei freni, che possiedono uno strato o un blocco di attrito prodotto con il metodo dell'invenzione.

15 In particolare il materiale di attrito secondo il metodo dell'invenzione include come suoi materiali componenti: fibre inorganiche e/o organiche e/o metalliche; un legante costituito quasi interamente o esclusivamente da un geopolimero o da una miscela di geopolimeri; almeno un  
20 modificatore di attrito o un lubrificante, per esempio, includendo zolfi e/o un materiale o un nanomateriale carbonico; e almeno un riempitivo o abrasivo inorganico o metallico, in cui, tuttavia, il lavoro abrasivo principale nel materiale di attrito dell'invenzione è realizzato  
25 mediante la matrice geopolimerica delle pastiglie generata

dal legante.

D'ora in poi "legante quasi interamente costituito da un geopolimero" si riferisce a un legante per elementi di attrito in cui un geopolimero o una composizione o miscela  
5 di geopolimeri costituisce almeno il 90% in peso della quantità totale del legante presente.

Il legante geopolimerico è presente, di preferenza ma non necessariamente, nella composizione di materiale di attrito secondo l'invenzione in una quantità pari o  
10 superiore al 5% in peso o ancor più preferibilmente compresa tra il 20% e il 60% in peso, calcolata sul volume totale della miscela/composizione di attrito. Infatti gli esperimenti hanno dimostrato che con una quantità troppo piccola di legante inorganico, a seconda del tipo di  
15 geopolimero usato come legante e della natura degli altri materiali usati nella composizione, non possono essere raggiunte le caratteristiche meccaniche necessarie per il suo uso come materiale di attrito.

Pertanto il materiale di attrito secondo il metodo  
20 dell'invenzione è quasi completamente o totalmente privo di leganti organici (che possono essere presenti al massimo in una quantità pari o inferiore al 10% in peso) e per questo motivo non può essere soggetto a degradazione termica attraverso l'ossidazione a temperature elevate, per  
25 esempio, superiori a 300 °C e fino a oltre 600 °C.

Il legante geopolimerico prodotto secondo il metodo dell'invenzione e usato nel materiale di attrito secondo l'invenzione come legante singolo e principale e, quindi, prevalente (vale a dire, costituente almeno il 90% del totale del legante presente), in assenza completa o quasi completa dei leganti organici tradizionali, è ottenuto attraverso una reazione chimica a partire da precursori inorganici come  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , e specificatamente utilizzando silicato di sodio (e/o di potassio) commerciale, ad esempio della società "PQ Corporation - Olanda", eventualmente con l'aggiunta di una piccola quantità di idrossido di sodio o di potassio (funziona in ogni caso anche in assenza quasi completa di idrossido) e di metacaolino commerciale, per esempio, metacaolino ottenuto attraverso la calcinazione ad alta temperatura del caolino dalla società "Imerys Refractory Minerals - Argical-M 1200S", metacaolino contenente, in peso, circa il 55% di  $\text{SiO}_2$  and 39% di  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , più impurità di  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$  e  $\text{MgO}$ , che generalmente si presume abbia la formula chimica generale seguente:



Il legante geopolimerico inorganico secondo l'invenzione può essere preparato in forma premiscelata e in seguito unito come tale a tutti gli altri materiali componenti della miscela di materiale di attrito,

preferibilmente in un miscelatore Loedige o in uno qualsiasi degli altri miscelatori usati comunemente per i materiali di attrito, per esempio, il miscelatore Eirich. Il composto non finito così ottenuto subisce in seguito a un processo di stampaggio per produrre l'elemento di attrito desiderato, per esempio, pastiglie o blocchi dei freni.

Secondo una forma di realizzazione preferita dell'invenzione, tuttavia, esso viene al contrario preparato durante la fase di miscelazione dell'intera composizione di attrito, per dare luogo direttamente al composto di attrito grezzo da stampare successivamente in un blocco di materiale di attrito avente le proprietà desiderate.

#### Sintesi del legante geopolimerico

Analogamente al metodo di EP3841311 il legante geopolimerico da usare nelle composizioni di attrito per gli elementi frenanti è preparato a partire da metacaolino che viene realizzato in modo che reagisca con una soluzione acquosa di soda caustica e/o potassa, con l'aggiunta alla soluzione caustica di disilicato di sodio, portando alla formazione di un geopolimero amorfo, che può essere convertito, se necessario, in una forma almeno parzialmente cristallina solo attraverso un trattamento termico ulteriore.

La descrizione seguente farà riferimento soltanto ai

composti di sodio senza perdere per questo motivo di generalità, poiché al tecnico del ramo è evidente che la stessa tecnica può essere usata anche con riferimento ai composti di potassio.

5 Una soluzione di silicato di sodio acquoso basica viene formata prima (per esempio mediante aggiunta di soda caustica), dissolvendo qualsiasi forma di silicato di sodio in acqua, con la possibile aggiunta di pellet di soda commerciali. Il metacaolino quindi viene aggiunto a questa  
10 soluzione acquosa basica, tutto in una volta o gradualmente durante la miscelazione, o, viceversa, la soluzione basica di soda e silicato viene aggiunta gradualmente alla polvere di metacaolino, fino a quando non si ottiene una pasta omogenea con un rapporto relativamente alto di  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  
15 mantenuto nell'intervallo tra 3 e 10, vale a dire avente "x" come rapporto molare  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , il rapporto valido deve essere:

$$3 < x < 10$$

Questa pasta umida, simile a un impasto semiliquido,  
20 viene prelevata dal miscelatore e subisce una fase di formatura ed essiccazione in qualsiasi regime atmosferico (quindi anche sotto vuoto) in qualsiasi regime di temperatura fino a 300 °C, usando un sistema di formatura ed essiccazione appropriato, preferibilmente un dispositivo  
25 di colata a nastro, come quello mostrato (solo

schematicamente) nella domanda di brevetto italiana pubblicata n. 102020000015202.

Come già illustrato in questa domanda di brevetto italiana pubblicata, la miscelazione della soluzione di silicato e del metacaolino può includere una miscelazione a una velocità compresa tra circa 500 giri/min e circa 1000 giri/min e per un tempo compreso tra circa 1 minuto e circa 20 minuti.

La miscelazione della soluzione di silicato e del metacaolino può essere effettuata a una temperatura compresa tra circa 20 °C e circa 40 °C.

In seguito la pasta umida/malta/impasto semiliquido così ottenuta ed uscente dal miscelatore viene spalmata su un supporto per formare uno strato di spessore omogeneo e sottoposta a un trattamento termico in cui viene essiccata per ottenere un nastro realizzato in un materiale geopolimerico essiccato/semi-essiccato.

Secondo IT102020000015202 il nastro essiccato può avere un contenuto di umidità di qualsiasi valore compreso tra 0%p e 20%p e uno spessore compreso tra circa 0,1 mm e circa 2 mm.

Il supporto può essere costituito da carta, una pellicola di plastica o un foglio di acciaio. Ad esempio, il supporto può essere costituito da carta Sappi® o da una pellicola Coveme®.

Più in generale, secondo la presente invenzione, il supporto, per esempio sotto forma di trasportatore a cinghia continuo, può essere realizzato in un materiale specifico non sensibile all'atmosfera di base, idoneo per paste/malte neutre o alcaline, per esempio Mylar o altri tipi di materiali idonei per paste/malte neutre/alcaline. Durante la formazione (in questo caso è anche idoneo applicare alla pasta una sollecitazione meccanica con sollecitazione di taglio elevata) e l'essiccazione della pasta per formare un nastro si verifica la reazione di geopolimerizzazione, in cui il metacaolino viene dissolto nella soluzione alcalina di silicato di sodio. Gli oligomeri formati in seguito si condensano insieme per creare la rete di geopolimeri 3D.

La fase di essiccazione viene effettuata preferibilmente in un forno a temperatura controllata (forno a fase singola o multifase), in cui il forno a temperatura controllata può avere un profilo di temperatura adattato per mezzo di un dispositivo di controllo. La fase di essiccazione può essere effettuata in modo discontinuo o continuo. Quando eseguita in modo continuo, un forno/fornace a tunnel può essere usato attraversato dallo strato di pasta umida spalmato sul supporto.

Secondo una prima caratteristica principale dell'invenzione e diversamente da quanto insegnato in IT102020000015202, invece di cercare di essiccare la pasta

umida in modo controllato per raggiungere qualsiasi contenuto di umidità desiderato già all'uscita dal forno, il trattamento di essiccazione, preferibilmente condotto a una temperatura tra 100 e 250 °C, viene effettuato per  
5 ottenere un residuo aggregato completamente essiccato o quasi completamente essiccato, costituito da un geopolimero amorfo avente un contenuto di umidità nullo o molto basso, uguale a zero o comunque inferiore a un contenuto di umidità finale desiderato.

10 In seguito, in conformità con una seconda caratteristica principale dell'invenzione da considerare in combinazione con la prima caratteristica di cui sopra, questo geopolimero completamente essiccato o quasi  
completamente essiccato viene bagnato nuovamente in un  
15 miscelatore idoneo al fine di raggiungere il contenuto di umidità desiderato.

Tale contenuto di umidità desiderato, secondo un ulteriore aspetto dell'invenzione, deve essere compreso all'interno di intervalli molto stretti e precisi. In  
20 particolare il contenuto di umidità finale del legante geopolimerico dell'invenzione deve essere compreso tra il 4%p e il 16%p del peso totale del geopolimero.

È stato dimostrato sperimentalmente, infatti, che solo all'interno di tale intervallo specifico e limitato di  
25 umidità del geopolimero amorfo è possibile ottenere un

materiale di attrito che è facilmente modellabile in blocchi di resistenza e resilienza sufficienti e, allo stesso tempo, dare origine a blocchi/strati sostanzialmente privi di crepe o difetti e aventi le prestazioni frenanti necessarie.

5           Pertanto, poiché il contenuto di umidità ammesso per il geopolimero in corrispondenza della fase di miscelazione (vale a dire, nella fase in cui viene ottenuta la miscela/composizione completa del materiale di attrito), secondo la presente invenzione, è compreso tra il 4%p e il  
10 16%p, l'espressione "aggregato completamente essiccato o quasi completamente essiccato" indica un aggregato di geopolimeri che esce dallo stadio/fase di essiccazione con un contenuto di umidità pari a circa zero o comunque al di sotto di un valore incluso nell'intervallo di cui sopra di  
15 4-16%p a seconda del contenuto di umidità finale desiderato, in modo tale che sia possibile bagnare nuovamente il geopolimero fino al contenuto di umidità desiderato aggiungendovi, direttamente o indirettamente, una notevole quantità di acqua. Per "sostanziale" è da intendersi, qui e  
20 di seguito, una quantità finale di acqua/umidità aggiunta dell'ordine di "n" %p (in cui "n" può essere, per esempio, compreso tra circa 1 e circa 16).

          Secondo l'invenzione l'aggregato essiccato/quasi essiccato a forma di nastro che esce dal forno e formato  
25 mediante un geopolimero amorfo viene macinato e ridotto in

polvere, usando qualsiasi sistema di macinazione idoneo, preferibilmente una rettificatrice a sfere o mulino a giara o un mulino a martello, fino a ottenere una granulometria inferiore a 600 micron, preferibilmente inferiore a 400  
5 micron.

In seguito, secondo l'invenzione, la polvere così ottenuta, indipendentemente dal suo contenuto di umidità, viene bagnata nuovamente al fine di raggiungere il livello di umidità desiderato all'interno dell'intervallo di cui  
10 sopra del 4%p - 16%p.

Secondo forme di realizzazione differenti dell'invenzione il processo di riumidificazione può essere effettuato prima della fase di miscelazione finale per ottenere il materiale di attrito desiderato, in cui la  
15 polvere geopolimerica viene miscelata insieme agli altri materiali componenti del materiale di attrito da ottenere o durante questa stessa fase di miscelazione finale, vale a dire mentre il materiale di attrito grezzo (non ancora stampato) viene preparato miscelando insieme i vari  
20 componenti.

Questa seconda forma di realizzazione può essere preferita.

Secondo forme di realizzazione differenti dell'invenzione il processo di riumidificazione può essere  
25 effettuato aggiungendo al geopolimero in polvere ed

essiccato una quantità richiesta di acqua liquida oppure aggiungendovi una quantità calcolata di un sale avente un contenuto chimico e/o fisico di acqua, per esempio sali idratati.

