



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

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

(22) Data de depozit: **13/09/2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **29/04/2016** BOPI nr. **4/2016**

(41) Data publicării cererii:  
**29/06/2012** BOPI nr. **6/2012**

(73) Titular:  
• **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.7 E, ET.1, AP.3, SECTOR 5,  
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **BARA ADELA, PRELUNGIREA GHENCEA  
NR.34, BL.M 7, SC.A, AP.19, SECTOR 6,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **PATROI DELIA, STR.VATRA DORNEI  
NR.11, BL.18 B+C, SC.2, ET.1, AP.49,  
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **LEONAT LUCIA, ȘOS.MIHAI BRAVU  
NR.33, BL.P 12, ET.9, AP.34, SECTOR 2,  
BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**US 6787494 B2; JPH 0280315 (A);  
US 4082661**

(54) **MATERIALE CARBONICE POROASE CU FIBRE DE CARBON  
ȘI PROCEDU DE OBȚINERE A ACESTORA**



# RO 127500 B1

1           Invenția se referă la materiale carbonice poroase, cu fibră de carbon, și la procedeul de  
obținere a acestora.

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

7           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  
9           granule se utilizează în cartușe sau coloane de filtrare, prin care sunt trecute fluxurile de gaz  
sau de lichid, pentru adsorbția contaminanților.

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

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

17          Din brevetul **US 6787494 B2**, este cunoscută o metodă de obținere a unui carbon activat  
turnat, ce constă în turnarea în formă a unui amestec conținând carbon activat, un solvent și  
19          o rășină fenolaldehidică, urmată de uscarea și reticularea amestecului, și apoi carbonizarea  
acestuia într-un gaz inert, ce are o capacitate mare de absorbție și rezistență mecanică ridicată.

21          De asemenea, din brevetul **JPH 0280315 (A)** este cunoscută o metodă de obținere a  
unui carbon activ granulat, cu o suprafață specifică mare și adsorbțivitate mare pentru mai multe  
23          gaze, și care constă în granulara prin extrudare a carbonului granular optic activ, cu un liant  
ales dintre rășini celulozice, rășini fenolice, poliimide, bentonită și smoală de gudron de huilă.  
25          Carbonul activ granular optic activ este produs din microsferă de mezofază carbonică, obținute  
într-o etapă a producerii fibrelor de carbon, prin încălzirea smoalei, separarea, recuperarea și  
27          activarea acestora.

29          Din brevetul **RO 107839** se cunosc elemente filtrant-adsorbante, de forme diverse, care  
permit reținerea din gaze și lichide a particulelor și contaminanților în procesele de filtrare și  
adsorbție, și procedeul de obținere a acestora. În scopul obținerii unor structuri bloc, poroase,  
31          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  
33          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 lubrifianț în proporție de 5...50%  
35          din masa amestecului final.

37          Din brevetul **US 5310593** se cunoaște un adsorbant format din mai multe straturi de  
carbon activ sinterizate, care sunt preparate prin sinterizarea carbonului activat, care poate  
conține un material carbonic de legătură, infuzibil la sinterizare, o pastă de lemn pentru hârtie,  
39          sau o rășină sintetică ce se topește la temperatură, și sunt aranjate astfel încât să formeze  
spații între straturile adiacente.

41          Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unei structuri rigide  
permeabile, cu rezistență mecanică, ce poate fi ușor prelucrată în diverse forme, care să  
43          permită regenerarea electrică, fiind destinată proceselor de filtrare și adsorbție.

45          Materialele carbonice poroase, din fibre de carbon, conform invenției, elimină deza-  
vantajele de mai sus prin aceea că sunt alcătuite dintr-un amestec de fibre de carbon măcinate,  
provenite din precursor de smoală de petrol sau poliacrilonitril, în proporție de 70...80% masic,  
47          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

# RO 127500 B1

cuprinsă între 200 și 100 m<sup>2</sup>/g, un volum total de pori cuprins între 0,1 și 1,0 cm<sup>3</sup>/g, rezistența la rupere prin încovoiere cuprinsă între 0,8 și 2 Mpa, conductivitatea termică fiind cuprinsă între 0,3 și 1,5 W/m·K, rezistivitatea electrică fiind cuprinsă între 0,001 și 0,01Ω·m și densitatea aparentă cuprinsă între 0,2 și 0,6 g/cm<sup>3</sup>. 1 3

De asemenea, în procedeul de obținere a materialelor carbonice poroase cu fibre de carbon, se utilizează, ca materii prime, fibre de carbon măcinate, provenite din precursor de smoală de petrol sau poliacrilonitril, cu lungimea medie cuprinsă în intervalul 150...800 μm și diametrul cuprins în intervalul 7...14 μm, amestecate cu apă prin agitare mecanică, timp de 30 min, peste care se adaugă pulbere de rășină fenolformaldehidică, de tip novolac, continuând agitarea timp de 15 min, șlamul astfel format fiind filtrat într-o matriță poroasă, sub vacuum; preforma obținută este uscată în etuvă, la o temperatură de 60°C, în aer, timp de 8 h, prereticulat novolacul la o temperatură de 150°C, în aer, timp de 6 h, carbonizare la 650°C, în atmosferă inertă, cu viteza de încălzire de 5°C/min și menținerea în regim termic constant timp de 180 min, și activare fizică la o temperatură de 800...900°C, timp de 1...3 h. 5 7 9 11 13

