



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2011 00133

(22) Data de depozit: 16.02.2011

(41) Data publicării cererii:
29.03.2013 BOPI nr. 3/2013

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
METALE NEFEROASE ȘI RARE - IMNR,
BD.BIRUIȚEI NR.102,
COMUNA PANTELIMON, IF, RO

(72) Inventatori:
• SÂRBU ANDREI, STR.VALEA OLTULUI
NR. 16, BL.A 28, SC.C, ET.2, AP.37,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• LUNGU ANAMARIA,
STR. STÂNJENEILOR NR. 8, BL. 1A, SC. A,
AP. 9, ET. 2, SINAIA, PH, RO;
• MARA ELEONORA LUMINIȚA, STR. HUȘI
NR. 4, BL. 35, SC. 3, ET. 1, AP. 39,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
• FRUTH OPRÎȘAN VICTOR,
STR. PLANTELOR NR. 14, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO;

• TEODORESCU SAVA MIRCEA,
CALEA VĂCĂREȘTI NR. 220-224, BL. 69B,
AP. 58, SC.2, ET. 7, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;
• VASILESCU PAUL,
STR.DRUMUL TABEREI NR.101, BL. TD14,
SC. A, ET. 5, AP. 34, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, RO;
• GAREA SORINA, STR. PRĂSILEI NR. 8,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
• BOMBOȘ DORIN, CALEA CRÂNGAȘI
NR.9, BL.5, SC.1, ET.5, AP.30, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• IOVU HORIA, STR.MARIA TĂNASE NR.3,
BL.13, SC.2, ET.4, AP.49, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;
• CIRIPOIU ANIȚA LAURA,
STR. NICOLAE TITULESCU NR. 117,
BL. H3, SC. A, AP. 14, RÂMNICU VÂLCEA,
VL, RO;
• SÂRBU LILIANA, STR. VALEA OLTULUI
NR. 16, BL. A 28, SC.C, ET. 2, AP. 37,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• ZAHARIA EMILIAN,
STR. GENERAL MAGHERU NR. 11, BL. G,
SC. E, AP. 9, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO

(54) PROCEDEU DE OBTINERE A SPUMELOR CERAMICE DIN
MICRO ȘI NANOCOMPOZITE CU GELURI POLIMERICE

(57) Rezumat:

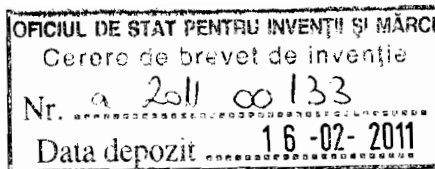
Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor spume ceramice utilizate pentru depoluarea gazelor din centrale termice. Procedeu conform invenției constă din dispersarea unor oxizi ceramici de tip caolină brută, alumină, silice sau amestecuri ale acestora timp de 1...2 h, în apă demineralizată, în prezență de 15...20% soluție de poliacrilat de amoniu, după care în suspensia apoasă obținută se adaugă sub agitare acid acrilic, N, N' metilen bis acrilamidă, soluție apoasă metabisulfid de sodiu, o altă soluție apoasă de persulfat de potasiu,

eventual o soluție apoasă de sulfat feros, rezultând o suspensie finală având o concentrație a oxizilor ceramici de 40...50%, care se toarnă în forme, pentru gelifiere, și se menține timp de 60...80 min, pentru stabilizarea structurii, după care produsul crud se tratează termic la o temperatură de 1000...1200°C, din care rezultă spume ceramice având o porozitate totală de 80% și un diametru mediu al porilor de 0,5...1 mm.

Revendicări: 2

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).





PROCEDEU DE OBȚINERE A SPUMELOR CERAMICE DIN MICRO ȘI NANOCOMPOZITE CU GELURI POLIMERICE

Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a spumelor ceramice din micro și nanocompozite cu geluri polimerice, cu aplicații în filtrarea gazelor fierbinți precum cele de la centralele termice.