5 Secondo un ulteriore aspetto delle invenzioni un sale idoneo a reidratare il geopolimero essiccato o quasi essiccato può essere selezionato dal gruppo, esemplificativo ma non esaustivo, costituito da: carbonato di sodio e/o potassio decaidrato (per esempio,  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ),  
10 sodio e/o potassio fosfato tribasico dodecaidrato (per esempio,  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ), solfato di sodio e/o potassio decaidrato (per esempio,  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), tetraborato di di-sodio (o potassio) diidrato (per esempio,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), qualsiasi loro combinazione.

15 Il tetraborato di di-sodio diidrato, sebbene sia chimicamente efficace, non deve essere utilizzato per motivi di sicurezza, poiché è un prodotto potenzialmente pericoloso.

In ogni caso la fase di riumidificazione può essere  
20 effettuata in tutti i modi, tuttavia viene effettuata preferibilmente durante la miscelazione finale di tutti i materiali componenti della miscela/composizione di materiale di attrito, vale a dire che il geopolimero essiccato o quasi essiccato viene polverizzato e in seguito,  
25 come tale, viene usato come materiale componente della

miscela di materiale di attrito a condizione che un componente/agente di riuniformazione, per esempio, acqua liquida o un sale idrato, venga aggiunto insieme (o in combinazione) ad esso.

5           La forma di realizzazione in cui viene usata acqua liquida come agente di riuniformazione e viene aggiunta esclusivamente durante la fase di miscelazione finale della miscela/composizione del materiale di attrito, vale a dire quando sono presenti anche tutti gli altri materiali  
10 componenti della miscela di attrito, può essere preferita poiché l'acqua liquida evita anche almeno parzialmente la possibile dispersione accidentale dei materiali componenti, in particolare del geopolimero, nell'ambiente prima/durante la fase di miscelazione.

15           Il geopolimero riuniformato viene miscelato, dopo la riuniformazione o durante la riuniformazione, con gli altri componenti soliti di composizioni di attrito, come riempitivi, lubrificanti, abrasivi, fibre, eccetera, ottenendo una miscela di materiale di attrito che è stampata  
20 come in EP3128201. Durante lo stampaggio, semplicemente per via dell'applicazione di pressione e temperatura, le particelle di geopolimero precedentemente sintetizzate si consolidano e rimangono amorfe, il che ha come risultato un elemento di attrito, tipicamente una pastiglia del freno,  
25 in cui i materiali componenti sono dispersi in una matrice

costituita esclusivamente da legante inorganico  
geopolimerizzato amorfo (eccetto per possibili quantità  
limitate, inferiori al 10%, di legante organico). Secondo  
l'invenzione è stato dimostrato sperimentalmente che, al  
5 fine di consentire al geopolimero di consolidarsi  
correttamente in questo stadio/fase del processo di  
fabbricazione, soltanto una quantità precisa e limitata di  
umidità deve essere presente in/con il geopolimero,  
precisamente una quantità di umidità (acqua diretta o  
10 indiretta, vale a dire presente nei sali idratati) compresa  
tra il 4%p e il 16%p e preferibilmente compresa tra l'8% e  
il 12% in peso, includendo i due estremi degli intervalli  
di cui sopra.

Gli elementi di attrito così ottenuti non producono  
15 scarti dovuti a screpolamento o desquamazione, anche  
utilizzando pressione nell'ordine di decine di MPa. Il  
risultato è un riconsolidamento della polvere in condizioni  
di stampaggio paragonabili a quelle in EP3841311 e nelle  
condizioni di stampaggio normali delle pastiglie dei freni,  
20 producendo prestazioni di frenata paragonabili a quelle del  
materiale di attrito prodotto secondo la sintesi idrotermale  
di EP3841311 e con l'usura di materiale e disco da uso  
paragonabile a quella dei componenti identici creati secondo  
EP3128201 o EP3841311.

25 Stampaggio per il riconsolidamento della polvere

### geopolimerica

Lo stampaggio delle pastiglie dei freni ottenute con il metodo dell'invenzione viene effettuato collocando il composto grezzo (miscela di attrito) in uno stampo che ha  
5 anch'esso un supporto metallico o una piastra posteriore, proprietà trattata e con o senza uno strato di smorzamento/isolante noto, denominato "strato inferiore", che durante lo stadio di stampaggio non forma soltanto lo strato o il blocco di materiale di attrito, eventualmente  
10 sopra lo strato inferiore quando presente, ma consegue anche l'adesione di questo strato o il blocco al supporto metallico.

Lo stampaggio viene effettuato a temperature comprese tra 40 e 250 °C e a una pressione compresa tra 150 e 2000  
15 Kg/cm<sup>2</sup> per un tempo compreso tra 1 e 30 minuti oppure preformando il composto o la miscela grezzi in uno stampo e quindi stampando il composto preformato sulla piastra posteriore a una temperatura compresa tra 40 e 250 °C a una pressione di 150 fino a 2000 kg/cm<sup>2</sup> (14,7-196 MPa) per un  
20 periodo compreso tra 3 e 15 minuti.

In alternativa il composto grezzo può essere stampato per ottenere il blocco di materiale di attrito, che soltanto in seguito viene collegato al supporto metallico o alla piastra posteriore (con o senza strato inferiore), per  
25 esempio usando colla fenolica o a base di silicio.

### Altri componenti del materiale di attrito

I componenti della composizione o del composto grezzo di materiale di attrito da produrre secondo l'invenzione possono essere i componenti usati nei materiali di attrito già noti nella tecnica, con la sola precauzione di sostituire completamente i leganti organici correnti con il legante inorganico ottenuto con il metodo come descritto sopra, riducendo contemporaneamente il contenuto di abrasivi e aumentando il contenuto di lubrificanti.

Il materiale di attrito ottenibile secondo l'invenzione è anche preferibilmente privo di rame e/o delle sue leghe, sia in forma di polvere sia di fibre.

In particolare il componente realizzato da fibra può essere costituito da qualsiasi fibra organica o inorganica diversa dall'amianto o in una qualsiasi fibra metallica comunemente usata nei materiali di attrito, preferibilmente escludendo il rame e le sue leghe. Esempi illustrativi includono fibre inorganiche, come fibre di vetro, fibra di lana o di roccia, wollastonite, sepiolite e attapulgite, e fibre organiche, come fibre aramidiche, fibre poliimmidiche, fibre poliammidiche, fibre fenoliche, fibre di cellulosa e fibre acriliche o PAN (poliacrilonitrile), fibre metalliche, come fibre di acciaio, acciaio inossidabile, fibre di alluminio, zinco, eccetera.

Le fibre possono essere usate sotto forma di fibre corte

o polvere.

La quantità di fibra è preferibile tra il 2% in volume e il 30% in volume del volume totale di materiale di attrito e più preferibilmente tra l'8% e il 15% in volume e il  
5 componente fibroso include sempre preferibilmente fibra di roccia, che è risultata avere una forte affinità con i geopolimeri usati come legante.

È possibile usare numerosi materiali noti nella tecnica come riempitivi organici o inorganici. Esempi illustrativi  
10 includono carbonato di calcio precipitato, solfato di bario, ossido di magnesio, idrossido di calcio, fluoruro di calcio, calce spenta, talco e mica.

Questi possono essere usati da soli o in combinazioni di due o più. La quantità di tali riempitivi è compresa  
15 preferibilmente tra il 2% e il 40% in volume della composizione totale del materiale di attrito.

Il modificatore di attrito (che può includere tutto o parte del riempitivo) può includere, in aggiunta ai materiali o nanomateriali carbonici come un grafene, un  
20 riempitivo come polvere di anacardo, polvere di gomma, gomma trattata polverizzata, una varietà di particelle di gomma non vulcanizzata, una varietà di particelle di gomma vulcanizzata, un riempitivo inorganico, come solfato di bario, carbonato di calcio, un idrossido di calcio,  
25 vermiculite e/o mica, un abrasivo, come carburo di silicio,

allumina, silicato di zirconio, un lubrificante a base di solfuro metallico, come disolfuro di molibdeno, un solfuro di stagno, un solfuro di zinco, solfuri ferrosi e non ferrosi, particelle metalliche diverse da rame e leghe di rame e/o una combinazione di quanto sopra.

Gli abrasivi possono essere classificati come segue (l'elenco seguente è solo indicativo, non necessariamente esaustivo e non limitante):

- abrasivi leggeri (Mohs 1-3): talco, idrossido di calcio, titanato di potassio, mica, caolino, vermiculite;
- abrasivi medi (Mohs 4-6): solfato di bario, ossido di magnesio, fluoruro di calcio, carbonato di calcio, wollastonite, silicato di calcio, ossido di ferro, silice, cromite, ossido di zinco;
- abrasivi forti (Mohs 7-9): carburo di silicio, sabbia di zirconio (ossido di zirconio), silicato di zirconio, zirconio, corindone, allumina, mullite.

Preferibilmente, ma non necessariamente, il materiale di attrito ottenibile secondo l'invenzione non contiene abrasivi forti, ma soltanto abrasivi medi o leggeri, poiché il geopolimero prodotto come legante è già di per sé un abrasivo medio.

Il materiale di attrito prodotto secondo l'invenzione

può includere preferibilmente anche grafite, in una quantità compresa tra il 5% e il 15% in volume in base alla composizione totale del materiale di attrito.

Il contenuto totale di lubrificanti, secondo le  
5 caratteristiche di attrito desiderate, può essere compreso preferibilmente tra il 4% e il 20% dell'intero volume di materiale di attrito e può includere in particolare grafene.

#### Indurimento e verniciatura

L'elemento dell'articolo stampato (pastiglia del  
10 freno), che è stato indurito durante la pressatura e generalmente già utilizzabile dopo questo semplice stampaggio a pressione, facoltativamente, quando richiesto dalla formulazione e/o dalle specifiche di progettazione, viene post-polimerizzato ulteriormente attraverso un  
15 trattamento termico supplementare compreso tra 80 e 450 °C per un tempo compreso tra 10 minuti e 15 ore, quindi verniciato a spruzzo o a polvere, essiccato in forno ed eventualmente lavorato meccanicamente ove necessario per produrre il prodotto finito.

20 Il materiale di attrito ottenuto con il metodo dell'invenzione, sia dopo un semplice stampaggio a pressione sia dopo un possibile trattamento termico supplementare opzionale, può essere usato in applicazioni come pastiglie dei freni, ganasce e rivestimenti per auto, camion, vagoni  
25 ferroviari e vari altri tipi di veicoli e macchine

industriali o nei dischi della frizione.

Breve descrizione dei disegni

Questa invenzione sarà ora descritta in modo maggiormente dettagliato con riferimento a esempi pratici  
5 non esaustivi e non limitativi di implementazione degli stessi e con riferimento alle figure dei disegni allegati, in cui:

- la figura 1 illustra schematicamente la sequenza di fasi del metodo dell'invenzione e una possibile forma  
10 di realizzazione di un apparecchio per effettuare il metodo dell'invenzione;
- la figura 2 da a) a e) illustra rispettive immagini di campioni di consolidamento della stessa composizione geopolimerica preparata con gradi di umidità  
15 differenti, vale a dire avente contenuti di umidità differenti;
- le figure da 3 a 5 sono grafici che mostrano un confronto delle proprietà meccaniche della stessa miscela/composizione del materiale di attrito  
20 includente la stessa composizione geopolimerica e ottenuta con il metodo di EP3841311 (riferimento A) e con il metodo dell'invenzione usando quantità differenti di acqua liquida, avente pertanto gradi differenti di contenuto di umidità/umidore, inclusa la  
25 compressibilità (figura 3), la durezza (figura 4) e la

densità (figura 5);

- figura 6 illustra in modo comparativo e tramite diagrammi a blocchi sequenziali le fasi principali di un metodo di produzione di pastiglie dei freni secondo due differenti forme di realizzazione dell'invenzione e secondo la tecnica anteriore, ossia EP3841311, denominata "approccio classico";

- le figure da 7 a 9 sono grafici che illustrano un confronto di proprietà meccaniche della stessa miscela/composizione del materiale di attrito includente la stessa composizione geopolimerica e ottenuta con il metodo di EP3841311 (riferimento B) e con il metodo dell'invenzione usando lo stesso grado di umidità, vale a dire avente lo stesso contenuto di umidità (10%p), ottenuto tramite l'aggiunta di sali idratati differenti, inclusa la comprimibilità (figura 7), la durezza (figura 8) e la densità (figura 9); e

- le figure da 10 a 12 mostrano dei grafici che rappresentano una selezione delle parti più rappresentative dei risultati dello stesso test di frenata AK Master effettuato su pastiglie dei freni prodotte con il materiale di attrito della tecnica anteriore secondo i riferimenti A e B e con un materiale di attrito secondo il metodo dell'invenzione prodotto con lo stesso contenuto di umidità/umidore ottenuto con

l'aggiunta di acqua liquida (figura 10) o con l'aggiunta di sali idrati differenti (figure 11 e 12), dove la figura 10 include anche immagini delle pastiglie dei freni e del relativo disco frenante usato nel test AK Master e mostra il rispettivo grado di usura.

