



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00898**

(22) Data de depozit: **13.09.2011**

(41) Data publicării cererii:
29.06.2012 BOPI nr. **6/2012**

(71) Solicitant:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE - CA,
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **BANCIU CRISTINA, STR. BALTAGULUI
NR. 7E, ET. 1, AP. 3, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **BARA ADELA,
STR.PRELUNGIREA GHENCEA NR.34,
BL.M7, SC.A, AP.19, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **PATROI DELIA, STR. VATRA DORNEI
NR. 11, BL. 18B+C, SC. 2, ET. 1, AP. 49,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **LEONAT LUCIA, ȘOS.MIHAI BRAVU
NR.33, BL.P12, AP.34, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **MATERIALE CARBONICE POROASE CU FIBRE DE CARBON
ȘI PROCEDEU DE OBTINERE A ACESTORA**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o compoziție de materiale carbonice poroase, cu fibre de carbon, destinate proceselor de filtrare și adsorbție, și la un procedeu de obținere a acesteia. Compoziția conform invenției este constituită dintr-un amestec din 70...80% fibre de carbon măcinate, din precursor smoală de petrol sau poliacrilonitril, cu 20...30% dintr-un liant de tip rășină fenol-formaldehidică, materialul final având caracteristici de suprafață BET, rezistență, conductivitate, rezistivitate și densitate aparentă îmbunătățite. Procedeu conform invenției constă din amestecarea cu apă, sub agitare, timp de 30 min, a fibrelor de carbon măcinate, la lungime medie

de 150...800 μm, diamentrul de 7...14 μm, peste care se adaugă pulbere de rășină fenolformaldehidică de tip novolac, cu agitare timp de 15 min, șlamul rezultat este filtrat într-o matriță poroasă sub vid și compoziția se usucă la etuvă, la 60°C timp de 8 h, se menține la 150°C timp de 6 h, se carbonizează la 650°C timp de 180 min și se activează cu abur sau CO₂ la 800...900°C, timp de 1...3 h.

Revendicări: 2
Figuri: 2



MATERIALE CARBONICE POROASE CU FIBRE DE CARBON ȘI PROCEDUL DE OBTINERE A ACESTORA

Invenția se referă la materiale carbonice poroase cu fibre de carbon, cu structură rigidă, activate, conductive electric și termic, destinate proceselor de filtrare și adsorbție, și la procedul de obținere a acestora.

Este cunoscută că în scopul filtrării sau adsorbției din gaze sau lichide a diversilor contaminanți, precum gaze, vapori, particule sau substanțe solvate, se utilizează materiale adsorbante sub formă granulară sau pulverulentă. Aceste materiale adsorbante pot fi cărbuni activi, pământuri adsorbante, alumină activată, zeoliți etc.

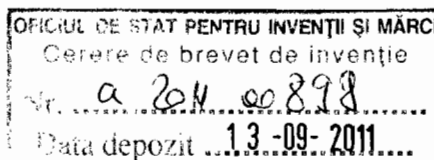
Materialele adsorbante sub formă de pulbere se utilizează prin amestecare cu soluția ce urmează a fi purificată urmată de filtrare, în timp ce materialele adsorbante sub formă de granule se utilizează în cartușe sau coloane de filtrare, prin care sunt trecute fluxurile de gaz sau de lichid, pentru adsorbția contaminanților.

Mai recent au fost dezvoltate ca materiale adsorbante și fibrele de carbon activate, mărirea suprafeței specifice fiind realizată prin activarea fizică sau chimică.

Toate aceste materiale adsorbante granulare sau pulverulente prezintă dezavantaje legate de manipularea lor, tasarea, crearea de canale preferențiale și pierderea de presiune. De asemenea, o altă problemă majoră a acestor adsorbanti este legată de regenerarea acestora.

Brevetul SUA 4933314 prezintă o sită moleculară carbonică și procedul de obținere, aceasta fiind caracterizată prin faptul că are o structură în care un număr de particule sferice carbonice cu un diametru de 0,8...120 μm sunt coalesceate aleator într-o rețea tridimensională care are micropori comunicanți. Această structură este derivată dintr-un amestec de particule sferice de rășină fenolică termorigidă, o soluție de rășină termorigidă, care poate fi o rășină de tip fenolic sau melamină, și un liant polimeric, cum ar fi alcoolii polivinilici sau derivați celulozici solubili în apă.