Se cunosc mai multe metode de producere a spumelor ceramice:

-*Metoda replicării cu polimer (RP)*, în care matricea polimerică poroasă (de tip spumă flexibilă) este introdusă într-o suspensie apoasă ce conține amestecuri de oxizi (alumina, silice, oxid de magneziu, etc) și aditivi de udare, pentru a se îmbiba cu aceștia. Apoi, produsul îmbibat este stors și supus unui regim termic de uscare, calcinare și sinterizare foarte bine controlat, în urma căruia matricea polimerică este îndepărtată prin ardere și se obține spuma ceramică. (US Patent 4803025, **1989**). Metoda are dezavantajul unei mari diferențe de porozitate între centrul și suprafețele spumei (din cauza stoarcerii neuniforme).

-*Metoda arderii cu eliminarea unor agenți porogeni*, rezultați din descopunerea unor lianți polimerici organici, precum: hidroxipropilmetilceluloza (US Patent 7858554, **2009**). Metoda are dezavantajul că porozitatea spumelor este foarte neomogenă.

- *Metoda sol gel*, în care spuma se formează concomitent cu ceramica (US Patent Appl. 20040241238 **2004**). Metoda are dezavantajul că utilizează materii prime foarte scumpe (alcooxizi metalici).

-*Metoda de „gel casting”*. Aceasta constă în prepararea unei suspensii apoase de oxizi anorganici (SiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , etc), în care se află agenți de gelifiere și aditivi de spumare, care este amestecată viguros. Suspensia este apoi turnată într-o formă, în care are loc gelifierea, după care se aplică un tratament termic controlat (uscare, calcinare, sinterizare). Metoda, care se utilizează pentru obținerea de diferite forme de materiale ceramice, are mai multe variante, dintre care cea mai interesantă este cea a gelifierii prin polimerizare (Sha Li and al., Key Eng. Mat. Vol 434- 435, **2010** p. 79-80 și US Patent 4894194, **1990**). Aceste procedee au dezavantajul că folosesc drept comonomeri acrilamida sau metacrilamida, care sunt foarte periculoși fiind cancerigeni și neurotoxici. Există și procedee care utilizează monomeri mai puțin toxici, precum acidul acrilic (Mehrdad Kokabi et al., J. Eur. Cer. Soc. 26, **2006**, p. 3083-3090), dar, ca și în cazul monomerilor precedenți, sistemul de inițiere folosit are dezavantajul că necesită gelifierea la

temperaturi de peste 60 °C, fiind deci necesară încălzirea formelor și în plus structura și porozitatea sunt neomogene din cauza dimensiunii prea mari a oxizilor ceramici.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în utilizarea ca sistem de inițiere radicală a unui sistem redox, pentru gelifierea compoziției de gel casting formată din suspensie apoasă de oxizi ceramici nanoporoși sau de dimensiuni micro sau nanometrice, acid acrilic și metilen bisacrilamida, după care corpurile brute obținute sunt uscate și apoi tratate termic pentru arderea polimerului organic și sinterizarea particulelor ceramice, astfel încât să se obțină caracteristicile compoziționale și structurale dorite ale spumei ceramice, corespunzătoare domeniului de utilizare.