#### Descrizione dettagliata

Gli esempi e gli esempi comparativi sono riportati nella presente a titolo illustrativo e non intendono limitare l'invenzione.

#### 10 APPARECCHIO SECONDO L'INVENZIONE

Facendo riferimento alla figura 1, è mostrato in un modo soltanto puramente schematico un apparecchio o un impianto 2 configurato per eseguire il metodo dell'invenzione per produrre una pastiglia del freno 1 e facente anch'esso parte dell'invenzione stessa, nonché la pastiglia del freno 1 associata ottenuta con il metodo eseguito dall'apparecchio 2.

L'apparecchio o l'impianto 2 può essere di tipo continuo o a lotti, nella forma di realizzazione non limitativa mostrata è di tipo continuo, ed è configurato per eseguire in una sequenza temporale un certo numero di operazioni/fasi differenti in un numero corrispondente di dispositivi specializzati, che, in un impianto di tipo continuo, sono anche disposti in una sequenza fisica come mostrato nella figura 1, lungo una direzione D, dove l'apparecchio o

l'impianto 2 comprendono:

- un primo miscelatore 3 di qualsiasi tipo noto, preferibilmente un miscelatore di dispersione, al quale viene aggiunta e miscelata una soluzione di silicato caustico 4 in acqua e metacaolino 5 per ottenere una pasta geopolimerica semiliquida/impasto semiliquido 6; tale pasta geopolimerica può essere formata usando per esempio una soluzione di silicato alcalino come una soluzione di silicato di sodio, una soluzione di silicato di potassio, una soluzione di silicato di litio o una qualsiasi altra soluzione acquosa chimicamente equivalente. Il miscelatore 3 può essere dotato di un sistema di controllo della temperatura 30 di qualsiasi tipo noto;
- una macchina di colata a nastro 7 di qualsiasi tipo noto configurata per colare sotto forma di uno strato/nastro 8 di spessore sostanzialmente uniforme il geopolimero appena formato 6, per cui lo strato/nastro di geopolimero è realizzato per poggiare su un supporto 9; preferibilmente la macchina di colata a nastro 7 è dotata di un trasportatore a cinghia continuo 10 la cui superficie superiore di un ramo superiore forma il supporto 9. La macchina 7 è dotata preferibilmente

di una lama 11 per ridurre lo spessore dello strato/nastro 8 di geopolimero in modo uniforme a qualsiasi valore scelto compreso tra 0,2 e 2 mm e con mezzi di pressione (non mostrati) in grado di pressare la pasta geopolimerica con una forza prefissata F;

5

- una fornace o forno ad aria calda 12, che, nella forma di realizzazione non limitativa illustrata, che si riferisce a una macchina di colata a nastro continuo 7, è attraversata dal trasportatore 10 ed è preferibilmente un forno/fornace a tunnel. Il

10

forno 12 è configurato, secondo un aspetto dell'invenzione, per portare lo strato/nastro 8 di pasta/impasto semiliquido geopolimerico in una

15

condizione completamente o quasi completamente essiccata 8b, in cui l'espressione "*condizioni completamente essiccate o quasi completamente essiccate*" indica una condizione in cui l'aggregato geopolimerico che esce dalla

20

fornace/forno 12 ha un contenuto di umidità pari a circa zero o comunque al di sotto di un valore incluso nell'intervallo di 4-16% p, in base al contenuto di umidità finale desiderato nel materiale di attrito;

25

- un mulino 14 (per esempio, un mulino a sfere o un

mulino a giara, preferibilmente un mulino a martello) disposto a valle (con riferimento alla direzione D) del forno/fornace 12 e, per esempio, alimentato dal trasportatore 10, configurato per ricevere il geopolimero essiccato o quasi essiccato 8b e per schiacciarlo in una polvere 8c avente un intervallo di granulometria prefissato compreso tra 1 e 500 micron e preferibilmente compreso tra 1-100 micron;

5

10

- almeno un rilevatore di umidità 18 disposto a valle del forno/fornace 12, configurato per rilevare l'umidità del geopolimero fatto reagire quando esce dal forno/fornace 12;
- un secondo miscelatore 20 di qualsiasi tipo noto

15

(per esempio miscelatore Loedige o Eirich) disposto a valle del mulino 14 e configurato per ricevere il geopolimero essiccato o quasi essiccato 8b schiacciato in una polvere 8c e una quantità prefissata di acqua, sotto forma di acqua

20

liquida o di un sale idrato. Il miscelatore 20 è configurato per bagnare nuovamente la polvere di geopolimero essiccato o quasi essiccato 8c a un contenuto di umidità preciso sostanzialmente uguale o inferiore al contenuto di umidità che il

25

geopolimero fatto reagire 8 ha all'uscita della

macchina di colata 7. Il miscelatore 20 può essere configurato anche per ricevere tutti gli altri materiali componenti del materiale di attrito da ottenere, schematizzato nella figura 1 mediante la  
5                    freccia 21. Secondo una forma di realizzazione  
differente (ed eventualmente preferita), schematizzata in linee tratteggiate nella figura 1, il secondo miscelatore 20 (che è in questo caso un miscelatore Loedige o Eirich) è configurato  
10                   esclusivamente per bagnare nuovamente la polvere  
8c a un valore prefissato di umidità mediante aggiunta diretta di acqua liquida o mediante aggiunta indiretta di acqua per mezzo di aggiunta  
di sali idrati e l'apparecchio o l'impianto 2  
15                   comprende un terzo miscelatore 20b disposto a  
valle 20 e configurato per ricevere un nuovo geopolimero nuovamente bagnato, idratato con  
precisione 8d (freccia in linee tratteggiate) dal  
miscelatore 20 e da tutti gli altri materiali  
20                   componenti 21 del materiale di attrito da  
ottenere. In entrambi i casi, in uscita dal  
miscelatore 20 (o 20b) è una miscela/composizione  
di materiale di attrito "verde" o "grezza" 25;

- un'apparecchiatura di stampaggio 26 di qualsiasi  
25                   tipo noto schematizzata con un blocco per motivi

di semplicità, che riceve il materiale di attrito  
"verde" o "grezzo", miscela/composizione 25 per  
modellarlo in un blocco o strato di materiale di  
attrito 27 avente come legante esclusivamente o  
5 quasi completamente una matrice di geopolimero ben  
consolidata. L'apparecchiatura di stampaggio 26  
può essere configurata per stampare il blocco di  
materiale di attrito 27 consolidato direttamente  
su un supporto o piastra posteriore 28 per ottenere  
10 la pastiglia del freno 1 o per stampare il blocco  
27 di materiale di attrito consolidato, che in  
seguito viene applicato/fissato al supporto 28 per  
ottenere la pastiglia del freno 1.

In questo modo, contrariamente a quanto illustrato in  
15 IT102020000015202, non è necessario impiegare sensori di  
umidità sofisticati e dispositivi di controllo complessi al  
fine di fornire una polvere geopolimerica 8c avente un  
contenuto desiderato di umidità. Infatti è possibile  
calcolare facilmente l'acqua/umidità persa dal geopolimero  
20 reagito 8 nel forno/fornace 12 conoscendone l'umidità e il  
peso iniziali e il peso finale dopo l'essiccazione e quindi  
dosando con precisione la quantità di acqua (o di sali  
idrati) da aggiungere nel miscelatore 20.

Inoltre i test eseguiti dal Richiedente dimostrano  
25 anche, come sarà mostrato più dettagliatamente di seguito,

che il consolidamento del geopolimero durante la fase di stampaggio del materiale di attrito nell'apparecchiatura 26 è piuttosto migliore, allo stesso contenuto di umidità del geopolimero, rispetto al caso in cui non venga svolta la  
5 fase di riумidificazione nel miscelatore 20 e il contenuto di umidità richiesto nel geopolimero sia ottenuto per mezzo di un controllo preciso e rigoroso della fase di essiccazione nel forno 12 secondo IT102020000015202, che richiede un monitoraggio continuo dell'umidità istantanea  
10 del geopolimero in trattamento e che si è rivelato comunque non facile da ottenere anche per l'inevitabile inerzia termica dell'intero apparecchio di essiccazione e della massa del geopolimero in trattamento.

Facendo riferimento alla figura 6, è mostrato per una  
15 migliore chiarezza un confronto tra il metodo della tecnica anteriore secondo EP3841311 e IT102020000015202 (denominato "approccio classico") e due possibili forme di realizzazione differenti della presente invenzione, denominate "versione A.1" e "versione B", tutte configurate per ottenere alla  
20 fine una pastiglia del freno 1 avente un geopolimero come legante unico o prevalente.

Come mostrato chiaramente nella figura 6, il metodo classico della tecnica anteriore, dopo aver ottenuto un geopolimero secondo uno qualsiasi degli approcci illustrati  
25 in EP3841311, comprende quattro fasi principali: una prima

fase in cui il geopolimero sintetizzato viene essiccato per dare un nastro di un intervallo di umidità definito; una seconda fase in cui il nastro di geopolimero viene macinato a una granulometria definita; una terza fase in cui una  
5 miscela o composizione di materiale di attrito viene preparata in qualsiasi modo tradizionale idoneo usando il geopolimero macinato come legante; e una quarta fase in cui la miscela di materiale di attrito viene stampata per formare una pastiglia del freno 1 (o un blocco di materiale  
10 di attrito 27 da unire successivamente a una piastra di supporto 28 per ottenere la pastiglia del freno 1).

In una prima forma di realizzazione del metodo dell'invenzione, indicata con A.1, dopo aver ottenuto un geopolimero secondo uno qualsiasi degli approcci illustrati  
15 in EP3841311, vengono svolte cinque fasi principali anziché quattro:

- una prima fase in cui il geopolimero sintetizzato viene essiccato fino a un contenuto di umidità "x", in cui  $x \geq 0\%$  di umidità e comunque inferiore  
20 alla quantità ottimale (quindi inferiore all'intervallo di umidità definito del metodo classico);
- una seconda fase in cui il nastro essiccato o quasi essiccato di geopolimero viene macinato fino a una  
25 granulometria definita;

- una terza fase in cui una miscela o composizione di materiale di attrito viene preparata in qualsiasi modo tradizionale idoneo aggiungendo al geopolimero essiccato o quasi essiccato e macinato  
5 tutti gli altri materiali componenti della miscela di materiale di attrito desiderata;
- una quarta fase in cui una certa quantità di acqua liquida calcolata al fine di ottenere un'umidità desiderata e definita precisamente del geopolimero  
10 viene aggiunta alla miscela di materiale di attrito preparata nella terza fase: in questo modo un geopolimero essiccato e acqua vengono usati in combinazione, come legante, entrambi tali componenti vengono aggiunti generalmente nello  
15 stesso miscelatore insieme agli altri materiali componenti della miscela di materiale di attrito desiderata;
- una quinta fase in cui la miscela di materiale di attrito viene stampata per formare una pastiglia  
20 del freno 1.

In una seconda forma di realizzazione del metodo dell'invenzione, indicata con B, dopo aver ottenuto un geopolimero secondo uno qualsiasi degli approcci illustrati in EP3841311, vengono svolte quattro fasi principali:

- una prima fase in cui il geopolimero sintetizzato

viene essiccato fino a un contenuto di umidità "x", in cui  $x \geq 0\%$  di umidità e comunque inferiore alla quantità ottimale (quindi inferiore all'intervallo di umidità definito del metodo classico);

5

- una seconda fase in cui il nastro essiccato o quasi essiccato di geopolimero viene macinato fino a una granulometria definita;

10

- una terza fase in cui una miscela o composizione di materiale di attrito viene preparata in qualsiasi modo tradizionale idoneo aggiungendosi al geopolimero essiccato o quasi essiccato e macinato

15

a) tutti gli altri materiali componenti della miscela di materiale di attrito desiderata E, in combinazione,

b) una quantità definita di un sale idrato - questa sottofase b) è equivalente alla quarta fase della forma di realizzazione A.1;

20

- una quarta fase in cui la miscela di materiale di attrito è stampata per formare una pastiglia del freno 1.