Invenția prezintă următoarele avantaje: 15

- materialele carbonice poroase, cu fibre de carbon, au o structură rigidă permeabilă, ce poate fi prelucrată în diverse forme, datorită rezistenței mecanice și a modului de obținere; 17
- 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. 19

Se dă în continuare un exemplu de realizare a procedeului de obținere a materialelor carbonice poroase cu fibre de carbon, conform invenției, în legătură și cu fig. 1 și 2, ce reprezintă: 21 23

- fig. 1, imaginea SEM a unui material carbonic poros, cu fibre de carbon, activat cu abur la 800°C; 25

- fig. 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. 27

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 formei obținute, carbonizarea acesteia și activarea materialului obținut. 29 31

Fibrele de carbon măcinate, provenite din precursor smoală de petrol sau poliacrilonitril, cu lungimea medie cuprinsă în intervalul 150...800 μm și diametrul cuprins în intervalul 7...14 μm, sunt amestecate cu apă, prin agitare mecanică, timp de 30 min, la o turație de 500 rot/min. 33 35

Pulberea de rășină fenolformaldehidică de tip novolac, ce conține, ca întăritor, hexametilentetramină în proporție de 11%, se amestecă apoi cu apă prin ultrasonare timp de 10 min, pentru omogenizare, și apoi se adaugă peste șlamul de fibre, și se continuă agitarea timp de 15 min, la o turație de 500 rot/min. 37 39

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 h. Procesul se continuă cu prereticularea novolacului prin menținerea în etuvă a preformei la o temperatură de 150°C, în aer, timp de 6 h. 41 43

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 min la temperatura finală, asigurând astfel pirolizarea rășinii fenolformaldehidice care este utilizată ca liant pentru fibrele de carbon. 45 47

# RO 127500 B1

1 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, folosind  
3 abur sau dioxid de carbon. Activarea fizică se realizează la o temperatură de 800...900°C, timp  
de 1...3 h.

5 După activare, se obțin materiale carbonice poroase, cu fibre de carbon cu aria  
suprafeței BET cuprinsă între 200 și 1000 m<sup>2</sup>/g, un volum total de pori cuprins între 0,1 și  
7 1,0 cm<sup>3</sup>/g, rezistența la rupere prin încovoiere cuprinsă între 0,8 și 2 MPa, conductivitatea  
termică fiind cuprinsă între 0,3 și 1,5 W/m·K, rezistivitatea electrică fiind cuprinsă între 0,001 și  
9 0,01 Ω·m, și densitatea aparentă fiind cuprinsă între 0,2 și 0,6 g/cm<sup>3</sup>.

# RO 127500 B1

## Revendicări

1. Materiale carbonice poroase, cu fibre de carbon, **caracterizate 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 fenolformaldehydică, 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 m<sup>2</sup>/g, un volum total de pori cuprins între 0,1 și 1,0 cm<sup>3</sup>/g, rezistența la rupere prin încovoiere cuprinsă între 0,8 și 2 MPa, conductivitatea termică fiind cuprinsă între 0,3 și 1,5 W/m·K, rezistivitatea electrică fiind cuprinsă între 0,001 și 0,01 Ω·m, și densitatea aparentă fiind cuprinsă între 0,2 și 0,6 g/cm<sup>3</sup>.
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 în intervalul 150...800 μm și diametrul cuprins în intervalul 7...14 μm, amestecate cu apă prin agitare mecanică, timp de 30 min, peste care se adaugă pulbere de rășină fenolformaldehydică, de tip novolac, continuându-se agitarea timp de 15 min, șlamul astfel format fiind filtrat într-o matriță poroasă, sub vacuum, iar preforma obținută este uscată în etuvă, la o temperatură de 60°C, în aer, timp de 8 h, urmată de menținerea preformei în etuvă, la o temperatură de 150°C, în aer, timp de 6 h, carbonizare la 650°C, în atmosferă inertă, cu viteza de încălzire de 5°C/min și menținerea în regim termic constant timp de 180 min la temperatura finală, și activare fizică, folosind abur sau dioxid de carbon, la o temperatură de 800...900°C, timp de 1...3 h.

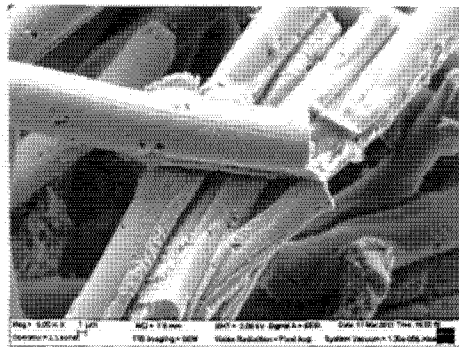
(51) Int.Cl.

**B01J 20/20** (2006.01),

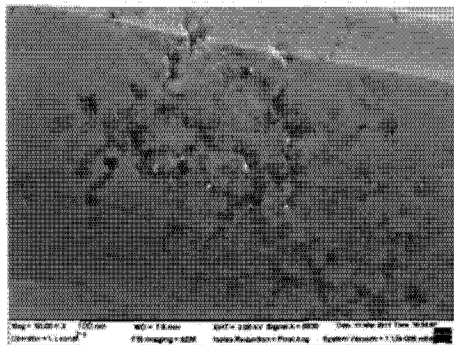
**B01J 20/28** (2006.01),

**C01B 31/08** (2006.01),

**C01B 31/14** (2006.01)



**Fig. 1**



**Fig. 2**



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM  
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci  
sub comanda nr. 188/2016