Procedeul conform invenției înlătură dezavantajele procedeelelor menționate anterior prin aceea că oxizii ceramici de dimensiune micro sau nanometrică sau nanoporoși (caolina brută, alumina, silice sau amestecuri ale acestora în diferite proporții) se dispersează timp de 1-2 ore în apa demineralizată, în prezența de poli-acrilat de amoniu (soluție apoasă 20 % de poli-acrilat de amoniu adugată în cantitate de 15- 20 % față de oxizii ceramici), pentru a se forma în final o suspensie apoasă, în care se adaugă acid acrilic (15-35 % față de oxizii ceramici), N, N' metilen bis acrilamida (1: 20-60 față de acidul acrilic), soluție apoasă 2,0 % de metabisulfid de sodiu (concentrația de metabisulfid de sodiu în suspensie fiind de 0,2 – 0,6 % față de acidul acrilic), soluție apoasă 2,0 % de persulfat de potasiu (concentrația de persulfat de potasiu în suspensie fiind de 0,2- 0,6 % față de acidul acrilic) și opțional se poate adăuga soluție apoasă 2,0 % de sulfat feros (concentrația de sulfat feros în suspensie fiind de 0,1-0,5 % față de acidul acrilic), concentrația oxizilor ceramici, în suspensia finală, fiind de 40-50 % (fără a socoti monomerii), se amestecă totul energetic timp de 2-8 minute, după care suspensia se toarnă în forme și se lasă să gelifice timp de 2-10 minute, la temperatura camerei (circa 22 °C), în contact cu atmosfera, se mai lasă în aceleași condiții încă 60- 80 minute pentru stabilizarea structurii, după care corpul crud se scoate din forme, se lasă să se preusuce în aer, la temperatura camerei (22 °C) timp de 20-24 de ore și se pune într-o etuva cu circulație de aer, la temperatura de 105-110 °C, până la atingerea unei greutateți aproape constante (variația între 2 cântăriri ale corpului la interval de 4 ore fiind de maxim 2 %) și apoi corpul uscat este introdus într-un cuptor, aflat la temperatura de 22-30 °C și se ridică temperatura cuptorului până la o valoare maximă de 1000-1200 °C, cu un gradient de temperatură de 20- 25 °C/min., temperatura menținându-se la valoarea maximă dorită,

timp de 3- 4 ore, după care se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală, până la temperatura de 25-30 °C, când se scot din cuptor spumele ceramice obținute. In calitate de oxizi ceramici se utilizează pulbere micrometrică de caolină brută (cu diametrul mediu al particulelor sub 350 μm), silice nanoporoasă (cu diametrul mediu al porilor sub 40 nm și dimensiunea medie a particulelor sub 200 μm), micropulbere de alumina (cu diametrul mediu al particulelor sub 250 μm) și nanopulbere de alumina (cu diametrul mediu al particulelor sub 200 nm).

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- utilizează materii prime ieftine, precum oxizi ceramici industriali: caolina brută, alumina și silice și un monomer de mare tonaj: acidul acrilic;
- asigură o mare uniformitate compozițională și structurală spumei ceramice obținute, inclusiv din punct de vedere al porozității, prin amestecul intim între oxizii ceramici și monomerii organici, la nivel micro și nanometric, și prin timpul de gelifiere scurt;
- permite dirijarea porozității spumei, în funcție de oxidul ceramic folosit, de cantitatea de monomeri din suspensia de gelifiere și în funcție de condițiile de lucru;
- prezintă un pericol redus asupra sănătății salariaților sau asupra mediului înconjurător, deoarece nu se folosesc monomeri cancerigeni sau neurotoxici;
- se reduc consumurile energetice și costurile de investiție deoarece gelifierea se realizează la temperatura camerei și deci nu este necesară încălzirea formelor.

Se dau în continuare exemple de realizare a invenției:

Exemplul 1

Intr-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 găhuri, se introduc 53 ml apă demineralizată, 6 ml de soluție apoasă 20% de poliacrilat de amoniu (PA) (15% soluție față de caolina) și, sub agitare energetică, 40 g pulbere micrometrică de caolină brută (cu diametrul mediu al particulelor sub 350 μm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea caolinei timp de 1 oră. In suspensia obținută se adaugă 13,3 ml acid acrilic (AA) (35% față de caolina), 0,19 ml N,N' metilen bis acrilamida (MBAM) (1:60 față de AA) , 1,4 ml soluție apoasă 2 % de metabislufit de sodiu (MS) (0,2% MS față de AA) și 1,4 ml soluție apoasă 2 % de persulfat de potasiu (PK) (0,2% PK față de AA). Concentrația de caolina în suspensia finală (fără a socoti și monomerii)

este de 40%. Se continuă agitarea în balon timp de 2 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 2 minute pentru gelifiere și apoi se lasă în aceleași condiții încă 60 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 20 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 105 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 25 °C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1100 °C se menține cuptorul la aceasta valoare timp de 4 ore. Apoi se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 30 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o bună uniformitate compozițională și structurală, cu o porozitate totală de 82 % (62 % deschisă și 20 % închisă) și cu un diametru mediu al porilor deschiși de 1 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