25

È altresì possibile un'ulteriore forma di realizzazione del metodo dell'invenzione, simile alla forma di realizzazione A.1 e che può essere denominata forma di

realizzazione A.2 (non mostrata per motivi di semplicità),  
in cui vengono svolte nuovamente cinque fasi: la prima e la  
seconda fase sono identiche a quelle corrispondenti della  
forma di realizzazione A.1; la terza fase consiste  
5 nell'aggiunta di una quantità definita di acqua liquida alla  
polvere di geopolimero essiccata o quasi essiccata in un  
primo miscelatore in modo da ottenere una polvere di  
geopolimero bagnata; la quarta fase consiste nella  
preparazione di una miscela o composizione di materiale di  
10 attrito in un secondo miscelatore differente, usando la  
polvere di geopolimero bagnata come legante; e la quinta  
fase consiste nello stampaggio della miscela di materiale  
di attrito per formare una pastiglia del freno 1.

#### METODO SECONDO L'INVENZIONE - ESEMPIO OPERATIVO

15 Una soluzione di silicato (prodotta miscelando acqua,  
idrossido e silicato solido forniti da PQ corporation) con  
una composizione appropriata e il metacaolino commerciale  
vengono miscelati con un rapporto in peso di  
soluzione/metacaolino compreso tra 1 e 10 (inclusi) per un  
20 rapporto molare Si/Al nell'intervallo  $1 < x < 10$ ;  
preferibilmente questo intervallo può variare da 2 a 6. Sono  
possibili inoltre rapporti differenti con un contenuto di  
Al o Si superiore; tuttavia i risultati sperimentali e i  
calcoli teorici portano alla conclusione che l'invenzione  
25 funziona con la massima efficienza con un rapporto di Si/Al

compreso tra 2 e 6.

La soluzione di silicato caustico e il metacaolino vengono miscelati mediante agitazione meccanica, per ottenere la formazione di una pasta omogenea.

5 La pasta così ottenuta viene spalmata su un tappetino di plastica usando la tecnica della "colata a nastro" ed essiccata a temperature comprese tra 70 e 250 °C e sotto pressione atmosferica, in un intervallo di tempo compreso tra 1' (minuti) e 90' (minuti), a seconda della potenza del  
10 forno utilizzato, per ridurre il peso della miscela fino al 10-40% del peso originale, e trasformarla in geopolimero amorfo puro.

Il sistema geopolimerico di silicato-metacaolino essiccato viene rimosso dall'essiccatore e macinato con una  
15 rettificatrice a sfere. Il suo contenuto finale di acqua viene calcolato considerando la quantità massima di acqua che il sistema è in grado di perdere, a cui corrisponde un'umidità della polvere dello 0%.

La polvere di geopolimero così prodotta viene bagnata  
20 nuovamente fino a un contenuto preciso e desiderato di umidità compreso tra il 4%p e il 16%p in un miscelatore Loedige o Eirich (o in altri miscelatori) aggiungendo una quantità appropriata di acqua liquida e il legante prodotto in questo modo in forma di polvere idrata viene aggiunto ad  
25 altre materie prime richieste dalla miscela o composizione

di materiale di attrito selezionata per la miscelazione a secco, usando un miscelatore noto, per esempio Loedige o Eirich.

La miscela o composizione del materiale di attrito  
5 "verde" così ottenuta può essere stampata a caldo, sotto pressione, per ottenere una serie di pastiglie dei freni.

#### STAMPAGGIO

Lo stadio di stampaggio viene realizzato collocando il composto grezzo o "verde" e possibilmente un supporto  
10 metallico con un possibile strato inferiore in uno stampo (noto e non illustrato per semplicità) che viene riscaldato a una temperatura compresa tra 60 e 250 °C, sottoponendo il composto grezzo a una pressione di stampaggio compresa tra 150 e 2000 Kg/cm<sup>2</sup> per un tempo compreso tra 1 e 15 minuti o  
15 preformando il composto grezzo 11 in uno stampo e successivamente stampando il composto preformato sul supporto metallico, lavorando a una temperatura compresa tra 100 e 250 °C e con una pressione di stampaggio compresa tra 150 e 2000 kg/cm<sup>2</sup> per un periodo compreso tra 1 e 15  
20 minuti.

In alternativa il composto grezzo può essere stampato senza un supporto metallico, in modo da ottenere soltanto un blocco di materiale di attrito, che successivamente viene incollato in modo noto al supporto metallico,  
25 indipendentemente dal fatto che abbia o meno uno strato

isolante/di smorzamento (noto) o uno strato inferiore, usando colle a base di fenolo o silicio, per esempio, pressando il blocco di materiale di attrito contro il supporto metallico con il possibile strato inferiore,  
5 operando a una temperatura di 180 °C per 30 secondi.

In ogni caso la pressione di stampaggio deve essere sempre superiore alla pressione di saturazione dell'acqua alla temperatura di stampaggio.

Al termine del processo descritto sopra, si ottiene  
10 pertanto un materiale di attrito privo di amianto, che include come materiali componenti fibre inorganiche e/o organiche e/o metalliche, almeno un legante, almeno un modificatore di attrito o lubrificante e almeno un riempitivo o abrasivo, in cui il legante è costituito almeno  
15 per il 90% da un geopolimero in alluminio di silice perfettamente consolidato.

I materiali componenti del composto grezzo vengono aggiunti al legante inorganico in quantità appropriate in modo tale che la quantità totale di legante geopolimerico  
20 inorganico sia preferibilmente, ma non necessariamente, uguale o superiore al 20% in peso e non superiore al 60% in peso dell'intero volume di materiale di attrito e ancor più preferibilmente uguale a circa il 47% in peso.

Dopo aver ottenuto il legante, ma prima dello  
25 stadio/fase di indurimento (che normalmente coincide con la

fase di stampaggio), alla composizione di materiale di attrito non vengono aggiunti come suoi materiali componenti alcun amianto o derivati o rame o sue leghe; pertanto il materiale di attrito ottenuto secondo l'invenzione è  
5 sostanzialmente privo o quasi privo di leganti organici, è sostanzialmente privo di rame o sue leghe e/o fibre di rame o sue leghe e, preferibilmente, ma non necessariamente, è sostanzialmente privo di abrasivi forti, dove, qui e in seguito, il termine "sostanzialmente privo" indica che i  
10 materiali indicati possono essere presenti al massimo come impurità; l'almeno un abrasivo contenuto nei materiali di attrito secondo l'invenzione è pertanto, preferibilmente, ma non necessariamente, un abrasivo medio o leggero; quando tali termini si riferiscono alla classificazione seguente:

- 15 • abrasivi leggeri (con durezza di Mohs 1-3): per esempio, talco, idrossido di calcio, titanato di potassio, mica, vermiculite, caolino;
- 20 • abrasivi medi (con durezza d Mohs 4-6): per esempio, solfato di bario, ossido di magnesio, fluoruro di calcio, carbonato di calcio, wollastonite, silicato di calcio, ossido di ferro, silice, cromite, ossido di zinco;
- 25 • abrasivi forti (con durezza di Mohs 7-9): per esempio, carburo di silicio, sabbia di zirconio (ossido di zirconio), silicato di zirconio,

zirconio, corindone, allumina, mullite.

Il rapporto di volume tra i lubrificanti e gli abrasivi contenuti nel materiale di attrito da formare è selezionato preferibilmente tra 1:1 e 1:4 (per confronto, questo  
5 rapporto è generalmente 1:8 o più in materiali di attrito noti con legante organico).

Inoltre le materie prime di partenza per ottenere un legante geopolimerico sono selezionate in modo tale che il legante geopolimerico inorganico nel materiale di attrito  
10 secondo l'invenzione abbia un rapporto di  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  tra 3 e 10 e un rapporto  $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  tra 3 e 10. La densificazione della polvere di geopolimero si ottiene durante lo stampaggio.

#### **ESEMPIO 1** - Produzione comparativa di leganti

15 115,7 g di metacaolino della società "Imerys Refractory Minerals" vengono miscelati con 300,0 g di soluzione acquosa di 139,4 g di silicato di sodio (come già indicato, funzionerebbe anche il silicato di potassio) in qualsiasi  
forma, in questo caso della società "PQ Corporation -  
20 Olanda" e 1,51 g di soda caustica in pellet, preparate precedentemente, nel corso di un tempo variabile compreso tra 5' a 45'', a una velocità di 800 giri/minuto, usando un  
agitatore a perforazione con un frustino di miscelazione specifico per fluidi a viscosità media-alta. La pasta umida  
25 ottenuta dalla miscelazione del metacaolino con la soluzione

di silicato di sodio-soda caustica viene spalmata su un foglio di Mylar, specifico per paste/impasti semiliquidi usando i parametri seguenti: spessore della pasta spalmata compreso tra 0,1 e 3 mm.

5 Successivamente più campioni vengono preparati essiccando la pasta umida a temperature comprese tra 40 °C e 250 °C, dimensioni del foglio comprese tra A3 e A4, tempo di essiccazione variabile tra 10 e 90'. In particolare viene preparato un campione di riferimento avente un'umidità  
10 controllata di 12%p e una pluralità di campioni completamente essiccati a sostanzialmente 0%p di umidità.

I leganti dei campioni semi-essiccati e completamente essiccati in forma aggregata solida vengono staccati quindi separatamente dai fogli e macinati con una rettificatrice a  
15 sfere che ruota a 275 giri/minuto, per 14 ore, per portare la granulazione del prodotto fino a ottenere una polvere di granulometria di circa 200 micron.

Il campione semi-essiccato a 12%p di umidità viene usato come tale, mentre i campioni completamente essiccati vengono  
20 bagnati nuovamente a gradi di umidità differenti mediante aggiunta di acqua liquida. La quantità di acqua aggiunta alla polvere geopolimerica secca (in quanto segue indicata anche come "GP") è stata calcolata per soddisfare parzialmente o completamente la quantità di acqua persa  
25 durante l'essiccazione. La polvere GP e l'acqua sono state

miscelate in un agitatore meccanico, all'interno di contenitori PE, a 20 Hz per 10 minuti.

È stata ottenuta una polvere umida omogenea, pesata e pressata con i parametri standard: 150 °C - 20 MPa - 10 min.

5 Anche la polvere GP semi-essiccata a 12%p e una polvere completamente essiccata sono state pesate e pressate con gli stessi parametri standard: 150 °C - 20 MPa - 10 min. Si sono ottenuti dei campioni a forma di dischi con proprietà meccaniche sufficienti per essere manipolati che vengono  
10 testati per le loro proprietà fisiche. I risultati sono riportati nella tabella 1.

TABELLA 1

	Densità (g/cm <sup>3</sup> )	Durezza (HV)	Modulo di Young (Gpa)
Riferimento GP 12% in peso di umidità residua	2,08±0,01	86±6	36,4±2,0
GP completamente asciutto + 12% di acqua	2,09±0,01	92±6	36,8±0,4
GP completamente asciutto + 9% di acqua	2,11±0,01	124±7	41,8±0,1
GP completamente asciutto + 6% di acqua	2,12±0,02	105±15	42,6±2,3
GP completamente asciutto + 3% di acqua	1,86±0,02	135±8	19,4±5,4

GP completamente asciutto	/	Materiale fragile Non valutabile	Materiale fragile Non valutabile
---------------------------------	---	---	---

Nella figura 2 sono mostrate le immagini dei dischi campione così ottenuti: la figura 2 a) mostra i campioni a disco ottenuti con la polvere GP asciutta bagnata di nuovo al 12%p e al 9%p di umidità, essi mostrano buone proprietà meccaniche e sono compatti e senza crepe; la figura 2 b) mostra un campione a disco ottenuto con la polvere GP asciutta bagnata nuovamente a un'umidità del 6%p, esso ha proprietà meccaniche inferiori e mostra delle crepe; la figura 2 c) mostra un campione a disco ottenuto con la polvere GP asciutta bagnata nuovamente a un'umidità del 3%p, apparentemente è senza crepe, ma le proprietà meccaniche dimostrano che non ha avuto luogo il consolidamento con una reazione chimica completa. Il disco del campione non bagnato nuovamente nella figura 2 d) è un materiale così fragile, che non è valutabile.