Brevetul RO 107839 prezintă elemente filtrant-adsorbante, de forme diverse, care permit reținerea din gaze și lichide a particulelor și contaminanților în procesele de filtrare și adsorbție și procedul de obținere a acestora. În scopul obținerii unor structuri bloc, poroase, elementele filtrant-adsorbante sunt alcătuite din amestecuri de materiale, sub formă de granule sau pulberi sinterizate termic, cu caracteristici adsorbante, și un liant format din pulberi de polimeri termoplastici cu granulație diversă în raport de amestecare volumetric material adsorbant/liant polimeric de 1/4 până la 4/1 și opțional cu un lubrifiant în proporție de 5...50% din masa amestecului final.



Brevetul SUA 5310593 prezintă un adsorbant ce constă din mai multe straturi de carbon activ sinterizate. Aceste straturi sunt preparate prin sinterizarea carbonului activat, care poate conține un material carbonic de legătură infuzibil la sinterizare, o pastă de lemn pentru hârtie sau o rășină sintetică care se topește la temperatură, și sunt aranjate astfel încât să formeze spații între straturile adiacente.

Materiale carbonice poroase cu fibre de carbon conform invenției înlătură dezavantajele de mai sus, prin aceea că sunt alcătuite dintr-un amestec de fibre de carbon măcinate, provenite din precursor smoală de petrol sau poliacrilonitril, în proporție de 70-80% masic și un liant de tip rășină fenolformaldehidică în proporție de 20-30% masic.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- materialele carbonice poroase cu fibre de carbon, pe lângă faptul că au o structură rigidă permeabilă ce poate fi prelucrată în diverse forme datorită rezistenței mecanice și a modului de obținere
- sunt conductive electric și termic, ceea ce permite regenerarea electrică a acestora prin aplicarea unui curent de voltaj scăzut care duce la încălzire și astfel la desorbția poluanților de pe fibre.

În continuare se prezintă un exemplu de procedeu de obținere a materialelor carbonice poroase cu fibre de carbon conform invenției, în legătură și cu figurile 1 și 2 care reprezintă:

- figura 1 – imaginea SEM a unui material carbonic poros cu fibre de carbon activat cu abur la 800°C.

- figura 2 – imaginea SEM a porilor formați pe suprafața fibrei de carbon dintr-un material carbonic poros cu fibre de carbon activat cu abur la 800°C.

Procedeul de obținere a materialelor carbonice poroase cu fibre de carbon cuprinde următoarele etape: obținerea unui șlam din fibrele de carbon măcinate, pulberea de rășină fenolformaldehidică și apă, îndepărtarea apei prin filtrarea șlamului într-o matriță poroasă, uscarea forme obținute, carbonizarea acestora și activarea materialului obținut.

Fibrele de carbon măcinate, provenite din precursor smoală de petrol sau poliacrilonitril, cu lungimea medie cuprinsă între 150-800 μm și diametrul cuprins între 7-14 μm, sunt amestecate cu apă prin agitare mecanică timp de 30 minute la o turație de 500 rotații/minut.

Pulberea de rășină fenolformaldehidică de tip novolac, ce conține ca întăritor hexametilentetramină în proporție de 11%, se amestecă cu apă prin ultrasonare timp de 10 minute pentru omogenizare și apoi se adaugă peste șlamul de fibre și se continuă agitarea timp de 15 minute la o turație de 500 rotații/minut.

Șlamul astfel format este filtrat într-o matriță poroasă sub vacuum, iar preforma obținută este uscată în etuvă, în aer, la o temperatură de 60°C timp de 8 ore. Procesul se continuă cu

prereticularea novolacului prin menținerea în etuvă a preformei la o temperatură de 150°C, în aer, timp de 6 ore.

Preforma astfel obținută se carbonizează la 650°C, în atmosferă inertă, cu viteza de încălzire de 5°C/min și menținerea în regim termic constant timp de 180 minute la temperatura finală, asigurând astfel pirolizarea rășinii fenolformaldehidice ce este utilizată ca liant pentru fibrele de carbon.

Materialele carbonice astfel obținute sunt tratate în continuare pentru mărirea suprafeței specifice și pentru crearea de pori pe suprafața fibrelor de carbon prin activare fizică cu abur sau cu dioxid de carbon. Activarea fizică se realizează la o temperatură de 800-900°C, timp de 1-3 ore.

După activare se obțin materiale carbonice poroase cu fibre de carbon cu aria suprafeței BET cuprinsă între 200 și 1000 m²/g, un volum total de pori cuprins între 0,1 și 1,0 cm³/g, rezistența la rupere prin încovoiere cuprinsă între 0,8 și 2 MPa, conductivitatea termică cuprinsă între 0,3 și 1,5 W/m·K, rezistivitatea electrică cuprinsă între 0,001 și 0,01 Ω·m și densitatea aparentă cuprinsă între 0,2 și 0,6 g/cm³.