Exemplul 2

Intr-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gătuiri, se introduc 37,6 ml apă demineralizată, 10 ml de soluție apoasă 20% de PA (20% soluție față de caolina) și, sub agitare energetică, 50 g pulbere micrometrică de caolină brută (cu diametrul mediu al particulelor sub 350 μm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea caolinei timp de 2 ore. În suspensia obținută se adaugă 7,1 ml AA (15% față de caolina), 0,30 ml MBAM (1: 20 față de acidul acrilic), 2,25 ml soluție apoasă 2 % de MS (0,6% MS față de AA) și 2,25 ml soluție apoasă 2 % de PK (0,6% PK față de AA). Concentrația de caolină în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 50%. Se continuă agitarea în balon timp de 8 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 10 minute pentru gelifiere și apoi se lasă în aceleași condiții încă 80 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 24 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă, corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 20

°C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1100 °C se menține cuptorul la aceasta valoare timp de 3 ore. Apoi se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 25 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o bună uniformitate compozițională și structurală, cu o porozitate totală de 48 % (34 % deschisă și 14 % închisă) și cu diametrul mediu al porilor deschiși de 0,5 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

Exemplul 3:

Intr-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 găuri, se introduc 53 ml apă demineralizată 6 ml de soluție apoasă 20% de PA (15 % soluție față de silice) și, sub agitare energetică, 40 g silice nanoporoasă (cu diametrul mediu al porilor sub 40 nm și cu diametrul mediu al particulelor sub 200 μm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea silicei timp de 1 oră. În suspensia obținută se adaugă 13,3 ml AA (35% față de silice), 0,19 ml MBAM (1:60 față de AA), 1,4 ml soluție apoasă 2 % de MS (0,2 MS % față de AA) și 1,4 ml soluție apoasă 2 % de PK (0,2 % PK față de AA). Concentrația de silice în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 40%. Se continuă agitarea în balon timp de 3 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 4 minute pentru gelifiere și apoi se lasă în aceleași condiții încă 60 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 22 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 105 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 25 °C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1000 °C se menține cuptorul la această valoare timp de 4 ore. Apoi se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 30 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o bună uniformitate compozițională și structurală, cu o porozitate totală de 78 % (56 % deschisă și 22 % închisă) și cu un diametru mediu al porilor deschiși de 0.8 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

Exemplul 4

Intr-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 găuri, se introduc 37,1 ml apă demineralizată, 10 ml de soluție apoasă 20% de PA (20% soluție față de silice) și, sub agitare energetică, 50 g silice

nanoporoasă (cu diametrul mediu al porilor sub 40 nm și cu diametrul mediu al particulelor sub 200 μm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea silicei timp de 2 ore. În suspensia obținută se adaugă 11,9 ml AA (25% față de silice), 0,25 ml MBAM (1:40 față de AA), 2,5 ml soluție apoasă 2 % de MS (0,4 MS % față de AA) și 2,5 ml soluție apoasă 2 % de PK (0,4 PK % față de AA). Concentrația de silice în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 50%. Se continuă agitarea în balon timp de 4 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 8 minute pentru gelifiere și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 24 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă, corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 20 °C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1000 °C se menține cuptorul la aceasta valoare timp de 3 ore. Apoi se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 25 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o bună uniformitate compozițională și structurală, cu o porozitate totală de 68 % (52 % deschisă și 16 % închisă) și cu diametrul mediu al porilor deschiși de 0,7 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