I risultati nella tabella 1 e nella figura 2 sono prove evidenti di quanto segue:

- l'acqua presente nel geopolimero può essere regolata attraverso un processo simile a quello reversibile;
- è evidente come sia richiesta una quantità minima di acqua per garantire buone proprietà e integrità dei componenti;
- un valore di umidità del 6% potrebbe sembrare

buono, ma il disco è molto fragile;

- risultati simili per il 9 e il 12%p di umidità di riумidificazione sono stati ottenuti usando un geopolimero con un'umidità residua nell'intervallo 0%<x<6% e aggiungendo dell'acqua per raggiungere un'umidità del 9 e del 12%p.

5

**ESEMPIO 2** - Leganti ottenuti mediante aggiunta di sale

Un valore di umidità del 9% viene utilizzato per uno studio comparativo di riумidificazione della polvere GP completamente essiccata (indicata con GP25) usando l'aggiunta di sale idrato al posto dell'aggiunta di acqua liquida e operando come nell'esempio 1, al fine di confrontare le proprietà meccaniche risultanti usando la condizione di umidità ottimale come dedotto dalla tabella 1.

15

La polvere GP è stata essiccata per tutta la notte a 150 °C per ottenere l'essiccazione totale. La perdita di peso misurata era del 12%p. La quantità di sale aggiunta a ciascun campione di polvere GP25 secca è stata calcolata in modo che corrispondesse al contenuto di acqua del 9%. Per il confronto viene utilizzato un campione semi-essiccato a umidità del 9%p (non bagnato nuovamente). Le polveri umide e bagnate nuovamente GP25 vengono pressate in campioni aventi la forma di dischi come nell'esempio 1.

20

25

I sali testati sono elencati come segue nella tabella 2, insieme alla valutazione finale dell'idoneità degli stessi:

TABELLA 2

AlN3O9*9H2O - Nitrato di alluminio nonaidrato,	Non OK
H5N*NaO4P*4H2O - Fosfato di ammonio tetraidrato dibasico.	Non OK
CNa2O3 · 10H2O - Carbonato di sodio decaidrato (Scharlau)	OK
Na2PO4 · 12H2O - Fosfato di sodio dodecaidrato dibasico	NOK
Na3PO4 · 12H2O - Fosfato di sodio dodecaidrato tribasico (ChemLab)	OK
Na2SO4· 10H2O - Solfato di sodio decaidrato (Honeywell - Fluka) OK	
Na2B4O7· 10H2O - Tetraborato di di- sodio diidrato (Scharlau)	OK*

(\*) da non utilizzare per motivi di sicurezza

5 Le proprietà meccaniche dei dischi campione sono riportate nella tabella 3

TABELLA 3

Nome del campione	Densità del sale (g/cm3)	Umidità (%)	Densità (g/cm3)	Durezza (HV)	Modulo di Young (Gpa)
GP - Riferimento	-	9%	2,10±0,01	124,3±6,6	41,1±2,1

dryGP25 + Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> · 10H <sub>2</sub> O	1,44	9%	2,08±0,02	114±26,2	36,0±2,5
dryGP25 + Na <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> · 12H <sub>2</sub> O	1,62	9%	2,12±0,01	121,5±9,1	41,5±0,7
dryGP25 + Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> · 10H <sub>2</sub> O	1,46	9%	2,13±0,04	121,8±31, 7	43,0±1,4

Come è dimostrato chiaramente dal confronto tra le tabelle 1 e 3, la riidratazione effettuata mediante aggiunta di sali fornisce risultati simili o addirittura migliori rispetto al valore di riferimento (riferimento GP25) e alla riidratazione con acqua.

### ESEMPIO 3 - Produzione di pastiglie dei freni

Un certo numero di pastiglie dei freni 1 identiche vengono prodotte usando l'apparecchio o l'impianto 2 mostrati schematicamente nella figura 1, i cui componenti sono scelti in scala da laboratorio. Sono state preparate delle formule di materiale di attrito identiche, utilizzando per ciascun componente il valore medio degli intervalli riportati nella tabella 4, di seguito, e utilizzando come legante, indicato come "miscela di leganti", delle polveri ottenute secondo gli esempi 1 e 2 a gradi di umidità differenti; le polveri GP solo parzialmente essiccate e con un'umidità del 10% dopo la produzione e la macinazione sono utilizzate come riferimenti standard A e B e la polvere GP completamente o

quasi totalmente essiccata e quindi reidratata a contenuto di umidità diverso utilizzando acqua liquida o sali idrati vengono confrontate con i riferimenti standard.

**TABELLA 4**

5	<b>Materiali componenti</b>	<b>Miscela geopolimerica</b>
		% Vol
	Fibre	8-25
	Polveri di attrito	0,5-3
	Carbonio	8-20
10	Gomme	1-4
	Abrasivo medio	5-15
	Abrasivo leggero	9-12
	Zolfi	3-10
	Miscela di leganti inorganici	20-60
15	<b>TOTALE</b>	<b>100</b>

La miscela di leganti viene aggiunta agli altri ingredienti della miscela secondo uno schema generale: legante 20-60% in peso, altri componenti 40-80% in peso; la miscela viene realizzata con un miscelatore Loedige. Il sistema (geopolimero + acqua) è il 47%p della miscela di attrito. Successivamente le miscele/composti di materiale di attrito così ottenuti vengono stampati in pastiglie dei freni identiche, collocando il composto grezzo o "verde" e un supporto metallico in uno stampo. Lo stampaggio avviene

mediante fasi a temperature di 100-150/70-135/70-135 °C, sottoponendo il composto grezzo a una pressione di stampaggio di 250-720 kg/cm<sup>2</sup> per un tempo di 2-15 minuti.

I blocchi di materiale di attrito 27 così ottenuti vengono testati per le loro proprietà meccaniche. I risultati sperimentali sono riportati sotto forma di grafici a barre in cifre da 3 a 9.

Analogamente agli studi con matrice pura (come in EP3841311) si conferma come una quantità minima di acqua sia necessaria per avere l'attivazione del consolidamento.

I risultati di comprimibilità, durezza e densità confermano che, al fine di avere caratteristiche meccaniche accettabili, la quantità di umidità nel materiale di attrito deve essere superiore al 9%p, considerando l'approccio con riumidificazione.

È dimostrato che per i campioni di test ottenuti attraverso l'approccio con riumidificazione è necessaria una quantità di acqua maggiore per avere il consolidamento, rispetto ai campioni a matrice pura.

L'approccio con riumidificazione sui materiali di attrito funziona nello stesso modo, ma offre proprietà diverse (e ancora migliori) rispetto a un materiale di attrito avente la stessa quantità di umidità con l'umidità già all'interno della polvere dopo l'essiccazione (parziale) e non aggiunta

come acqua liquida sul GP completamente o quasi completamente essiccato.

Per quanto riguarda l'approccio con riумidificazione con sali idrati (figure da 7 a 9), è stata selezionata una  
5 quantità di umidità fissa del 10%p per verificare quale sale funzioni meglio. È stato selezionato anche un secondo valore di riferimento B per completare lo studio con la caratterizzazione AKM.

Il sistema (geopolimero + acqua) è il 47%p della miscela di  
10 attrito. La riумidificazione con sale idrato mostra proprietà paragonabili a quelle dell'approccio con riумidificazione con acqua liquida e, in alcuni casi, proprietà ancora migliori.

#### **ESEMPIO 4 - Test di frenata**

15 Le pastiglie dei freni prodotte come descritto nell'esempio 3 sono state sottoposte ai test seguenti:

**Test di efficienza** secondo AKM tra cui: frenata di regolazione, frenata a diverse pressioni del fluido, frenata di valutazione a freddo (< 50 °C), frenata in autostrada  
20 simulata, due serie di frenate ad alta energia (primo test FADE) intervallate da una serie di frenate rigenerative. Da questo test inoltre è possibile estrapolare, utilizzando metodi noti ai tecnici del settore, l'usura a cui vengono sottoposte la pastiglia e il disco del freno.

Un estratto dei risultati ottenuti è illustrato nelle figure da 10 a 12, che rappresentano schematicamente i dati più significativi delle curve sperimentali ottenute. I grafici sono auto-esplicativi, anche grazie alle didascalie descrittive inserite nelle figure.

Come si può vedere, i risultati AKM sperimentali per le proprietà di frenata sono molto simili e completamente comparabili (se non migliori, specialmente per l'approccio con sale di riuniformazione) con quelli dei campioni di riferimento ottenuti secondo EP3841311.

La tabella 5 di seguito mostra i risultati di un test comparativo di usura effettuato sui materiali della figura 10.

TABELLA 5

	USURA DELLA PASTIGLIA		USURA DEL DISCO
	Interno	Esterno	
Riferimento A 10% di umidità Non reidratato	0,49 5,8	0,43 5,3	4,8
Riferimento A reidratato al 10% Umidità in forma di acqua liquida	0,58 4,9	0,58 5,3	6,4

15

Come si può osservare, anche l'usura è simile alla tecnica anteriore, anche se le pastiglie secondo l'invenzione sono meno soggette a una perdita di peso, per via di una compattezza migliore.

20

\*\*\*

Alla fine si può concludere che l'approccio con riumidificazione per raggiungere un contenuto di umidità desiderato e preciso nel materiale di attrito finale è un approccio vincente: il controllo del processo produttivo è  
5 piuttosto migliore e più facile; in caso di errori il GP reidratato può essere recuperato completamente, essiccandolo completamente e quindi bagnandolo di nuovo. Inoltre è possibile ottenere un controllo molto preciso del contenuto di umidità con risultati riproducibili e solo  
10 nell'intervallo ottimale e limitato sorprendentemente scoperto, garantendo prestazioni di frenata più costanti nei vari lotti di produzione.

Di conseguenza la presente invenzione presenta i vantaggi seguenti:

- 15 • possibilità di regolare il contenuto di umidità sulla polvere grazie a un'essiccazione totale o parziale;
- aggiunta in una seconda fase della quantità di acqua desiderata, in modo da avere una limitazione  
20 minore sulla produzione di polvere di geopolimero e in particolare ottenendo il controllo dell'umidità durante il processo, consentendo di avere sempre un intervallo di umidità accettabile;
- è possibile recuperare gli scarti derivati

eventualmente dalla produzione della polvere di geopolimero;

- l'uso di acqua liquida durante la produzione del materiale di attrito ha l'effetto positivo secondario per ridurre la polvere volatile della miscela, grazie al fatto che l'acqua liquida mantiene la frazione di polvere sottile nella miscela.

Di conseguenza vengono soddisfatti tutti gli scopi della presente illustrazione.

#### Terminologia specifica

Sebbene alcuni dispositivi, sistemi e metodi di frenata siano stati illustrati nel contesto di determinate forme di realizzazione esemplificative, gli esperti nella tecnica comprenderanno che l'ambito di questa illustrazione si estende oltre le forme di realizzazione illustrate specificamente ad altre forme di realizzazione e/o usi alternativi delle forme di realizzazione e ad alcune loro modifiche ed equivalenti, come freni per sistemi frenanti basati su tamburi del freno. L'uso con qualsiasi struttura rientra espressamente nell'ambito di questa invenzione. Varie caratteristiche e aspetti delle forme di realizzazione illustrate possono essere combinati o sostituiti l'uno con l'altro, al fine di formare modalità variabili del gruppo.

L'ambito di questa illustrazione non deve essere limitato dalle particolari forme di realizzazione illustrate, descritte nella presente.

Il linguaggio condizionale, ad esempio "può" o  
5 "potrebbe", salvo ove diversamente indicato o diversamente inteso all'interno del contesto usato, intende generalmente esprimere che alcune forme di realizzazione includono o non includono alcune caratteristiche, elementi e/o fasi. Pertanto tale linguaggio condizionale generalmente non  
10 intende implicare che caratteristiche, elementi e/o fasi siano in alcun modo richiesti per una o più forme di realizzazione.

Salvo ove diversamente indicato, i termini "approssimativamente", "circa" e "sostanzialmente"  
15 nell'accezione qui utilizzata rappresentano una quantità vicina alla quantità indicata che esegue comunque una funzione desiderata o ottiene un risultato desiderato. Per esempio, in alcune forme di realizzazione, a seconda del contesto, i termini "approssimativamente", "circa" e  
20 "sostanzialmente" possono riferirsi a una quantità con differenza inferiore o pari al 10% rispetto alla quantità indicata. Allo stesso modo, il termine "generalmente" nell'accezione qui utilizzata rappresenta un valore, una quantità o una caratteristica che include prevalentemente o

tende a un valore, una quantità o una caratteristica specifici.