REVENDICARE

1. Materiale carbonice poroase cu fibre de carbon, caracterizat prin aceea că în scopul utilizării lor în procese de filtrare și adsorbție, sunt alcătuite dintr-un amestec de fibre de carbon măcinate, provenite din precursor smoală de petrol sau poliacrilonitril, în proporție de 70-80% masic și un liant de tip rășină fenolformaldehidică în proporție de 20-30% masic, produsul final având, în funcție de tipul de fibre de carbon și parametrii de procesare, aria suprafeței BET cuprinsă între 200 și 1000 m²/g, un volum total de pori cuprins între 0,1 și 1,0 cm³/g, rezistența la rupere prin încovoiere cuprinsă între 0,8 și 2 MPa, conductivitatea termică cuprinsă între 0,3 și 1,5 W/m·K, rezistivitatea electrică cuprinsă între 0,001 și 0,01 Ω·m și densitatea aparentă cuprinsă între 0,2 și 0,6 g/cm³.

2. Procedeu de obținere a materialelor carbonice poroase cu fibre de carbon, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că se utilizează ca materii prime fibre de carbon măcinate, provenite din precursor smoală de petrol sau poliacrilonitril, cu lungimea medie cuprinsă între 150-800 μm și diametrul cuprins între 7-14 μm, amestecate cu apă prin agitare mecanică timp de 30 minute, peste care se adaugă pulbere de rășină fenolformaldehidică de tip novolac continuându-se agitarea timp de 15 minute, șlamul astfel format fiind filtrat într-o matriță poroasă sub vacuum, iar preforma obținută este uscată în etuvă, în aer, la o temperatură de 60°C timp de 8 ore, urmată de menținerea preformei în etuvă la o temperatură de 150°C, în aer, timp de 6 ore, carbonizare la 650°C, în atmosferă inertă, cu viteza de încălzire de 5°C/min și menținerea în regim termic constant timp de 180 minute la temperatura finală și activare fizică cu abur sau cu dioxid de carbon la o temperatură de 800-900°C, timp de 1-3 ore.

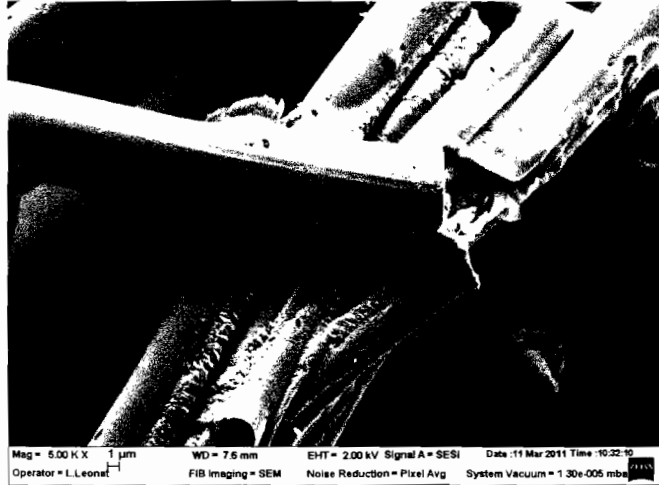


Figura 1

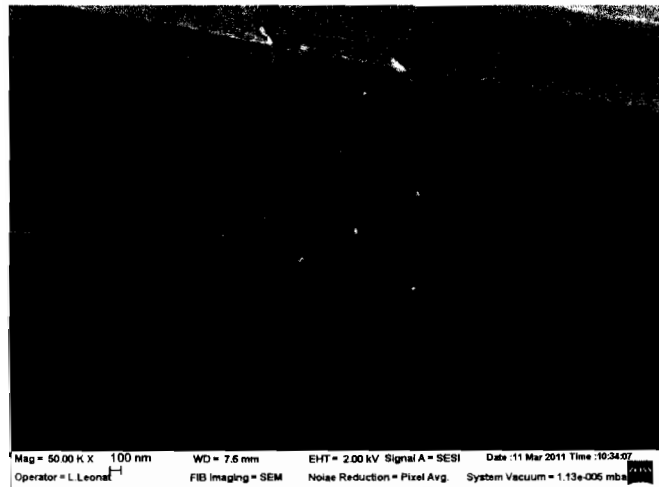


Figura 2