Exemplul 5

Intr-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gături, se introduc 48,9 ml apă demineralizată, 6 ml de soluție apoasă 20% de PA (15 % soluție față de alumina) și, sub agitare energetică, 40 g nanopulbere de alumina (cu diametrul mediu al particulelor sub 200 nm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea aluminei timp de 1 oră. În suspensia obținută se adaugă 13,3 ml AA (35% față de alumina), 0,19 ml MBAM (1: 60 față de AA), 1,4 ml soluție apoasă 2 % de MS (0,2% MS față de AA) și 1,4 ml soluție apoasă 2 % de PK (0,2 % PK față de AA) și 3,5 ml soluție apoasă 2 % de sulfat feros (SF) (0,5% SF față de AA). Concentrația de alumina în suspensia finală (fara a socoti și monomerii) este de 40%. Se continuă agitarea în balon timp de 2 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 2 minute pentru gelifiere și apoi se

lasă în aceleași condiții încă 70 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 20 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 105 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 25 °C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1200 °C se menține cuptorul la aceasta valoare timp de 4 ore. Apoi se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 30 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o bună uniformitate compozițională și structurală, cu o porozitate totală de 83 % (58 % deschisă și 25 % închisă) și cu un diametru mediu al porilor deschiși de 0.9 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

Exemplul 6

Intr-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 găuri, se introduc 33,6 ml apă demineralizată, 10 ml de soluție apoasă 20% de PA (20 % soluție față de alumina) și, sub agitare energetică, 50 g micropulbere de alumina (cu diametrul mediu al particulelor 250 μm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea aluminei timp de 2 ore. În suspensia obținută se adaugă 11,9 ml AA (25% față de alumina), 0,25 ml MBAM (1: 40 față de AA), 2,5 ml soluție apoasă 2 % de MS (0,4% MS față de AA), 2,5 ml soluție apoasă 2 % de PK (0,4% PK față de AA) și 0,62 ml soluție apoasă 2 % de SF (0,1% SF față de AA). Concentrația de alumina în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 50%. Se continuă agitarea în balon timp de 4 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 6 minute pentru gelifiere și apoi se lasă în aceleași condiții încă 60 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 24 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masa între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă, corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 20 °C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1200 °C se menține cuptorul la această valoare timp de 4 ore. Apoi se oprește încălzirea

cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 25 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o porozitate totală de 77 % (56 % deschisă și 21 % închisă) și cu diametrul mediu al porilor deschiși de 0,7 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

Exemplul 7

Intr-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 gâturi, se introduc 33,3 ml apă demineralizată, 10 ml de soluție apoasă 20% de PA (20% soluție față de amestecul de pulberi) și, sub agitare energetică, 25 g micropulbere de alumina (cu diametrul mediu al particulelor sub 250 μm) și 25 g micropulbere de caolina brută (cu diametrul mediu al particulelor sub 350 μm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea oxizilor ceramici timp de 2 ore. În suspensia obținută se adaugă 11,9 ml AA (25% față de pulberi), 0,30 ml MBAM (1: 33,7 față de AA), 2,5 ml soluție apoasă 2 % de MS (0,4% MS față de AA), 2,5 ml soluție apoasă 2 % de PK (0,4% PK față de AA) și 0,9 ml soluție apoasă 2 % de SF (0,14 % SF față de AA). Concentrația de oxizi ceramici în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 50%. Se continuă agitarea în balon timp de 3 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 5 minute pentru gelifiere și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 22 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 105 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă, corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 20 °C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1200 °C se menține cuptorul la această valoare timp de 4 ore. Apoi se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 25 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o bună uniformitate compozițională și structurală, cu o porozitate totală de 75 % (55 % deschisă și 20 % închisă) și cu diametrul mediu al porilor deschiși de 0,6 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