Questa illustrazione contempla espressamente la possibilità di combinare o sostituire le une con le altre  
5 varie caratteristiche e aspetti delle forme di realizzazione illustrate. Di conseguenza l'ambito di questa illustrazione non deve essere limitato dalle particolari forme di realizzazione illustrate descritte sopra, ma deve essere determinato soltanto mediante una lettura obiettiva delle  
10 rivendicazioni che seguono, nonché dall'ambito dei loro equivalenti.

## RIVENDICAZIONI

1. Metodo per la fabbricazione di un blocco o di uno strato di materiale d'attrito senza amianto e insensibile alla degradazione termica durante l'uso, comprendente le  
5 fasi di preparare una pasta umida formata miscelando una soluzione di silicato alcalino con un materiale selezionato nel gruppo costituito da metacaolino, caolino, cenere volante, loro miscele, preferibilmente solo metacaolino in polvere commerciale, e spalmare la pasta umida su un  
10 supporto per formare uno strato o un nastro che successivamente viene sottoposto a un trattamento termico per formare un aggregato di geopolimero; **caratterizzato dal fatto che:**

a)- il trattamento termico consiste nell'essiccare la  
15 pasta umida in un forno/fornace per ottenere un aggregato di geopolimero completamente essiccato o quasi completamente essiccato avente in ogni caso un contenuto di umidità inferiore a un contenuto di umidità desiderato da ottenere nel geopolimero; dove il metodo comprende inoltre  
20 le fasi di:

b)- macinare il geopolimero completamente essiccato o quasi completamente essiccato in una polvere;

c)- bagnare nuovamente la polvere di geopolimero completamente essiccata o quasi completamente essiccata  
25 fino a un contenuto di umidità desiderato;

d)- usare la polvere macinata e bagnata nuovamente come legante inorganico in un composto di materiale d'attrito, miscelandolo con fibre inorganiche e/o organiche e/o metalliche, con almeno un modificatore o lubrificante di attrito e con almeno un riempitivo o abrasivo, in modo da  
5 ottenere un composto di materiale d'attrito grezzo avente come legante quasi esclusivamente o esclusivamente detto aggregato geopolimerico bagnato nuovamente, macinato;

e)- stampare a caldo tra 40 °C e 300 °C il composto di  
10 materiale d'attrito grezzo per ottenere un blocco di materiale d'attrito avente almeno il 90% di geopolimero come legante.

2. Metodo secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che la fase c) viene effettuata in modo da ottenere  
15 un contenuto di umidità finale compreso tra il 4%p e il 16%p calcolato sul peso totale del legante di geopolimero dopo una nuova umidificazione.

3. Metodo secondo le rivendicazioni 1 o 2, caratterizzato dal fatto che la fase di riумidificazione c)  
20 viene eseguita aggiungendo alla polvere di geopolimero completamente essiccata o quasi completamente essiccata una quantità prestabilita di acqua liquida.

4. Metodo secondo le rivendicazioni 1 o 2, caratterizzato dal fatto che la fase di riумidificazione c)  
25 viene eseguita aggiungendo alla polvere di geopolimero

completamente essiccata o quasi completamente essiccata una quantità prestabilita di un sale idrato.

5           5. Metodo secondo la rivendicazione 4, caratterizzato dal fatto che il sale idrato è selezionato nel gruppo costituito da: carbonato di sodio o potassio decaidrato (per esempio,  $\text{CNa}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), fosfato di sodio o potassio dodecaidrato tribasico (per esempio,  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ), solfato di sodio o potassio decaidrato (per esempio,  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), qualsiasi loro combinazione.

10           6. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che la fase di riumidificazione c) viene effettuata durante e insieme la fase di miscelazione d) per ottenere detto composto di materiale d'attrito grezzo avente come legante quasi  
15           esclusivamente o esclusivamente detto aggregato geopolimerico bagnato nuovamente, macinato.

          7. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti da 1 a 5, caratterizzato dal fatto che la fase di riumidificazione c) viene effettuata prima della fase di  
20           miscelazione d) direttamente sulla polvere di geopolimero completamente essiccata o quasi completamente essiccata ottenuta dopo la fase b), usando un miscelatore Loedige o Eirich, preferibilmente aggiungendo nel miscelatore detta  
25           polvere di geopolimero completamente essiccata o quasi completamente essiccata e una quantità sostanziale di acqua

liquida.

8. Metodo per ottenere un legante inorganico per materiale d'attrito privo di amianto insensibile alla degradazione termica durante l'uso, comprendente le fasi di  
5 preparare una pasta umida formata miscelando una soluzione di silicato alcalino con un materiale selezionato nel gruppo costituito da metacaolino, caolino, cenere volante, loro miscele, preferibilmente solo metacaolino in polvere commerciale, e spalmare la pasta umida su un supporto per  
10 formare uno strato o un nastro che successivamente viene sottoposto a un trattamento termico per formare un aggregato di geopolimero; caratterizzato da:

a)- il trattamento termico consiste nell'essiccare la pasta umida in un forno/fornace per ottenere un aggregato  
15 di geopolimero completamente essiccato o quasi completamente essiccato avente in ogni caso un contenuto di umidità inferiore a un contenuto di umidità desiderato da ottenere nel geopolimero; dove il metodo comprende inoltre le fasi di:

20 b)- macinare il geopolimero completamente essiccato o quasi completamente essiccato in una polvere;

c)- bagnare nuovamente la polvere di geopolimero completamente essiccata o quasi completamente essiccata fino a un contenuto di umidità desiderato, dove detto  
25 aggregato di geopolimero bagnato nuovamente, macinato

costituisce il legante inorganico.

5       **9.** Legante inorganico per materiali d'attrito senza amianto e insensibile alla degradazione termica durante l'uso, caratterizzato dal fatto che è stato ottenuto con il metodo secondo la rivendicazione 8.

10       **10.** Pastiglia del freno (1) comprendente un blocco (27) di materiale d'attrito privo di amianto che include come materiali componenti fibre inorganiche e/o organiche e/o metalliche, almeno un legante, almeno un modificatore d'attrito o lubrificante e almeno un riempitivo o abrasivo, caratterizzato dal fatto che il legante è quasi completamente o completamente ed esclusivamente inorganico, poiché è costituito almeno per il 90% da un geopolimero amorfo o da una miscela di geopolimeri amorfi ed è stato  
15       ottenuto mediante il metodo secondo la rivendicazione 1.

**11.** Pastiglia del freno (1) secondo la rivendicazione 10, in cui il blocco (27) di materiale d'attrito presenta un rapporto in volume tra i lubrificanti e gli abrasivi contenuti nel materiale d'attrito selezionato tra 1:1 e 1:4.

20       **12.** Apparecchio o impianto (2) per la fabbricazione di pastiglie dei freni (1) avente un blocco (27) di materiale d'attrito in cui il legante è quasi completamente o esclusivamente inorganico, poiché è costituito almeno per il 90% da un geopolimero amorfo o da una miscela di  
25       geopolimeri amorfi; dove l'apparecchio (2) comprende:

- un primo miscelatore (3), per esempio un miscelatore di dispersione, configurato per ricevere e miscelare una soluzione di silicato caustico (4) in acqua e metacaolino (5) per ottenere una pasta semiliquida o un impasto semiliquido geopolimerica/o (6);
- una macchina di colata a nastro (7) configurata per colare sotto forma di uno strato o di un nastro (8) di spessore sostanzialmente uniforme un geopolimero appena formato (6) e per farla poggiare su un supporto (9);
- una fornace o un forno ad aria calda (12) configurata/o per ricevere lo strato o il nastro (8) di pasta o impasto semiliquido geopolimerica/o;
- un mulino (14) disposto a valle del forno o della fornace (12) configurato per schiacciare detto strato o nastro (8) di pasta o impasto semiliquido geopolimerico in una polvere (8c) avente un intervallo di granulometria prefissato;

**caratterizzato dal fatto che**

- a) detta fornace o forno ad aria calda (12) è configurato per portare lo strato o il nastro (8) di pasta o impasto semiliquido geopolimerico in una condizione completamente o quasi completamente

essiccata (8b);

b) detto mulino (14) è configurato per ricevere il  
geopolimero essiccato o quasi essiccato (8b) per  
schiacciarlo in una polvere geopolimerica  
5 essiccata o quasi essiccata (8c) di  
preferibilmente una granulometria compresa tra 1  
e 100 micron;

dove detto apparecchio (2) comprende inoltre:

- almeno un rilevatore di umidità (18) disposto a  
10 valle del forno/fornace (12) configurato per  
rilevare l'umidità del geopolimero reagito dopo il  
forno/fornace (12);

- un secondo miscelatore (20) disposto a valle del  
mulino (14) e configurato per ricevere il  
15 geopolimero essiccato o quasi essiccato (8b)  
schiacciato in una polvere (8c) e una quantità  
prefissata di acqua, sotto forma di acqua liquida  
o di un sale idrato, dove il secondo miscelatore  
(20) è configurato per bagnare nuovamente la  
20 polvere geopolimerica essiccata o quasi essiccata  
(8c) a un contenuto di umidità preciso uguale o  
inferiore al contenuto di umidità che il  
geopolimero reagito (8) ha all'uscita della  
macchina di colata (7);

- dove l'apparecchio (2) è configurato così che

25

o detto secondo miscelatore (20) è configurato per ricevere inoltre tutti i materiali componenti di detto materiale di attrito; oppure

5 o detto secondo miscelatore (20) è configurato esclusivamente per bagnare nuovamente la polvere (8c) a un valore prefissato di umidità mediante aggiunta diretta di acqua liquida o mediante aggiunta indiretta di

10 acqua per mezzo di aggiunta di sali idrati, dove l'apparecchio (2) comprende inoltre un terzo miscelatore (20b) disposto a valle del secondo miscelatore (20) e configurato per ricevere un geopolimero bagnato nuovamente,

15 idratato precisamente (8d) e tutti gli altri materiali componenti di detto materiale d'attrito (21);

- un'apparecchiatura di stampaggio (26) configurata per ricevere una composizione di materiale

20 d'attrito (25) ottenuta nel secondo o nel terzo miscelatore per stamparlo in un blocco o in uno strato di materiale d'attrito (27) avente come legante soltanto o quasi completamente una matrice di geopolimero ben consolidata.

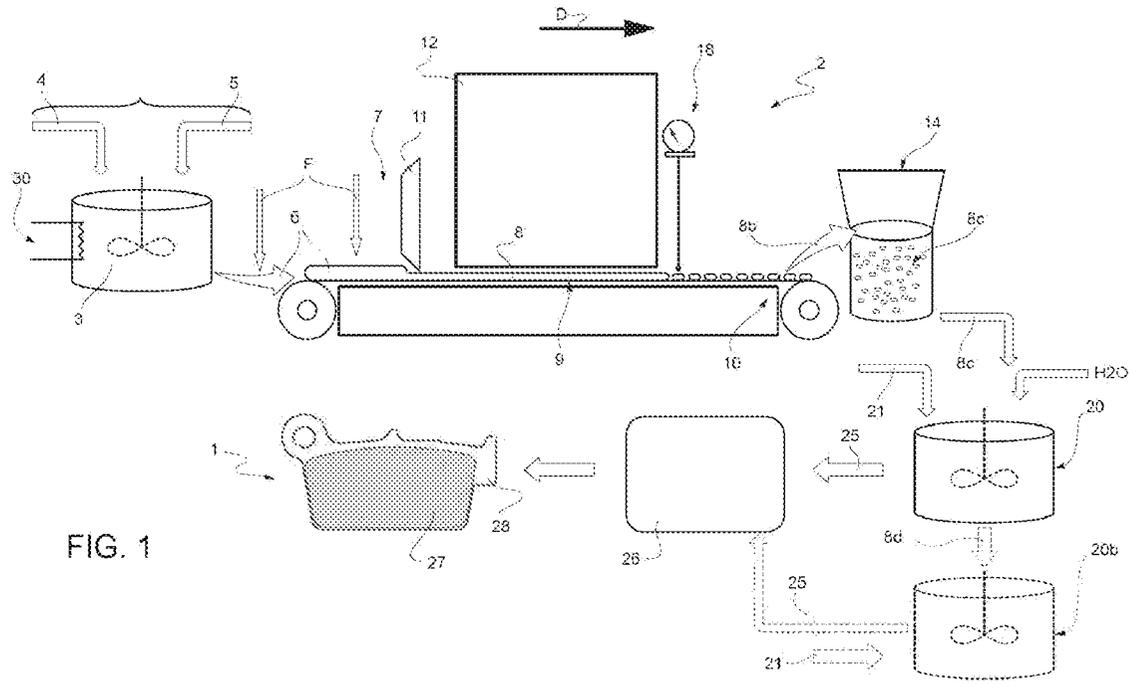
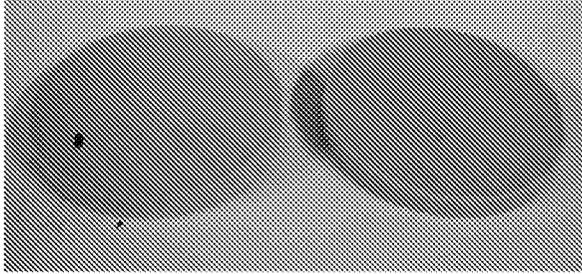
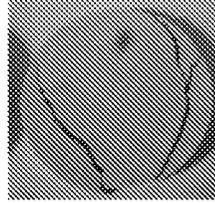