Exemplul 8

Intr-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 găhuri, se introduc 50,0 ml apă demineralizată, 6 ml de soluție apoasă 20% de PA (15 % soluție față de pulberi) și, sub agitare energetică, 20 g nanopulbere de alumina (cu diametrul mediu al particulelor sub 200 nm) și 20 g pulbere nanoporoasă de silice (cu diametrul mediu al porilor sub 40 nm și cu diametrul mediu al particulelor sub 200 μm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea oxizilor timp de 1 oră. În suspensia obținută se adaugă 13,3 ml AA (35% față de oxizi), 0,19 ml MBAM (1:60 față de AA), 1,4 ml soluție apoasă 2 % de MS (0,2 % MS față de AA), 1,4 ml soluție apoasă 2 % de PK (0,2 % PK față de AA) și 2,4 ml soluție apoasă 2 % de sulfat feros (SF) (0,34 % SF față de AA). Concentrația de oxizi în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 40 %. Se continuă agitarea în balon timp de 3 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 4 minute pentru gelifiere și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 20 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 25 °C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1200 °C se menține cuptorul la această valoare timp de 4 ore. Apoi se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 30 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o bună uniformitate compozițională și structurală, cu o porozitate totală de 84 % (59 % deschisă și 25 % închisă) și cu un diametru mediu al porilor deschiși de 0,9 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

Exemplul 9

Intr-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 găhuri, se introduc 50,0 ml apă demineralizată, 6 ml de soluție apoasă 20% de PA (15 % soluție față de pulberi) și, sub agitare energetică, 20 g micropulbere de caolina brută (cu diametrul mediu al particulelor sub 350 μm) și 20 g pulbere nanoporoasă de silice (cu diametrul mediu al porilor sub 40 nm și cu diametrul mediu al particulelor sub 200 μm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea pulberilor

timp de 1 oră. În suspensia obținută se adaugă 13,3 ml AA (35% față de oxizi), 0,28 ml MBAM (1:40 față de AA) 2,1 ml soluție apoasă 2 % de MS (0,3 MS % față de AA), 2,1 ml soluție apoasă 2 % de PK (0,3 % PK față de AA) și 2,1 ml soluție apoasă 2 % de SF (0,3 SF % față de AA). Concentrația de oxizi în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 40 %. Se continuă agitarea în balon timp de 3 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 4 minute pentru gelifiere și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 20 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 25 °C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1200 °C se menține cuptorul la aceasta valoare timp de 4 ore. Apoi se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 30 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o bună uniformitate compozițională și structurală, cu o porozitate totală de 79 % (58 % deschisă și 21 % închisă) și cu un diametru mediu al porilor deschiși de 0.9 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

Exemplul 10

Într-un balon de sticlă de 250 ml, cu 2 găuri, se introduc 41,0 ml apă demineralizată, 8 ml de soluție apoasă 20% de PA (17,8% față de pulberi) și, sub agitare energetică, 15 g micropulbere de caolina brută (cu diametrul mediu al particulelor sub 350 μm), 15 g micropulbere de alumina (cu diametrul mediu al particulelor sub 250 μm) și 15 g pulbere nanoporoasă de silice (cu diametrul mediu al porilor sub 40 nm și cu diametrul mediu al particulelor sub 200 μm). Se lasă suspensia sub agitare energetică pentru dispersarea pulberilor timp de 1 oră. În suspensia obținută se adaugă 15 ml AA (35 % față de de oxizi) , 0,32 ml MBAM (1: 40 față de AA), 2.2 ml soluție apoasă 2 % de MS (0,25% MS față de AA), 2,5 ml soluție apoasă 2 % de PK (0,32 % PK față de AA) și 2,1 ml soluție apoasă 2 % de SF (0,25% SF față de AA). Concentrația de oxizi în suspensia finală (fără a socoti și monomerii) este de 45 %. Se continuă agitarea în balon timp de 3 minute, după care suspensia obținută se toarnă în matrițe de diferite forme, unde se lasă la