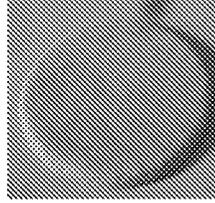
FIG. 1



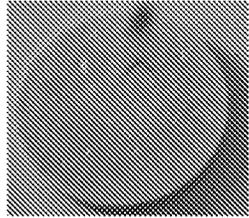
a)



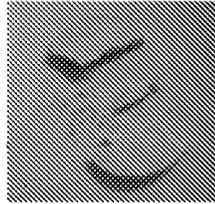
b)



c)



e)



d)

FIG. 2

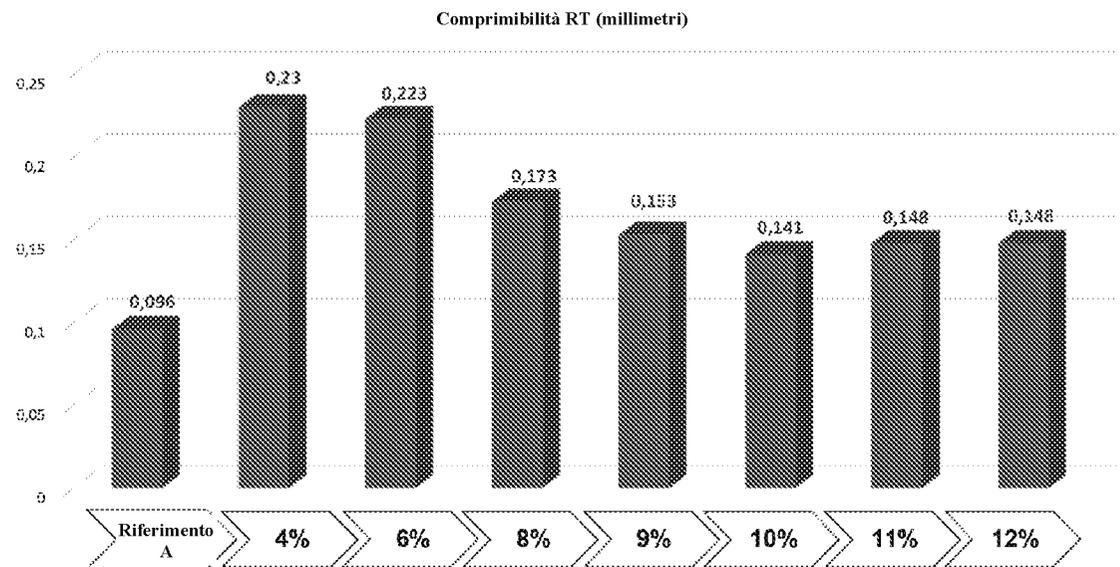


FIG. 3

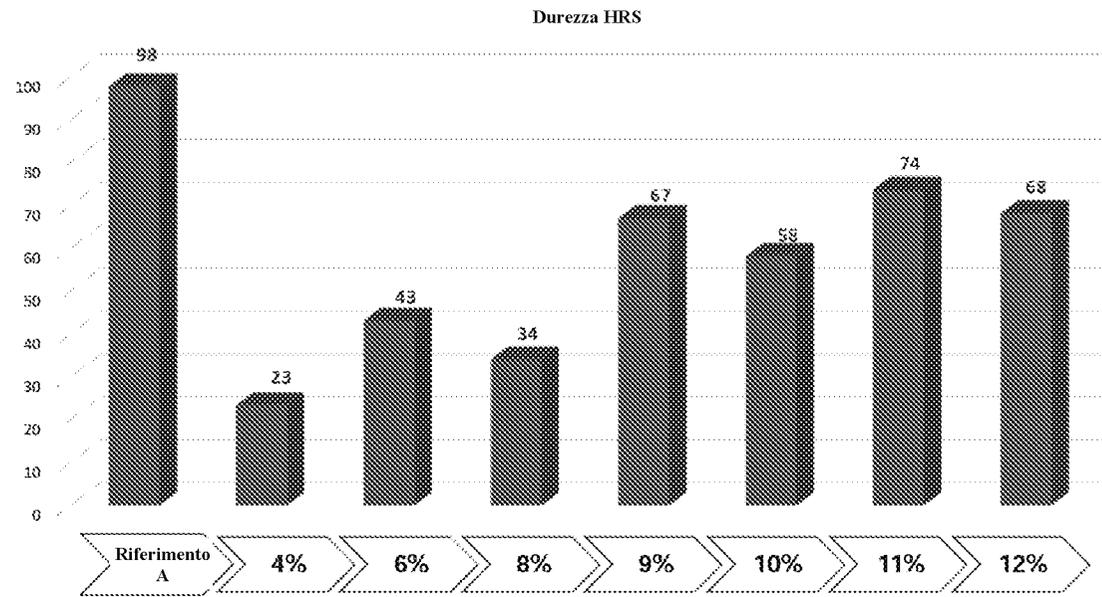


FIG. 4

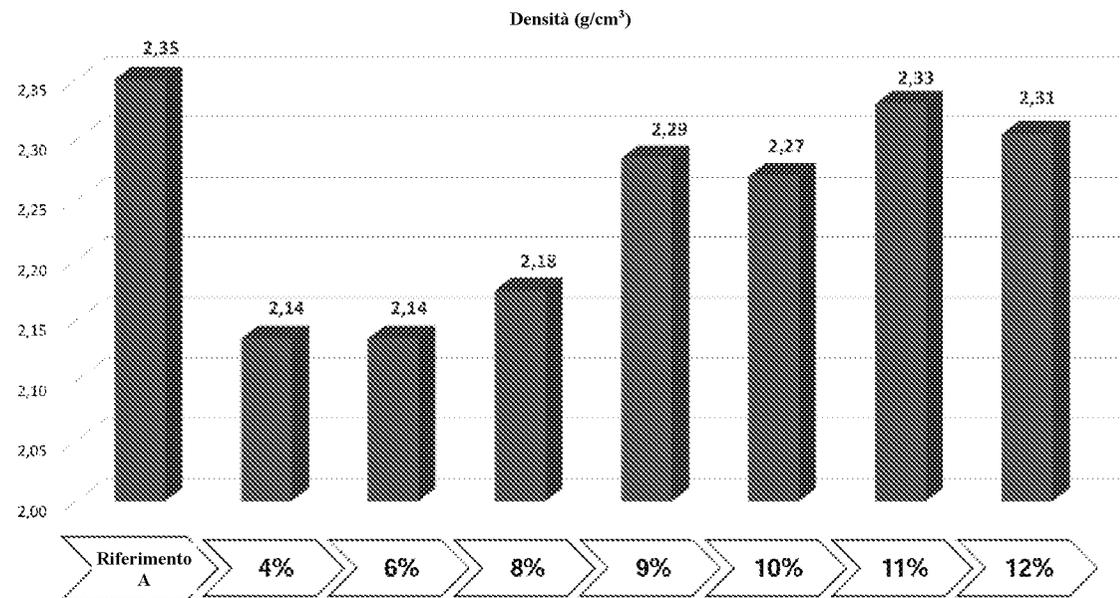


FIG. 5

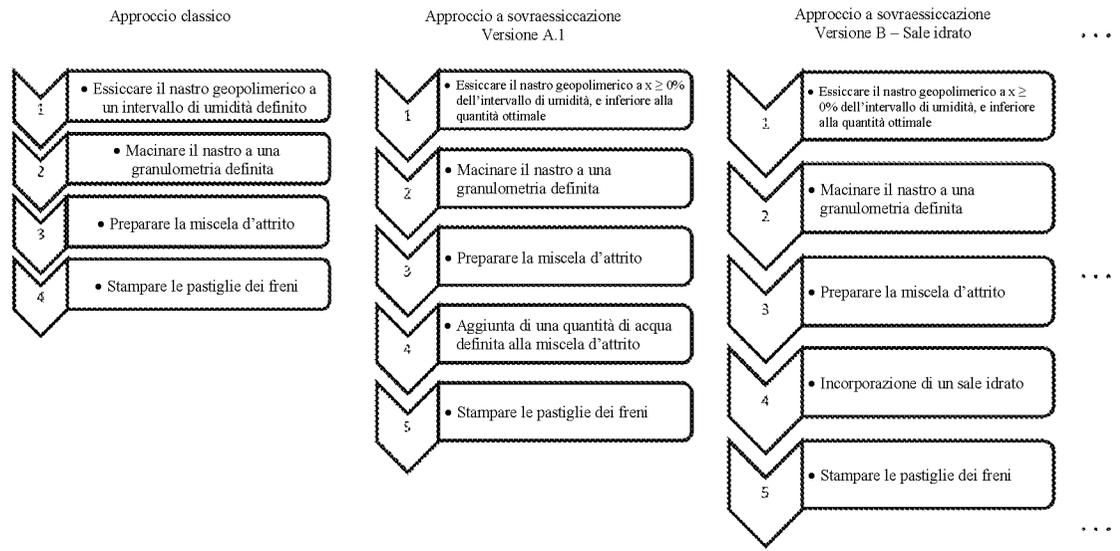


FIG. 6

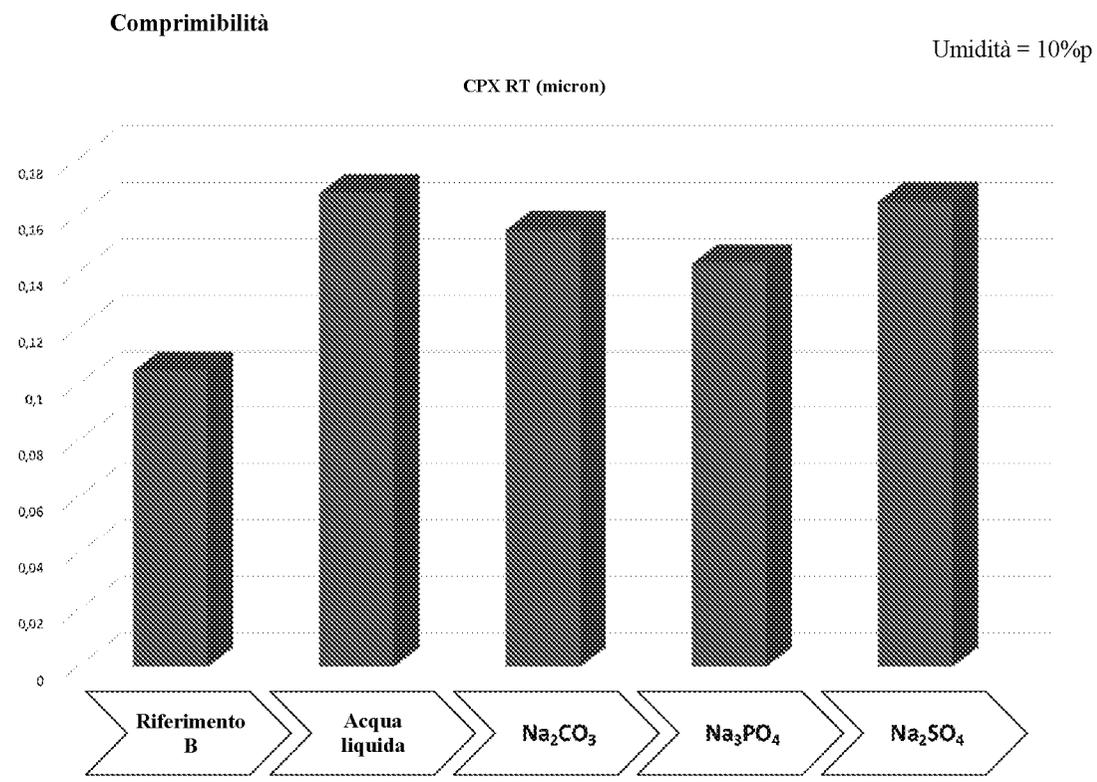


FIG. 7

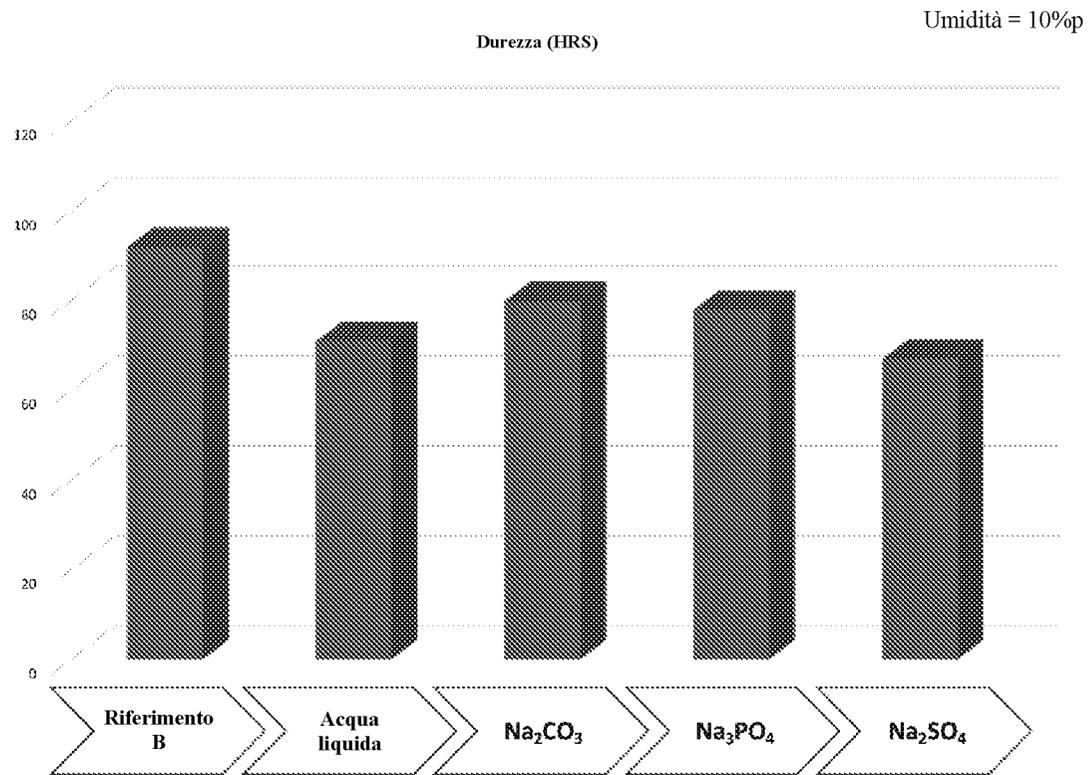


FIG. 8

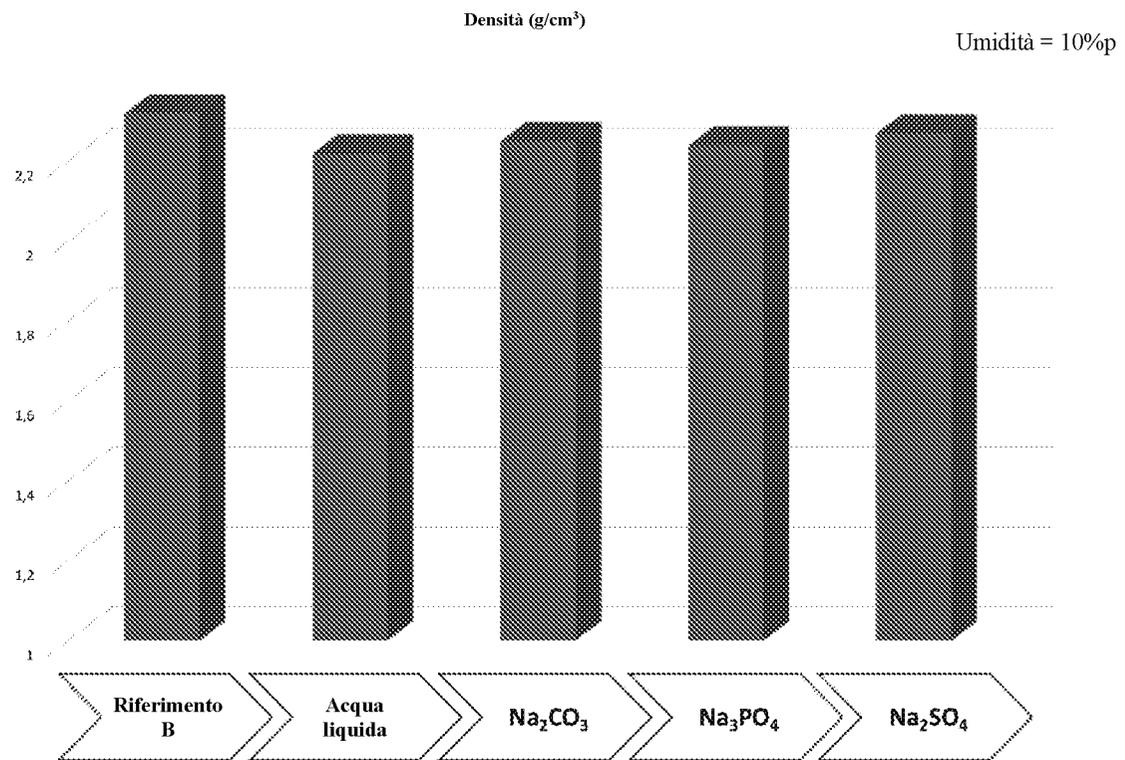


FIG. 9