temperatura camerei, în contact cu atmosfera, timp de cca 5 minute pentru gelifiere și apoi se lasă în aceleași condiții încă 70 minute pentru definitivarea structurii. Corpurile crude se scot din matrițe, se lasă să se preusuce în aer liber, la temperatura camerei (22 °C) timp de 24 ore, după care se introduc într-o etuvă cu circulație de aer cald, la temperatura de 110 °C, cântărindu-se din 4 în 4 ore. Atunci când diferența de masă între 2 cântăriri ale aceluiași corp variază cu mai puțin de 2 % față de cântărirea precedentă corpurile se scot din etuvă și se introduc într-un cuptor. Se pornește încălzirea cuptorului cu un gradient de 25 °C/min și în momentul în care se atinge temperatura de 1200 °C se menține cuptorul la această valoare timp de 4 ore. Apoi se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală. Când temperatura în cuptor ajunge la 30 °C spumele ceramice obținute se scot din cuptor. S-au obținut spume ceramice cu o bună uniformitate compozițională și structurală cu o porozitate totală de 80 % (58 % deschisă și 22 % închisă) și cu un diametru mediu al porilor deschiși de 0.8 mm, cu o distribuție monomodală îngustă a porilor.

REVENDICĂRI

1. Procedeu de obținere a spumelor ceramice din micro și nanocompozite cu geluri polimerice, caracterizat prin aceea că oxizii ceramici de dimensiune micro sau nanometrică sau nanoporoși (caolina brută, alumina, silice sau amestecuri ale acestora în diferite proporții) se dispersează timp de 1-2 ore în apă demineralizată în prezența de poliacrilat de amoniu (soluție apoasă 20 % de poliacrilat de amoniu adugată în cantitate de 15- 20 % față de oxizii ceramici), pentru a se forma în final o suspensie apoasă, în care se adaugă acid acrilic (15-35 % față de oxizii ceramici), N,N' metilen bis acrilamida (1: 20-60 față de acidul acrilic), soluție apoasă 2,0 % de metabisulfat de sodiu (concentrația de metabisulfat de sodiu în suspensie fiind de 0,2 – 0,6 % față de acidul acrilic), soluție apoasă 2,0 % de persulfat de potasiu (concentrația de persulfat de potasiu în suspensie fiind de 0,2- 0,6 % față de acidul acrilic) și opțional se poate adăuga soluție apoasă 2,0 % de sulfat feros (concentrația de sulfat feros în suspensie fiind de 0,1-0,5 % față de acidul acrilic), concentrația oxizilor ceramici, în suspensia finală, fiind de 40-50 % (fără a socoti monomerii), se amestecă totul energetic timp de 2-8 minute, după care suspensia se toarnă în forme și se lasă să gelifice timp de 2-10 minute, la temperatura camerei (circa 22 °C), în contact cu atmosfera, se mai lasă în aceleași condiții încă 60- 80 minute pentru stabilizarea structurii, după care corpul crud se scoate din forme, se lasă să se preusuce în aer, la temperatura camerei (22 °C) timp de 20- 24 de ore și se pune într-o etuvă cu circulație de aer, la temperatura de 105-110 °C, până la atingerea unei greutate aproape constante (variația între 2 cântăriri ale corpului la interval de 4 ore fiind de maxim 2 %) și apoi corpul uscat este introdus într-un cuptor, aflat la temperatura de 22- 30 °C și se ridică temperatura cuptorului până la o valoare maximă de 1000-1200 °C, cu un gradient de temperatura de 20- 25 °C/min., temperatura menținându-se la valoarea maximă dorită, timp de 3- 4 ore, după care se oprește încălzirea cuptorului și acesta se lasă să se răcească în convecție naturală, până la temperatura de 25-30 °C, când se scot din cuptor spumele ceramice obținute.

2. Procedeu de obținere a spumelor ceramice din micro și nanocompozite cu geluri polimerice, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că în calitate de oxizi ceramici se utilizează pulbere micrometrică de caolina brută (cu diametrul mediu al particulelor sub 350 μm), silice nanoporoasă (cu diametrul mediu al porilor sub 40 nm și cu diametrul mediu al particulelor sub 200 μm), micropulbere de alumina (cu diametrul mediu al particulelor sub 250 μm) și nanopulbere de alumina (cu diametrul mediu al particulelor sub 200 nm).