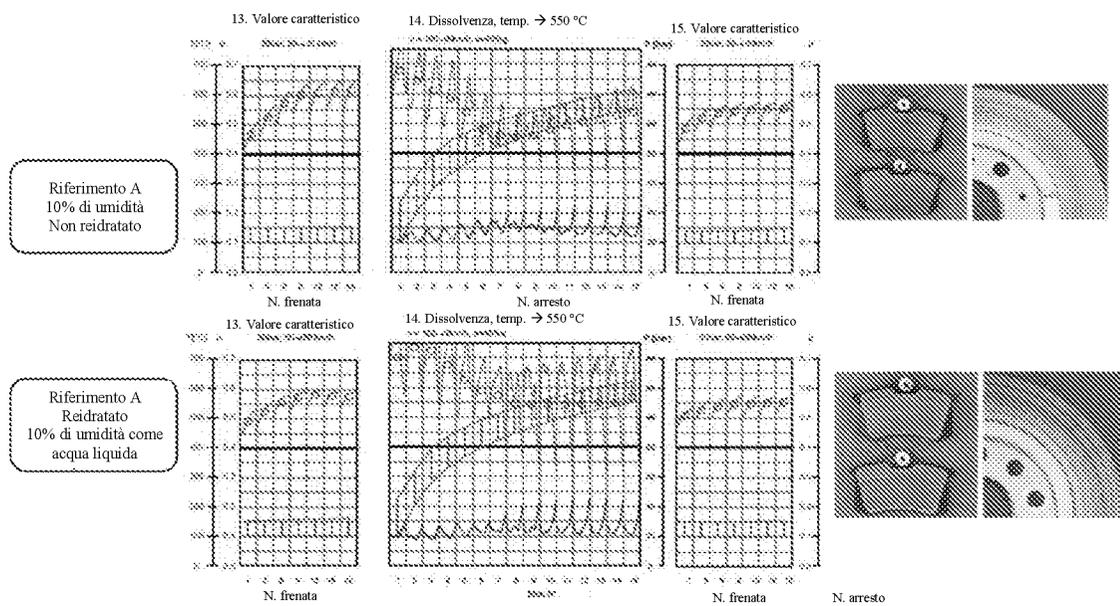
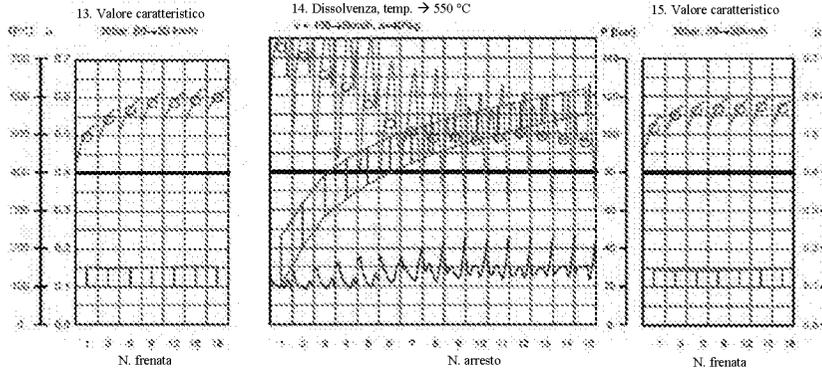


FIG. 10

Riferimento B  
Reidratato  
10%U – Acqua  
liquida



Riferimento B  
Reidratato  
10%U – Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

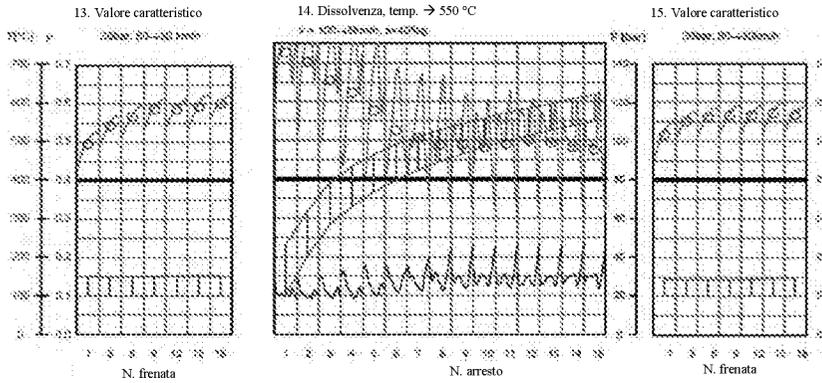
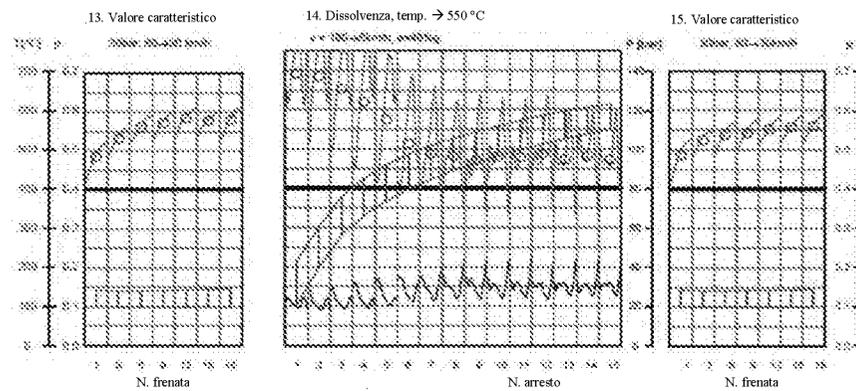


FIG. 11

Riferimento B  
Reidratato  
10%U - Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>



Riferimento B  
Reidratato  
10%U - Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

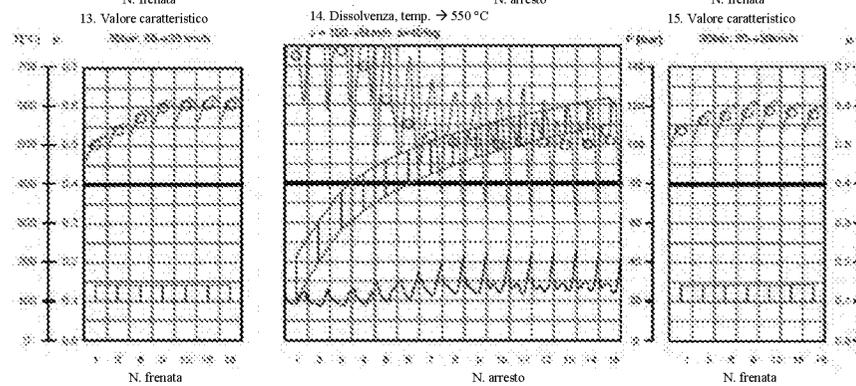


FIG. 12